

# Analiza prijelomnih površina CuAlNi legura s prisjetljivosti oblika

---

Vračan, Andrej

Master's thesis / Diplomski rad

2017

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Metallurgy / Sveučilište u Zagrebu, Metalurški fakultet**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:115:156091>

Rights / Prava: [In copyright](#) / [Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-08-26**



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
METALURŠKI FAKULTET  
UNIVERSITY OF ZAGREB  
FACULTY OF METALLURGY

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Metallurgy University of Zagreb - Repository of Faculty of Metallurgy University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
METALURŠKI FAKULTET

Andrej Vračan

DIPLOMSKI RAD

Sisak, veljača 2017.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
METALURŠKI FAKULTET

Andrej Vračan

ANALIZA PRIJELOMNIH POVRŠINA  $\text{CuAlNi}$  LEGURA S  
PRISJETLJIVOSTI OBLIKA

DIPLOMSKI RAD

Mentor:  
Prof.dr.sc. Mirko Gojić

Članovi ispitnog povjerenstva:  
Predsjednik: izv.prof.dr.sc. Stjepan Kožuh  
Član: Prof.dr.sc. Mirko Gojić  
Član: izv.prof.dr.sc. Tamara Holjevac-Grgurić  
Zamjenski član: izv.prof.dr.sc. Zoran Glavaš

Sisak, veljača 2017.

*Ovaj je rad financirala Hrvatska zaklada za znanost projektom IP-2014-09-3405.*

## Sažetak

U ovom radu analizirana je mikrostruktura CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika. Ispitivanje je provedeno na pripremljenim uzorcima u lijevanom i kaljenom stanju. Uzorci su pripremljeni u vakuum indukcijskoj peći koja je spojena sa uređajem za vertikalno lijevanje. Postupak lijevanja je proveden u zaštitnoj atmosferi argona, a zatim su pripremljeni za mikroskopsku analizu brušenjem, poliranjem i nagrivanjem. Mikrostrukturalna analiza CuAlNi legure provedena je svjetlosnim mikroskopom te pretražnim elektronskim mikroskopom. Rezultati su pokazali da uzorci posjeduju tipičnu martenzitnu mikrostrukturu, a martenzitne iglice imaju različitu orijentaciju u svakom pojedinom zrnju. Radi ispitivanja mehaničkih svojstava legure, proveden je statički vlačni pokus, te ispitivanje tvrdoće metodom po Vickersu. Nakon loma uzorka pri statičnom vlačnom pokusu, provedena je fraktografska analiza prijelomnih površina CuAlNi legure u lijevanom i kaljenom stanju.

***Ključne riječi:*** legure s prisjetljivosti oblika, CuAlNi, mikrostruktura, vertikalno lijevanje, martenzit

## Analysis of fracture surfaces of the CuAlNi shape memory alloys

### Abstract

In this paper, the microstructure of the CuAlNi shape memory alloy has been analysed. Examination was conducted on prepared samples in a cast and tempered state. Samples were produced in a vacuum induction furnace which is connected with a device for vertical casting. The process was conducted in protective atmosphere of argon, after which they were prepared for microscopy analysis by grinding, polishing and corrosion. The microstructural analysis of the CuAlNi shape memory alloy was performed with optical microscopy and scanning electron microscopy. The results have shown that samples possess a typical martensitic microstructure. Martensite laths have different orientations inside particular grains. Tensile testing and hardness testing by the Vickers method were conducted to determine the mechanical properties of the CuAlNi shape memory alloy. After the samples fractured during tensile testing, the analysis of fracture surfaces of the CuAlNi shape memory alloy in cast and tempered state was conducted.

***Keywords:*** shape memory alloy, CuAlNi, microstructure, vertical casting, martensite

## SADRŽAJ

1. UVOD	1
2. TEORIJSKI DIO	2
2.1 Povijesni razvoj legura s efektom prisjetljivosti oblika	2
2.2 Legure s prisjetljivosti oblika	3
2.2.1 Martenzitna transformacija	3
2.2.2 Efekt prisjetljivosti oblika	5
2.2.2.1 Jednosmjerni efekt prisjetljivosti oblika	6
2.2.2.2 Dvosmjerni efekt prisjetljivosti oblika	6
2.2.3 Pseudoelastičnost	7
2.2.4 Superelastičnost	8
2.3 Podjela legura s efektom prisjetljivosti oblika	9
2.3.1 Legure s prisjetljivosti oblika na bazi nikla i titana	9
2.3.2 Legure s prisjetljivosti oblika na bazi bakra	10
2.3.2.1 CuZnAl legure s prisjetljivosti oblika	10
2.3.2.2 CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika	11
2.4 Primjena legura s prisjetljivosti oblika	12
2.4.1 Potpuni oporavak legura s prisjetljivosti oblika	14
2.4.2 Ograničeni oporavak legura s prisjetljivosti oblika	15
2.4.3 Aktuatorski oporavak legura s prisjetljivosti oblika	16
2.4.4 Superelastični oporavak legura s prisjetljivosti oblika	17
3. EKSPERIMENTALNI DIO	20
3.1 Lijevanje i toplinska obrada CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika	20
3.2 Ulaganje u vodljivu masu	21
3.3 Brušenje i poliranje	21
3.4 Nagrizanje	23
3.5 Ispitivanje tvrdoće	24
3.6 Statički vlačni pokus	25
3.7 Svjetlosna mikroskopija	29
3.8 Analiza pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa (SEM) i energetske disperzijske spektrometrije (EDS)	30
3.9 Fraktografija	32
4. REZULTATI I RASPRAVA	33

4.1 Mikrostrukturalna analiza CuAlNi legure svjetlosnom mikroskopijom	33
4.2 Analiza pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa (SEM)	34
4.3 Mehanička svojstva CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika	39
4.3.1 Rezultati statičkog vlačnog pokusa	39
4.3.2 Rezultati ispitivanja tvrdoće po Vickersu	41
4.4 Fraktografska analiza CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika	41
5. ZAKLJUČAK	49
6. LITERATURA	50
ŽIVOTOPIS	52

## 1. UVOD

Legure s efektom prisjetljivosti oblika su novija vrsta metalnih legura koje mogu biti sastavljene od dvije ili više različitih komponenata određenog kemijskog sastava [1]. Glavna sposobnost ovih legura je efekt prisjetljivosti oblika, što znači da imaju sposobnost vraćanja u svoj početni oblik ako je na njih primijenjena neka od vrsta toplinske obrade. Plastična deformacija ovakvih legura počinje još pri niskim temperaturama, a nakon što se legura izloži visokim temperaturama, ona se vraća u svoj prvobitni oblik [2].

Iako je prvi put ovakav efekt primijetio švedski istraživač Olander 1932. godine na leguri zlato-kadmij, gdje je uočeno da martenzitna faza može poprimiti oblik koji se mijenja s promjenom temperature, prvi ozbiljniji interesi za ovakve vrste legure počinju tek kad je isti efekt uočen na leguri NiTi [2, 3].

Osim legure NiTi koja je najpoznatija, danas postoji velik broj legura s prisjetljivosti oblika od kojih su najvažnije legure na bazi bakra (CuZnAl, CuAlNi) [3]. Postoje još i neke legure na bazi željeza te na bazi plemenitih metala [2].

Legure s efektom prisjetljivosti oblika primjenjuju se u mnogim granama industrije, ponajviše zbog svojih dobrih mehaničkih svojstava. Koriste se u biomedicinskim industrijama, najviše za implantate i proteze, u području aeronautike za smanjenje šumova te filtriranje štetnih frekvencija, a također se mogu koristiti za senzore i aktuatore [1].

NiTi legura, koja se još naziva i Nitinol, najrasprostranjenija je legura, te se koristi u mnogim granama industrije kao što su: strojarstvo, elektrotehnika, a posebno medicina zbog svojih dobrih termoelektričnih i termomehaničkih svojstava, ali i zbog dobre kompatibilnosti, pa se najčešće i koristi za implantate [2, 3].

Legure s prisjetljivosti oblika na bazi bakra zbog svojih dobrih električnih i toplinskih svojstava i jeftinije cijene zbog lakšeg dobivanja bila su dobra alternativna opcija skupim NiTi legurama. Nedostatci ovih legura ponajprije su slabija obradivost i sklonost ka krhkom lomu [2].

U ovom radu posebna pažnja obratit će se na CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika. Njihova osnovna prednost je niža cijena u odnosu na ostale legure s prisjetljivosti oblika, što je posljedica njihove jednostavnije i brže proizvodnje. Kod ovih legura također postoji mogućnost primjene na višim temperaturama u odnosu na ostale vrste legura, no CuAlNi legure proizvedene konvencionalnim putem vrlo su krhke zbog krupnozrnate strukture koja nastaje, pa imaju i vrlo slabu obradivost [2, 3].



## 2. TEORIJSKI DIO

### 2.1 Povijesni razvoj legura s efektom prisjetljivosti oblika

Veliki korak u razvoju legura s efektom prisjetljivosti oblika donijelo je otkriće martenzita u čelicima 1890. godine za koje je zaslužan Adolf Martens. Tijekom ranih 1900. godina, fenomen martenzitne transformacije u metalurgiji uvelike se proučavao diljem svijeta. Reverzibilnu transformaciju martenzita prvi su objasnili Kurdjumov i Khandros 1949. godine na temelju eksperimentalnih opažanja toplinski reverzibilne martenzitske strukture u CuZn i CuAl legurama [4].

Prvi put efekt prisjetljivosti oblika uočio je švedski istraživač Olander 1932. godine na leguri AuCd, ali nakon toga već 1963. godine grupa dr. Buehlera pod nazivom US Naval Ordnance Laboratory primjetila je isti efekt na poznatijoj leguri NiTi, ali i na nekim drugim legurama poput AuCd i InTi. Pojava ovog efekta zainteresirala je mnoge izrazito zbog svoje posebnosti i svojstava, te su se provodila razna istraživanja kako bi se došlo do znanja mogu li se ovakvi materijali koristiti za proizvodnju strojnih dijelova u industriji. Međutim, istraživanja su pokazala da se ovi materijali ne mogu razvijati za praktičnu primjenu [5, 6].

Istraživanja koja su provedena oko 1965. godine baziraju se na dodavanju legirajućih elemenata postojećim legurama s efektom prisjetljivosti oblika. Pokazano je da npr. dodatkom legirajućih elemenata poput Co i Fe u slitinu NiTi dolazi do smanjenja transformacijskih temperatura [4].

Ipak, oko 1970. godine u SAD-u su izrađene Cryofit cijevne spojnice od slitine NiTi legure koje su služile za vezanje cijevi u borbenim zrakoplovima, te su se one počele prodavati u velikim količinama. Glavna karakteristika Cryofit spojnice bila je niska temperatura transformacije, kako bi se spriječile poteškoće pri transportu. Zbog toga, cijevne spojnice transportirane su u tekućem dušiku. Kasnije su se ovakvi problemi s rukovanjem pokušavali riješiti proizvodnjom novih legura, koje bi imale veću temperaturu histereze, te bi mogle služiti za popravke oštećenih dijelova u nuklearnim reaktorima. U tu svrhu, proizvedena 1989. godine legura NiTiNb. Od 1980. godine komercijalna proizvodnja NiTi legura razvila se u mnogim područjima, pogotovo u području biomedicine [4, 5].

Narednih godina i dalje se proučavao mehanizam efekta prisjetljivosti oblika, ali i njegova povezanost sa termoelastičnom martenzitnom transformacijom u određenim legurama. Tijekom proučavanja efekta prisjetljivosti oblika, istraživači su uočili još jedan efekt pod nazivom superelastičnost, koji je usko povezan sa efektom prisjetljivosti oblika te su te efekte uočili u raznim legurama [5].

U 1990. godinama legure s efektom prisjetljivosti oblika našle su komercijalnu primjenu u raznim industrijama kao što su: automobilska industrija, aeronautika, biomedicina, robotika, itd. Također, ove legure našle su primjenu u klima uređajima, za električne kabelske priključke, ventile, aktuatora, itd. U ovom razdoblju također je porasla i potražnja za legurama koje mogu biti izložene visokim radnim temperaturama, najviše u zrakoplovnoj i naftnoj industriji, ali i za legurama koje posjeduju efekt prisjetljivosti oblika pod utjecajem magnetskog polja [4].

## 2.2 Legure s efektom prisjetljivosti oblika

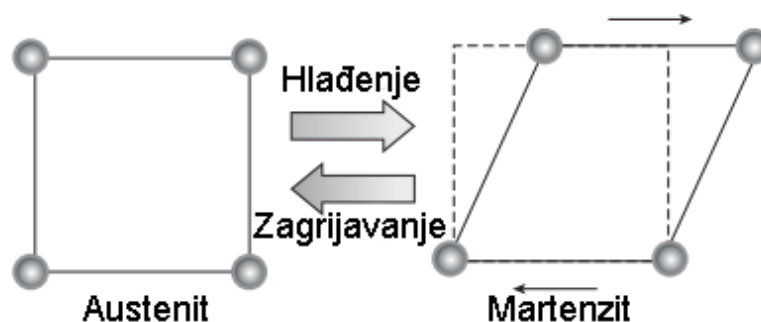
Legure s efektom prisjetljivosti oblika pripadaju grupi materijala čije je glavno svojstvo da se vraćaju u prethodno definirani oblik nakon što se izlože nekoj od toplinskih obrada. Pri niskim temperaturama ove legure se mogu deformirati, a kad se izlože višim temperaturama vraćaju se u oblik koje su imale prije deformacije. Kako bi se efekt prisjetljivosti ostvario, glavni uvjet je da se odvijee fazna transformacija iz austenita u martenzit [1, 7].

### 2.2.1 Martenzitna transformacija

Martenzitna transformacija jedna je od vrsta faznih transformacija. Većina metalnih i keramičkih materijala spadaju pod kristalne materijale u kojima su atomi pravilo raspoređeni u tri dimenzije, pri tome tvoreći kristalnu strukturu koja predstavlja svaku fazu. U strukturi kristalnih materijala često dolazi do nekih promjena zbog toga što se mijenjaju parametri vanjskih faktora kao što su npr. temperatura i tlak [5].

Općenito, fazna transformacija u kristalnim materijalima može se podijeliti na dvije vrste: difuzijska i bezdifuzijska fazna transformacija. Kod difuzijske fazne transformacije, atomi napuštaju jednu kristalnu strukturu kako bi stvorili neku novu strukturu pomoću difuzije. Za taj proces potrebna je visoka temperatura kako bi atomi bili pokretljiviji i na taj način se postiže da transformacija bude brža [5].

Martenzitna transformacija pripada skupini bezdifuzijskih faznih transformacija, što je okarakterizirano sa smičnim premještanjem atoma. Ovdje je pomak svakog atoma mnogo manji od njihovih međuatomskih udaljenosti, te zbog toga proces transformacije može stvarati velika smična naprezanja. Tijekom ove transformacije promjena volumena može biti mala [5]. Na slici 1 prikazana je promjena oblika jedinične ćelije tijekom martenzitne transformacije.

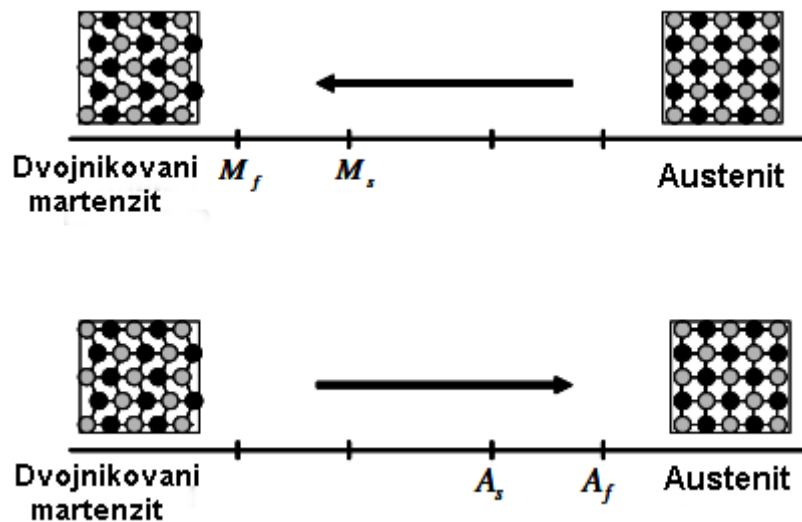


Slika 1. Prikaz promjene oblika jedinične ćelije tijekom martenzitne transformacije [5]

Efekt prisjetljivosti oblika bazira se na faznoj transformaciji između dviju čvrstih faza, austenita i martenzita, koja može biti izazvana promjenom temperature ili primjenom naprežanja [9]. Najveća razlika ove dvije faze je u njihovoj kristalnoj strukturi. Austenit je faza koja je stabilna na visokim temperaturama te tvori visoko simetrične jedinične ćelije, uobičajeno kubične strukture. Martenzit je faza koja je stabilna pri niskim temperaturama, tako da se transformacija ćelija inducira snižavanjem ispod određene transformacijske temperature, a njena struktura je monoklinska [8, 9].

Kod martenzitne transformacije, od velike važnosti su četiri karakteristične temperature. To su temperature početka i završetka martenzitne transformacije ( $M_s$ ,  $M_f$ ) i temperature početka i završetka austenitne transformacije ( $A_s$ ,  $A_f$ ) [2].

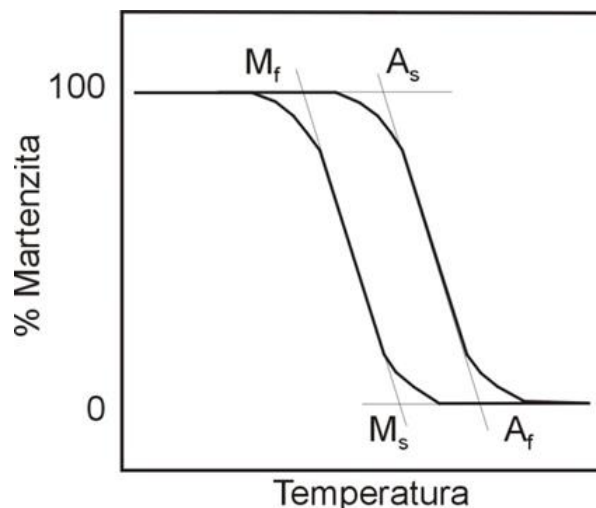
Svaki kristal martenzita može imati različitu orijentaciju, odnosno varijantu. Martenzit može postojati u dvije forme: samoprilagođavajući martenzit ( $M_t$ ), te naprežanjem inducirani martenzit ( $M_d$ ) na kojem je određena varijanta dominantna. Austenito-martenzitna transformacija inducira se mehaničkim putem pomoću naprežanja ili toplinskim putem pomoću procesa hlađenja i zagrijavanja [4, 9]. Na slici 2 je shematski prikaz kristalnih struktura dvojnikovanog martenzita i austenita za slitine s efektom prisjetljivosti oblika i transformacije između njih.



Slika 2. Shematski prikaz kristalnih struktura sraslog martenzita i austenita za slitine s efektom prisjetljivosti oblika i transformacije između njih [4]

Ova reverzibilna martenzitna transformacija može se postići sa znatno manjim promjenama temperature nego kod konvencionalnih faznih transformacija kao što je skrućivanje [8]. Pri hlađenju ispod kritične temperature, koja se još naziva temperatura početka martenzitne transformacije ( $M_s$ ), u odsutnosti primijenjenog naprežanja, austenit se počinje transformirati u neku od varijanti martenzitne faze. U ovom slučaju, pločice martenzita nastaju spontano dvojnikanjem ili klizanjem te nastaje dvojnikovani martenzit. Pri tome se odvija promjena i narušavanje kristalne rešetke, ali ne dolazi do difuzije te nema relativnih promjena u položajima atoma tijekom transformacije. Transformacija je gotova kada se postigne kritična temperatura, odnosno temperatura završetka martenzitne transformacije ( $M_f$ ) [8, 9].

Ako se legura zagrijava, transformacija se odvija u obrnutom smjeru, odnosno martenzit se transformira u austenit. Ona počinje na temperaturi početka austenitne transformacije ( $A_s$ ), a završava na temperaturi završetka austenitne transformacije ( $A_f$ ). Kako se transformacije koje se odvijaju hlađenjem i zagrijavanjem ne odvijaju na istim temperaturama, javljaju se razlike između temperatura, odnosno nastaje temperaturna histereza [1, 8]. Na slici 3 je shematski prikaz temperaturne histereze i karakterističnih temperatura za martenzitnu transformaciju.

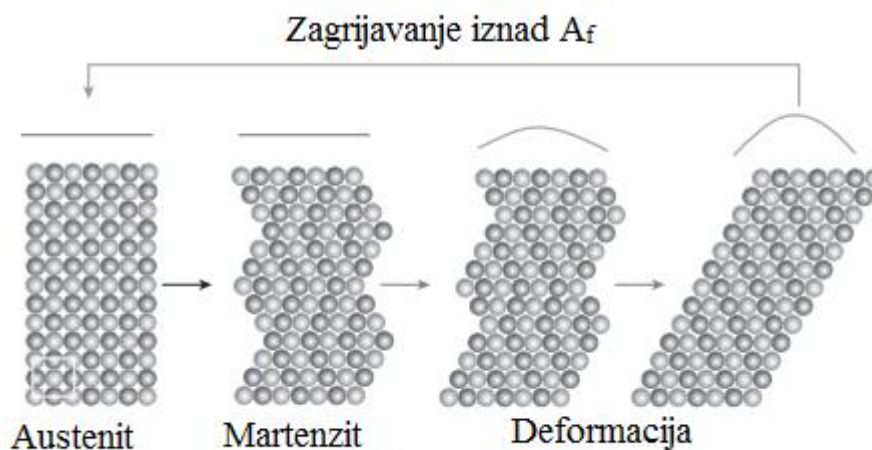


Slika 3. Shematski prikaz temperaturne histereze i temperatura karakterističnih za martenzitnu transformaciju [2]

### 2.2.2 Efekt prisjetljivost oblika

Efekt prisjetljivosti oblika opisuje učinak vraćanja izvornog oblika plastično deformiranog uzorka zagrijavanjem. Navedeni fenomen poznat je pod nazivom termoelastična martenzitna transformacija, a ona je rezultat kristalne promjene faze [10]. Kod svih materijala s efektom prisjetljivosti oblika određeni oblik dobiva se pomoću nekog postupka toplinske ili termomehaničke obrade, koji se još naziva trening ili programiranje [2].

Efekt prisjetljivosti oblika možemo objasniti na primjeru žice, koja ima martenzitnu fazu pri sobnoj temperaturi, a temperatura martenzitne transformacije je poprilično iznad sobne temperature. Žica se može lako saviti, budući se martenzit lako može deformirati pomoću sraslanja ili reorijentacije. Deformacija se može definirati kao promjena u frakciji varijante. Ako zagrijavamo savijenu žicu na temperaturu iznad  $A_f$ , martenzit se transformira natrag u austenit te uzorak poprima svoj početni oblik. Ovaj proces je moguć, zbog toga što je svaka varijanta načinjena od jednog austenitnog kristala. Nakon što se uzorak ohladi na sobnu temperaturu, žica se ponovno transformira u martenzit, ali njen oblik se sada ne mijenja zbog samoprilagodavajuće martenzitne strukture [5]. Na slici 4 je prikazan mehanizam efekta prisjetljivosti oblika.



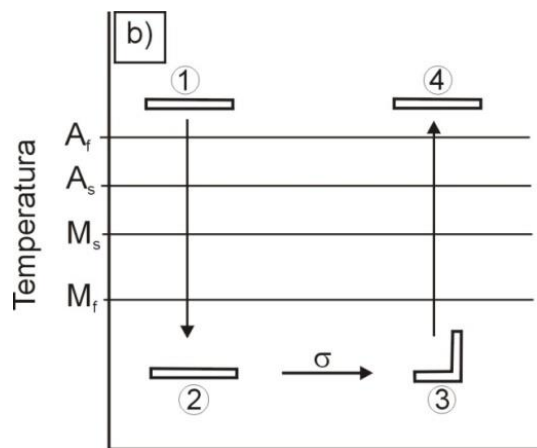
Slika 4. Mehanizam efekta prisjetljivosti oblika [5]

### 2.2.2.1 Jednosmjerni efekt prisjetljivosti oblika

Jednosmjerni efekt prisjetljivosti oblika karakterističan je po tome što legura pamti samo oblik austenitne faze [2]. Ako je legura, koja je u stanju samoprilagođavajućeg martenzita, deformirana pomoću nekog mehaničkog opterećenja, a zatim je rasterećena, ostaje i dalje deformirana. Nakon što se legura ponovno zagrijava do temperature završetka austenitne transformacije, legura se vraća u svoj početni makroskopski oblik. Sve dok ukupno naprezanje ne izaziva trajno plastično tečenje, deformacija može biti bilo koje vrste, kao npr. napetost, kompresija, savijanje, itd [2, 11].

Tijekom ovog efekta odvijaju se unutarnje promjene u strukturi. Kada se primijeni opterećenje na samoprilagođavajući martenzit, postojeća struktura se deformira preko reorijentacije varijanti, što rezultira promjenom makroskopskog oblika slitine. Kada je legura rasterećena ova deformacija ostaje, što rezultira nastankom trajne deformacije. Ako se legura ponovno zagrijava na temperature iznad temperatura martenzitne transformacije, vraća se opet početna fazna mikrostruktura i makroskopska geometrija. Ako leguru ponovno ohladimo ispod temperature završetka martenzitne transformacije, stvara se mikrostruktura samoprilagođavajućeg martenzita te se vraća izvorni oblik legure, koji je nastao prije deformacije. Na ovaj način postignut je jednosmjerni efekt prisjetljivosti oblika [2, 11].

Na slici 5 prikazana je shema jednosmjernog efekta prisjetljivosti oblika.



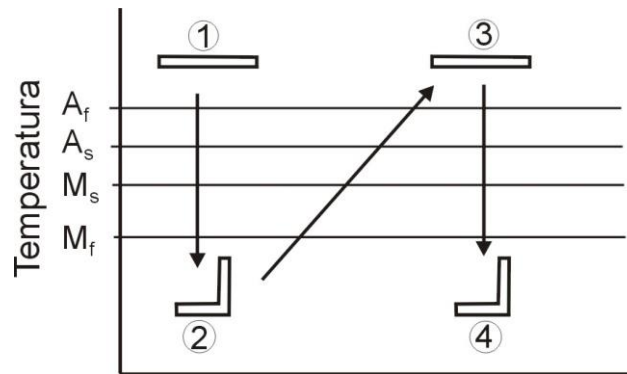
Slika 5. Shema jednosmjernog efekta prisjetljivosti oblika [2]

### 2.2.2.2 Dvosmjerni efekt prisjetljivosti oblika

Kod dvosmjernog efekta prisjetljivosti oblika, legure s prisjetljivosti oblika izlažu se promjenama temperature, što omogućuje da legura mijenja svoj oblik između visokotemperaturnog i niskotemperaturnog oblika. Kako bi legura mogla naučiti svoj željeni oblik, potrebno je provesti tzv. trening legure, koji se može provesti na više načina [2, 4].

Jedan od načina treninga za legure s prisjetljivosti oblika je termomehaničko cikliranje legure, gdje dolazi do promjene oblika legure promjenom temperature. Također, postoji i metoda treninga koja se provodi u jednom ciklusu, gdje se primjenjuje naprezanje za stabilizaciju inducirano martenzita i ono uzrokuje rast precipitata  $\gamma$ -faze. Na taj način također se prati

deformacijsko polje koje može nastati ili nestati promjenom temperature [2]. Na slici 6 prikazana je shema za dvosmjerni efekt prisjetljivosti oblika.



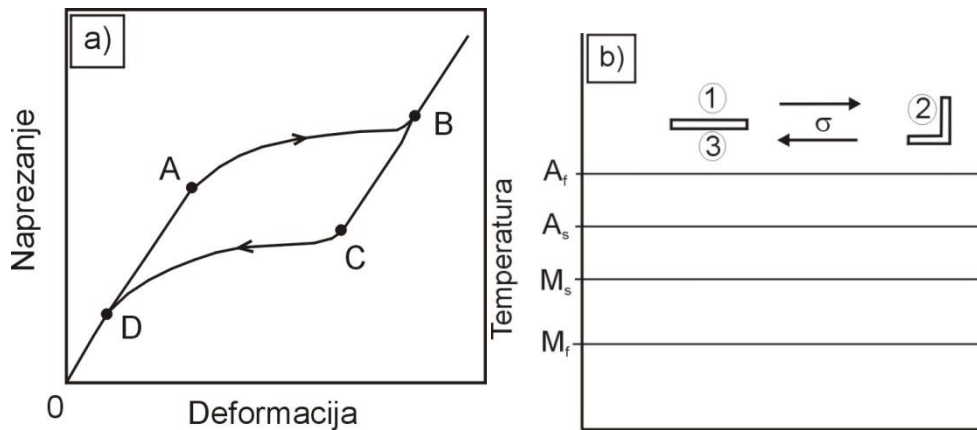
Slika 6. Dvosmjerni efekt prisjetljivosti oblika [2]

### 2.2.3 Pseudoelastičnost

Pseudoelastično ponašanje legura s efektom prisjetljivosti oblika povezana je s transformacijom austenita u naprezanjem inducirani martenzit pri konstantnoj temperaturi. To dovodi do stvaranja naprezanja tijekom opterećenja, a zatim dolazi do oporavka nakon rasterećenja na temperaturama iznad  $A_f$ . Pseudoelastično termomehaničko opterećenje odvija se na dovoljno visokim temperaturama, gdje postoji stabilna faza austenita, a zatim se razvija pod primijenjenim opterećenjem u naprezanjem inducirani martenzit, te se na kraju opet vraća u austenitnu fazu gdje više nema naprezanja [2, 4, 12].

Makroskopsko ponašanje slitina s efektom prisjetljivosti oblika može se pratiti na dijagramu naprezanje – deformacija, koji se dobije mehaničkim ispitivanjem slitine na konstantnoj temperaturi [2]. Dijagram naprezanje – deformacija, te shematski prikaz pseudoelastičnosti je prikazan na slici 7.

Tijekom ispitivanja, kada je prisutno mehaničko opterećenje, uzorak prolazi kroz elastičnu deformaciju sve dok se ne dostigne kritična vrijednost na točki A. U tom trenutku povećava se udjel martenzita, odnosno provodi se fazna transformacija austenita u martenzit, koja završava u točki B. Tada se mikrostruktura sastoji samo od naprezanjem inducirano martenzita, a od točke C do točke D, slitina se elastično oporavlja, a na kraju se odvija reverzibilna transformacija martenzita u austenit, od točke C do točke D [2, 4].



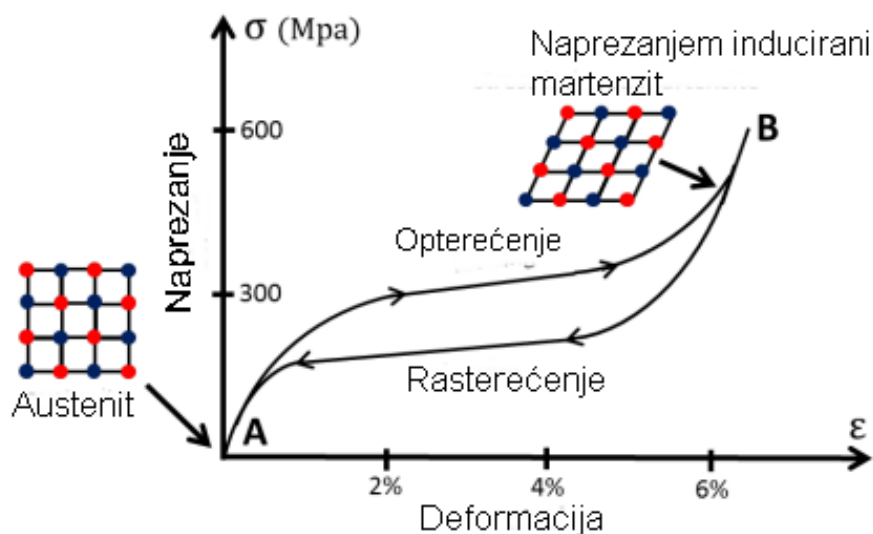
Slika 7. Dijagram naprežanje – deformacija i pseudoelastičnost [2]

#### 2.2.4 Superelastičnost

Za razliku od efekta prisjetljivosti oblika gdje se legura s efektom prisjetljivosti oblika deformira kada je u martenzitnoj fazi i to pri temperaturama ispod  $M_f$ , kod superelastičnosti imamo obrnuti slučaj [5].

U ovom slučaju, legura se deformira na temperaturi iznad  $A_f$ , a tu je martenzit potpuno nestabilan ako nema djelovanja naprežanja. U trenutku kada se austenitna faza izloži djelovanju naprežanja, ona se transformira u naprežanjem inducirani martenzit ( $A \rightarrow B$ ). Varijanta koja se stvara tijekom djelovanja naprežanja daje maksimalnu deformaciju u smjeru naprežanja. Nakon prestanka djelovanja naprežanja uzorak se transformira natrag u austenit ( $B \rightarrow A$ ), a također nestaje i deformacija. Naprežanje koje je potrebno da se pokrene transformacija raste linearno s temperaturom [5, 13].

Na slici 8 prikazano je superelastično ponašanje legura s efektom prisjetljivosti oblika na dijagramu naprežanje-deformacija ispod temperature završetka austenitne transformacije.



Slika 8. Superelastično ponašanje legura s efektom prisjetljivosti oblika na dijagramu naprežanje-deformacija [13]

### 2.3 Podjela legura s efektom prisjetljivosti oblika

Danas postoji velik broj legura s efektom prisjetljivosti oblika, ali samo su legure na bazi nikla i titana, te legure na bazi bakra našle veću komercijalnu primjenu u svijetu. Legura na bazi nikla i titana koja se još naziva i NiTiNOL najpoznatija je legura, koja je zbog svojih odličnih termomehaničkih svojstava te biokompatibilnosti našla primjenu u mnogim industrijama kao što su: strojarska industrija, elektronička industrija i medicina. Zbog visoke cijene NiTi legure, kao alternativna opcija često se koriste legure na bazi bakra, od kojih su najpoznatije CuZnAl i CuAlNi, ali njihovo ograničenje je teška obradivost te velika sklonost krhkosti. Postoje još i legure na bazi željeza od kojih su poznatije FePt i FeNi te legure na bazi plemenitih metala kao što je AgCd. [14].

#### 2.3.1 Legure s prisjetljivosti oblika na bazi nikla i titana

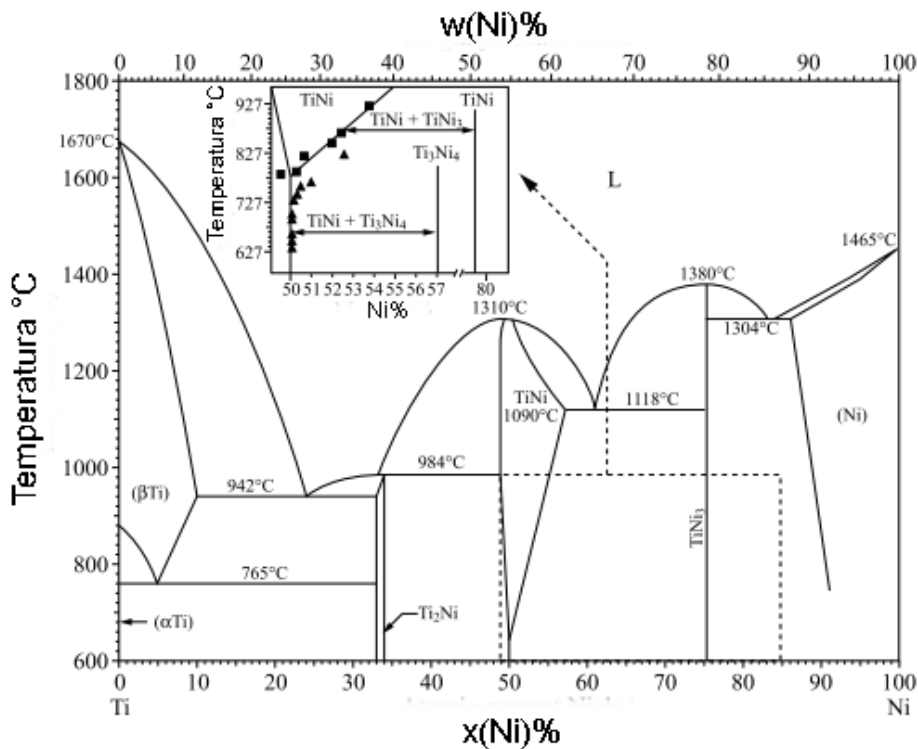
Efekt prisjetljivosti oblika na leguri NiTi prvi je uočio Dr. Buechler u laboratoriju Naval Ordnance Laboratory 1963. godine te je po njemu dobila ime Nitinol [14]. Nitinol posjeduje jako dobra termomehanička i termoelektrična svojstva zbog čega je ona najviše upotrebljavana legura s efektom prisjetljivosti oblika. Također, nitinol ima najjači efekt prisjetljivosti oblika, odličnu otpornost na koroziju, te vrlo dobru biokompatibilnost, zbog čega se i najviše koristi za implantate. Nitinol u odnosu na legure s prisjetljivosti oblika na bazi bakra imaju veći oporavak istezanja nakon deformacije od 8 %, povoljan Youngov modul elastičnosti te bolju duktilnost, ali najveći nedostatak im je jako visoka cijena u odnosu na neke druge legure [4, 14].

Temperature faznih transformacija za leguru NiTi kreću se u rasponu od  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  do  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , ali one se mogu mijenjati sa promjenom kemijskog sastava legure, a najveći utjecaj ima kemijski sastav nikla. Kemijski sastav nitinola ima približno 50 %Ti i 50 %Ni. Za razliku od samo 0,1 at.%, temperatura faznih transformacija se može promijeniti i do 20%, pa zbog toga proizvodnja i prerada ove legure mora biti strogo kontrolirana [11, 13].

Za razumijevanje mikrostruktura legura s prisjetljivosti oblika, te za određivanje stabilnosti pojedinih faza jako su važni fazni dijagrami.

Na slici 9 prikazan je fazni dijagram Ni-Ti. Na dijagramu možemo vidjeti da visokotemperaturna faza austenita posjeduje kubičnu B2 strukturu, koja se brzim hlađenjem transformira u martenzit [14].





Slika 9. Fazni dijagram slitine NiTi s efektom prisjetljivosti oblika [1]

### 2.3.2 Legure s prisjetljivosti oblika na bazi bakra

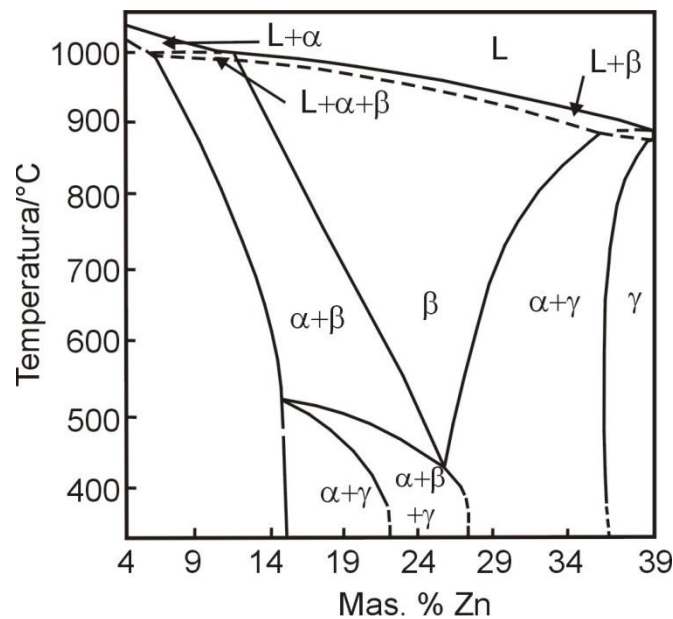
Iako NiTi legure s prisjetljivosti oblika posjeduju dobra svojstva efekta prisjetljivosti oblika i pseudoelastičnosti te biokompatibilnosti, ipak su znatno skuplje u odnosu na legure s prisjetljivosti oblika na bazi bakra, što čini ove legure vrlo dobrom zamjenom. Legure s prisjetljivosti oblika na bazi bakra odlikuje dobra električna i toplinska vodljivost. One su proizvedene od relativno jeftinih materijala pomoću konvencionalnih metoda kao što je induksijsko taljenje. Legure na bazi bakra pokazuju puno manju histerezu nego NiTi legure, a temperature faznih transformacija jako ovise o kemijskom sastavu. Nekad su potrebne precizne promjene kemijskog sastava od  $10^{-3}$  do  $10^{-4}$  at.%, da bi se mogla postići izvodljiva temperatura transformacije u rasponu od 5 °C. Najpoznatije legure s prisjetljivosti oblika na bazi bakra su CuZnAl i CuAlNi [4, 11].

#### 2.3.2.1 CuZnAl legure s prisjetljivosti oblika

Binarna legura CuZn je veoma duktilna i ima dobru otpornost prema intergranularnom lomu u usporedbi sa ostalim legurama na bazi bakra. Ove legure mogu transformirati u martenzitnu fazu na temperaturi ispod sobne temperature. Dodatak aluminija ovoj leguri znatno povećava temperaturu transformacije. Promjena sastava aluminija od 5 % mas. do 10 % mas. može promijeniti  $M_s$  temperaturu od -180 °C do 100 °C. Početna faza ove legure pokazuje jako tendenciju da se pri pregrijavanju ili starenju ona raspada na svoju ravnotežnu fazu. Zbog toga, temperatura transformacije ograničena je na približno 100 °C. Proces proizvodnje ovih legura mora biti strogo kontroliran jer su temperature transformacije jako osjetljive na promjenu kemijskog sastava, a tijekom procesa taljenja postoji mogućnost da se izgubi cink. Legure CuZnAl također su jako osjetljive na toplinsku obradu, pa brzina gašenja može

dovesti do promjena u temperaturama transformacije. CuZnAl je druga po redu komercijalno najupotrebljivija legura, odmah poslije NiTi. Ove legure mogu podnijeti maksimalno mehaničko opterećenje do 200 MPa, zbog relativno niskog kritičnog naprežanja tijekom klizanja. CuZnAl legure imaju odlična svojstva efekta prisjetljivosti oblika i pseudoelastičnosti, ali oporavak istežanja nakon deformacije iznosi im tek oko 3-4 % [4, 14].

Na slici 10 prikazan je fazni dijagram ternarne CuZnAl legure pri vertikalnom presjeku kod 6 % mas. Al. Visokotemperaturna  $\beta$  faza je neuređene strukture prostorno centrirane kubične rešetke, a nakon brzog hlađenja na sobnu temperaturu nastaje složena struktura koja se dalje transformira u martenzit [14].



Slika 10. Ravnotežni fazni dijagram ternarne slitine CuZnAl sa vertikalnim presjekom kod 6 % mas. Al [14]

Kao što je već navedeno, legura CuAlNi može biti dobra zamjena za vrlo skupe legure NiTi. Ove legure odlikuje jednostavnija proizvodnja u vakuumskim indukcijskim pećima, iako se može proizvesti i na druge načine kao što su metalurgija praha i tehnologija brzog skrućivanja pomoću kojih se dobiva sitnozrnata struktura [14].

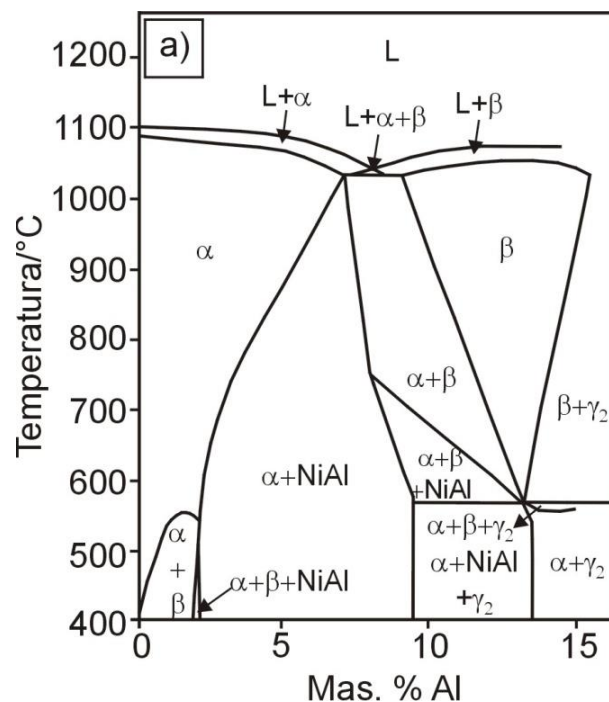
### 2.3.2.2 CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika

CuAlNi legure manje su osjetljive na stabilizaciju te pojavu starenja. Kao i kod CuZnAl legura, temperature faznih transformacija mogu se mijenjati promjenom sastava nikla ili aluminija. Promjena aluminija u rasponu od 14 at.% do 14.5 at.% uzrokuje promjenu  $M_s$  temperature od -140 °C do 100 °C. No ipak, promjena temperatura nije previše značajna, pa histereza ostaje nepromijenjena. Budući je ovakvu leguru dosta teško proizvesti, mogu joj se dodati još neki legirajući elementi poput mangana, kako bi se poboljšalo svojstvo duktilnosti, dok se titan dodaje kako bi se spriječio rast zrna, a do toga dolazi jer titan stvara precipitate. Ako se ovoj leguri doda nikal, to rezultira usporavanjem difuzije aluminija i bakra. Zbog toga se pri hlađenju zadržavaju jednofazni uvjeti, sve dok se ne dostigne  $M_s$  temperatura. Osim što su ove slitine prilično jeftinije od NiTi legura, također se jedino one mogu koristiti gdje se zahtijevaju visoke temperature transformacije. Karakteristične temperature martenzitne

transformacije CuAlNi legura kreću se u rasponu od -200 °C do 200 °C, što najviše ovisi o udjelu aluminijsa i nikla, iako sadržaj aluminijsa ima puno jači utjecaj [4, 14, 15].

Glavni nedostaci ove legure su teška obradivost te slaba duktilnost zbog mogućnost pojave intergranularnog loma. Ovakvo ponašanje legure utječe na njena mehanička svojstva, tako da dolazi do loma materijala pri naprezanju od oko 280 MPa. Također, jedan od bitnijih nedostataka ove legure je prilično mali efekt reverzibilne transformacije, koji je prije svega rezultat intergranularnog loma već pri niskom zadanom opterećenju. Jednosmjerni efekt prisjetljivosti oblika je do 4%, dok je dvosmjerni efekt prisjetljivosti oblika oko 1,5 %. Oporavak istežanja nakon deformacije također im je dosta nizak, svega oko 3 % [4, 15].

Na slici 11 prikazan je ravnotežni dijagram CuAlNi legure pri vertikalnom presjeku od 3 % mas. Ni. Iz dijagrama se može vidjeti da u ravnotežnom stanju, pri 565 °C i 11,8 % aluminijsa, austenitna faza sa kubičnom strukturom raspada na primarnu čvrstu  $\alpha$  otopinu aluminijsa i nikla u bakru te na krhku fazu  $\gamma_2$  [14].



Slika 11. Ravnotežni dijagram za leguru CuAlNi pri vertikalnom presjeku od 3% mas. Ni [14]

#### 2.4 Primjena legura s efektom prisjetljivosti oblika

Legure s efektom prisjetljivosti oblika pripadaju skupini tzv. prilagodljivih materijala. Ove legure imaju jako široku upotrebu u svijetu. Posljednjih nekoliko desetljeća, mnogi inženjeri i znanstvenici u mnogim su područjima razvijali načine za pretvaranje toplinske energije u mehanički rad kroz korištenje ove vrste legura. Cilj njihovog istraživanja također je bio i primjena ovih legura u stvarnom svijetu [1, 4].

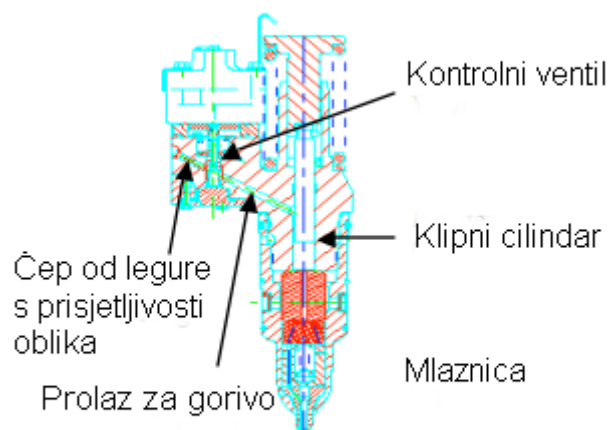
Iako se u današnje vrijeme legure s prisjetljivosti oblika primjenjuju najviše u području medicine, one se također primjenjuju i u drugim industrijskim granama. U počecima razvoja

ovih legura, one su se najviše primjenjivale za spojnice cijevi i za prekidače, većinom u vojnoj i zrakoplovnoj industriji. Kako je tehnologija legura s prisjetljivošću oblika napredovala, njihova proizvodnja sve više se širila, te se sve više ovih legura počelo proizvoditi u komercijalne svrhe [16].

Osim što se legure s prisjetljivošću oblika često koriste kao strukturni materijal, zbog svojih povoljnih mehaničkih svojstava, ponajprije dobre žilavosti, primjenjuju se kod također i kod senzora i aktuatora, ali se koriste se i u mnogim drugim granama industrije, a to su:

- biomedicinska industrija: najviše se koriste za implantate i proteze,
- aeronautika: za filtriranje štetnih frekvencija te smanjenje šuma,
- svemirska tehnika: za razvoj antena,
- izrada satova: umetanje opruge s prisjetljivošću oblika u mehanizam satova,
- nuklearna industrija: za cijevi [1].

Jedan od najranijih primjera legura s prisjetljivošću oblika koja se temeljila na principu superelastičnosti su okviri za naočale, koji su vrlo brzo postali jako važan i raširen proizvod u svijetu. Superelastične žice koristile su se i kao držači za grudnjake, koji se u početku bili ograničeni samo za azijsko tržište, ali vrlo brzo nalaze svoje mjesto po cijelom svijetu. U razvoju je također bila ideja da se iskoristi NiTi superelastični prah kako bi se potaknuo otpor SnPdAg veziva radi nedostataka izazvanim toplinskim naprezanjima. U automobilske industrije, europski proizvođači već duže vrijeme koristili su ove legure kao aktuatora u svrhu kontrole prijenosa tekućine. Nakon nekog vremena primjena je porasla, pa se tako uspješno koristi NiTiNb čep za zatvaranje prolaza za gorivo pod visokim tlakom u injektorima dizelovih motora [16, 17]. Na slici 12 prikazana je tipična konstrukcija dizelovog injektora za gorivo.



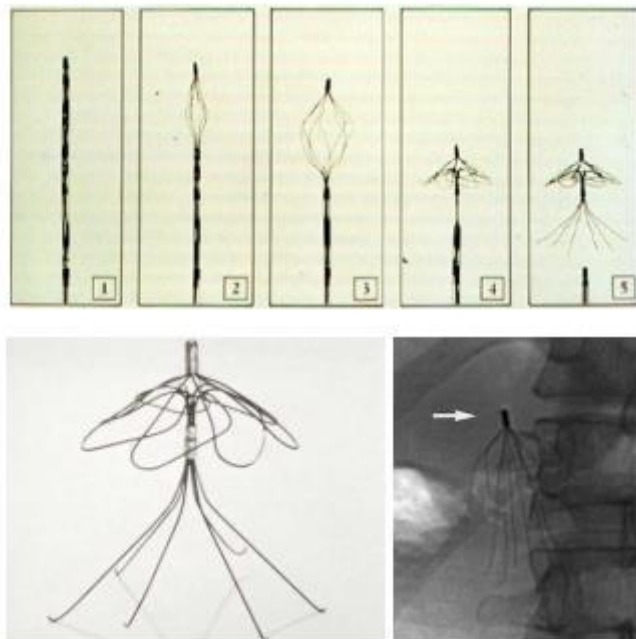
Slika 12. Tipična konstrukcija dizelovog injektora za gorivo [16]

Aktuatori su u noviji vrijeme našli svoju primjenu i za toplinske prekidače, koji se koriste za zaštitu litij-ionskih baterija od nekontroliranih toplinskih šokova [16, 17].

Zbog široke upotrebe legura s prisjetljivosti oblika, one su podijeljene u nekoliko skupina: potpuni oporavak, ograničeni oporavak, akuatorski oporavak, superelastični oporavak [11].

#### 2.4.1 Potpuni oporavak legura s prisjetljivosti oblika

U ovoj skupini, legura s prisjetljivosti oblika deformira se kad je u martenzitnoj fazi. Jedina funkcija koja je poželjna u ovoj skupini legura je da se nakon zagrijavanja legura vrati u oblik koji je prethodno imala. Najbolji primjer za ovu skupinu legura je filter za krvne ugruške. Prvi kardiovaskularni uređaj izrađen od legura s prisjetljivosti oblika bio je filter koji je nazvan Simon. Filteri se uobičajeno izrađuju od NiTi žice, koji se koriste u vanjskom dijelu srca kako bi zaustavili krvne ugruške, koji mogu ozbiljno ugroziti zdravlje ako se nalaze u krvnom cirkulacijskom sustavu. Filter za krvni ugrušak uvodi se kompaktnoj kružnoj formi, promjera 2-2,5 mm, a njegovu transformaciju u funkcionalni oblik uzrokuje toplina u tijelu [7, 11, 17]. Od izvornog proširenog stanja, uređaj je deformiran i ograničen sa kateterom. U trenutku implantacije, filter se nalazi u krvnoj žili gdje temperatura okoline nadvisi  $A_s$  temperaturu materijala filtera. Oslobođanje od ograničenja i djelujućih svojstava filtera načinjenog od legure s prisjetljivosti oblika, uzrokuje proširenje filtera, te on poprima oblik koji je prikazan na slici 13 [17].



Slika 13. Filter za krvne ugruške [11]

Još jedan od primjera za ovu skupinu legura s prisjetljivosti oblika je uređaj za atrijsko septalno začepljenje. Navedeni uređaj se koristi za brtvljenje artijskog otvora koji se nalazi na površini. Tradicionalna kirurška tehnika koja se primjenjuje za otklanjanje ovog problema prilično je opasna i komplicirana., ali ovaj uređaj omogućava pogodnu alternativu za takvu operaciju. Navedeni uređaj također koristi i neke od karakteristika legura s prisjetljivosti oblika. On se sastoji od dvije polovice specifičnog krovno oblika koje se mogu stisnuti zajedno u sredini. Na početku, te polovice su presavijene, te su uvedene u srce. One su

raspoređene na obje strane otvora, te su spojene pomoću vijka. Nastala spojena konfiguracija ovih polovina, zatvara otvor [17].

NiTi stent, također spada u kardiovaskularne uređaje od legura s prisjetljivosti oblika. Kao i svi ostali stentovi, ovaj uređaj isto služi kao oslonac za unutarnji volumen cjevastih prolaza u tijelu, kao što su npr. krvne žile. Ovi stentovi su prošireni od veličine uvedenog katetera do veličine stijenki arterije, kao primjer može se uzeti napuhivanja balona. Kad je balon ispuhan, čelični stent je podvrgnut elastičnom rasterećenju, što često rezultira njegovim labavim stanjem. Kako bi dosegli nominalni promjer, potrebno je prekomjerno proširiti stent, kako bi opravdali rasterećenje. Tijekom ovog procesa, zbog prevelike nadutosti može se oštetiti žila, što može uzrokovati propadanje krvnih žila nakon procesa slabljenja stijenki. Karakteristike legura s prisjetljivosti oblika najbolje se izražava kada se nakon ograničenja, NiTi stent uvodi u tijelo gdje temperatura nadvisuje  $A_s$  temperaturu materijala stenta. Na slici 14 prikazan je NiTi stent u ograničenom i obnovljenom obliku [16, 17].

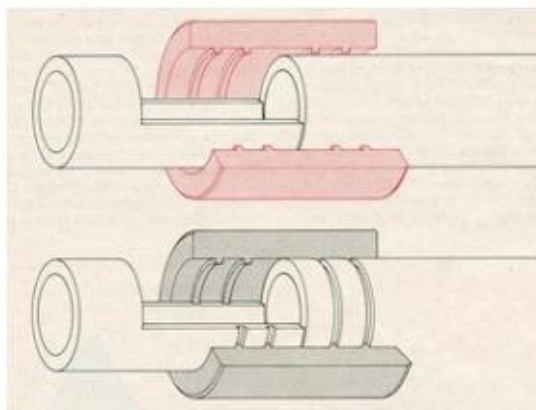


Slika 14. NiTi stent u ograničenom i obnovljenom obliku [17]

#### 2.4.2 Ograničeni oporavak legura s prisjetljivosti oblika

Kod ove skupine legura s prisjetljivosti oblika spriječen je potpuni oporavak oblika. Ovdje legura proizvodi naprezanja koja djeluju na deformirani element. Najbolji primjer za ovu vrstu proizvoda je hidraulička cijevna spojnica. Prva ovakva spojnica proizvedena je za borbeni zrakoplov F – 14. Proizveo ju je Raychem, a primjenjivati se počela 1971. godine [7]. Originalna legura bila je NiTi odnosno NiTiFe. Željezo se u leguru dodavalo kako bi se snizila temperatura transformacije na  $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$ . To je trebalo spriječiti da se spojnica transformira u martenzit pri niskim temperaturama, te da na taj način omekša i počne curiti. Postupak ugradnje dosta je kompliciran, a on se sastoji od ekspanzije prstena u tekućem dušiku, skladištenja tijekom transporta također u tekućem dušiku, te na kraju montiranja na sobnoj temperaturi. Problemi pri skladištenju u tekućem dušiku riješeni su stabilizacijom martenzita toplinski (za legure na bazi bakra) ili mehanički (za NiTiNb legure) [7, 11, 17].

Cijevna spojnica proizvodi se strojno na normalnoj temperaturi, tako da im je unutarnji promjer za 4% manji od vanjskoga promjera cijevi koja se treba spajati. Nakon što se cijevna spojnica izloži hlađenju ispod  $M_f$  temperature, njen promjer se proširio, tako da je veći od promjera cijevi. Nakon što se spojnica zagrije na austenitnu fazu, promjer joj se smanjuje i tada se spojnica čvrsto drži za cijev. U ovom postupku cijev sprječava spojnicu da se vrati u svoj početni oblik. Prva cijevna spojnica za borbeni zrakoplov bila je izrađena od NiTi legure, ali sada se uglavnom izrađuju od legure CuAlNi [7, 11]. Na slici 15 prikazana je hidraulična cijevna spojnica.



Slika 15. Hidraulična cijevna spojnica [11]

Glavne prednosti ovako proizvedenih sustava su: mala masa, jednostavna ugradnja čak i u teško dostupnim područjima, dokazana pouzdanost te dobra vibracijska i toplinska svojstva koja mogu omogućiti hermetičko brtvljenje. Neki od nedostataka ovih sustava su: relativno visoka cijena u odnosu na klasične alternativne proizvode, dok je radna temperatura ograničena u rasponu od  $-20^{\circ}\text{C}$  od  $200^{\circ}\text{C}$  [17].

#### 2.4.3 Aktuatorski oporavak legura s prisjetljivosti oblika

Za ovu skupinu legura karakteristično je da se one mogu vratiti u svoj početni oblik, ali one djeluju protiv primijenjenog naprezanja, što rezultira proizvodnjom mehaničkog rada, odnosno toplinska energija direktno se pretvara u mehanički rad. Na opisanom principu rade aktuatori [7, 11].

Legure s prisjetljivosti oblika koriste se za aktuatore, zbog brojnih prednosti, a neke od njih su:

- jednostavnost mehanizma,
- stvaranja mirnih i čistih uvjeta rada bez utjecaja gravitacije,
- velik omjer snaga/masa ili snaga/volumen, itd.

Unatoč ovim prednostima, postoje i neki nedostaci legura s prisjetljivosti oblika kao aktuatora, a to su:

- niska energetska učinkovitost,
- ograničena propusnost zbog uvjeta grijanja i hlađenja,
- mogućnost razgradnje i umora, itd [17].



Jedan od primjera za ovu skupinu legura je temperaturni prekidač. On je napravljen tako da otvara ili zatvara pri nekoj prethodno određenoj temperaturi. Takva vrsta prekidača uglavnom se primjenjuju u sigurnosne svrhe. To je npr. sigurnosni prekidač u slučaju požara, koji je izveden tako da ugasi struju ili protok plina kada se pojavi vatra. Još jedan od primjera za ovu skupinu legura je daljinsko otvaranje i zatvaranje otvora za svijetla za maglu na automobilu, koja su služila za zaštitu od raznih oštećenja na cestama prilikom vožnje. Također, to može biti i prigušivač zraka u električnoj pećnici. [7, 11].

Osim navedenih primjena, ova skupina legura svoju posebnu primjenu našla je i u području robotike te u svemirskoj tehnici. U području robotike postoji više različitih primjena legura s prisjetljivosti oblika, a to ovisi o sljedećim parametrima:

- o vrsti deformacije koja je primijenjena na aktivni element, a ona može biti: savijanje, torzija ili čisto naprezanje,
- položaj povratne informacije, koji omogućuje slobodno postavljanje pogona,
- način grijanja odnosno hlađenja aktivnog elementa (grijanje može biti: elektrootporno, indukcijsko, uranjanjem te radiofrekvencijsko grijanje) [17].

Aktuatori od legura s prisjetljivosti oblika koje se koriste u svemirskoj tehnici, za razliku od električnih motora imaju zanemarivu vrijednost gravitacije, ali i velik omjer snaga/volumen i jednostavan mehanizam, koji djelomično nadoknađuje nisku učinkovitost jer je cijena lansiranja svakog dijela materijala jednaka polovici težine materijala u zlatu. Također, stvaranje čestica prašine te curenje tekućine, kod ovih mehanizama je minimalno. U svemirskoj tehnici, također je značajna primjena legura s prisjetljivosti oblika posebno kod aktuatora u svemirskim postajama i satelitima [17].

#### 2.4.4 Superelastični oporavak legura s prisjetljivosti oblika

Ova skupina legura jedina je izotermalna skupina legura s prisjetljivosti oblika. Superelastični oporavak uključuje pohranu potencijalne energije kroz relativno velike, ali nadoknadive deformacije. Među raznim varijacijama primjene legura s prisjetljivosti oblika, uređaji koji se temelje na principu superelastičnosti su najznačajniji po potrošnji, ali i po komercijalnoj vrijednosti [7, 11]. U današnje vrijeme, NiTi legure s prisjetljivosti oblika našle su mjesto u okvirima za naočale. Superelastična komponenta ovih slitina u mostovima naočala, te držačima za uho osiguravaju udobnost pri nošenju, ali i otpornost na moguća oštećenja. Da bi se dobila visoka otpornost u širokom rasponu temperatura, ovi spojevi često se hladno obrađuju na niskim temperaturama kaljenjem [16]. Na slici 16 prikazani su okviri za naočale.





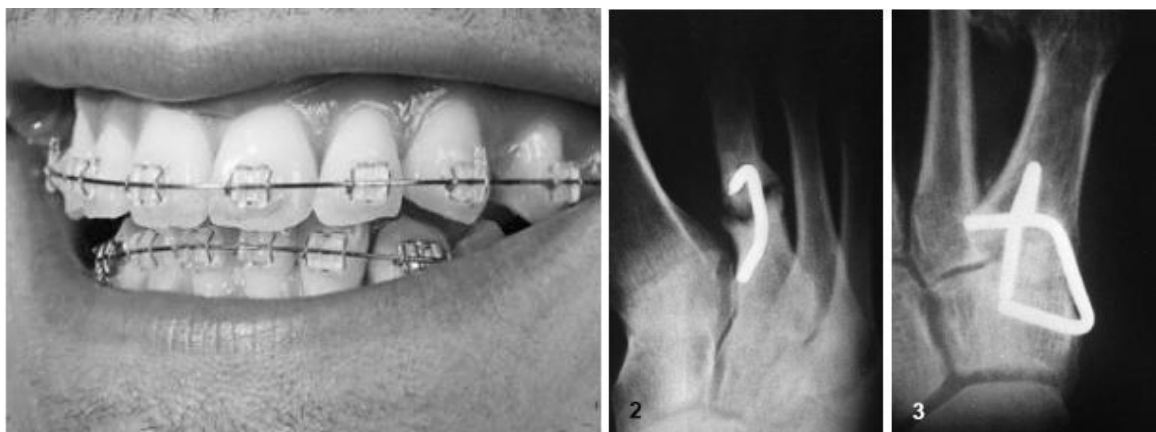
Slika 16. Okviri za naočale izrađene od legure s prisjetljivosti oblika [16]

Superelastična NiTi legura primjenjuje se također i kod mobitela, odnosno antena za mobitele. One su se uobičajeno izrađivale od nehrđajućeg čelika, ali NiTi slitine im daju veliku otpornost na trajno savijanje te na moguća oštećenja. Kao i kod proizvodnje okvira za naočale, kod antena se također koristi hladna obrada kako bi se poboljšala temperatura superelastičnosti. Na slici 17 prikazane su antene za mobitel [16].



Slika 17. Antene za mobitele izrađene od legura s prisjetljivosti oblika [16]

Najveću primjenu ove legure imaju u ortodontskoj tehnici, gdje mogu poslužiti za ispravljanje zubi. Za to se koriste NiTi žice, koje proizvode kontinuirane i umjerene sile koje daju zubima veću brzinu kretanja. Optimalni promjer ovih žica je 0,4 – 0,6 mm. Još neki od primjera za ovu vrstu legura je uređaj koji se koristi za liječenje slomljene kosti. Spajalice izrađene od legura s prisjetljivosti oblika stavljaju se na svaki dio kosti koji je slomljen. Spajalice svojom konstantnom i jakom silom mogu privući dva dijela polomljene kosti [7, 11]. Na slici 18 prikazan je ortodontski uređaj za ispravljanje zubi te spajalice za liječenje slomljene koji je izrađen od legura s prisjetljivosti oblika.



Slika 18. Ortodontski uređaj za ispravljanje zubi te spajalice za liječenje slomljene kosti koji je izrađen od legura s prisjetljivosti oblika [4, 11]

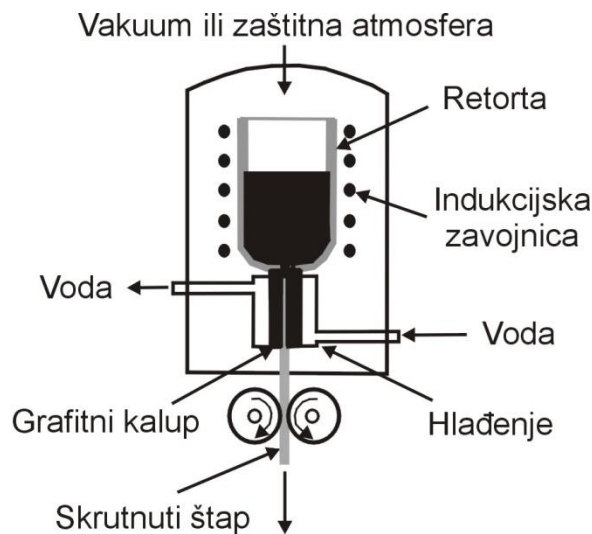
### 3. EKSPERIMENTALNI DIO

U ovom radu ispitivana je mikrostruktura CuAlNi legura s prisjetljivosti oblika. Analiza se provodila na uzorcima lijevanog i kaljenog stanja. Izrada legura provedena je u vakuum indukcijskoj peći spojenoj sa vertikalnim uređajem za kontinuirano lijevanje.

#### 3.1 Lijevanje i toplinska obrada CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika

Za proizvodnju CuAlNi slitine s prisjetljivosti oblika provedeno je taljenje tehnički čistih komponenti (Cu, Al i Ni) u vakuum indukcijskoj peći u zaštitnoj atmosferi argona. Peć za taljenje spojena je na uređaj za vertikalno kontinuirano lijevanje te se cijeli postupak (taljenje i lijevanje) provodi u zaštitnoj atmosferi. Temperatura taline iznosila je 1230°C, a brzina lijevanja iznosila je 295 mm/min.

Slika 19 prikazuje uređaj za taljenje i vertikalno kontinuirano lijevanje legure CuAlNi. Ovim postupkom lijevanja dobiven je štap promjera 8 mm legure s kemijskim sastavom Cu-12,8 % mas. Al-4,1 % mas. Ni.



Slika 19. Lijevanje slitine CuAlNi tehnologijom vertikalnog lijevanja [14]

Toplinska obrada CuAlNi slitine s prisjetljivosti oblika provedena je u elektrootpornoj peći za žarenje na Metalurškom fakultetu. Toplinska obrada je provedena austenitizacijom na 850°C, te je zadržavana 60 minuta, a zatim hlađena u vodi sobne temperature.

Dobiveni uzorci na kojima su se provodila ispitivanja, te njihove oznake navedeni su u tablici 1.

Tablica 1. Ispitivani uzorci i njihove oznake

Oznaka uzorka	Stanje uzorka
L	Lijevano stanje
K-1	Kaljeno stanje

### 3.2 Ulaganje uzoraka u vodljivu masu

Kao prvi korak u pripremi uzoraka za metalografsku analizu, provedeno je ulaganje uzoraka u vodljivu karbonsku masu Conductomet postupkom vrućeg prešanja. Ovaj postupak proveden je na uređaju Buehler Simplimet 1000, koji je prikazan na slici 20.

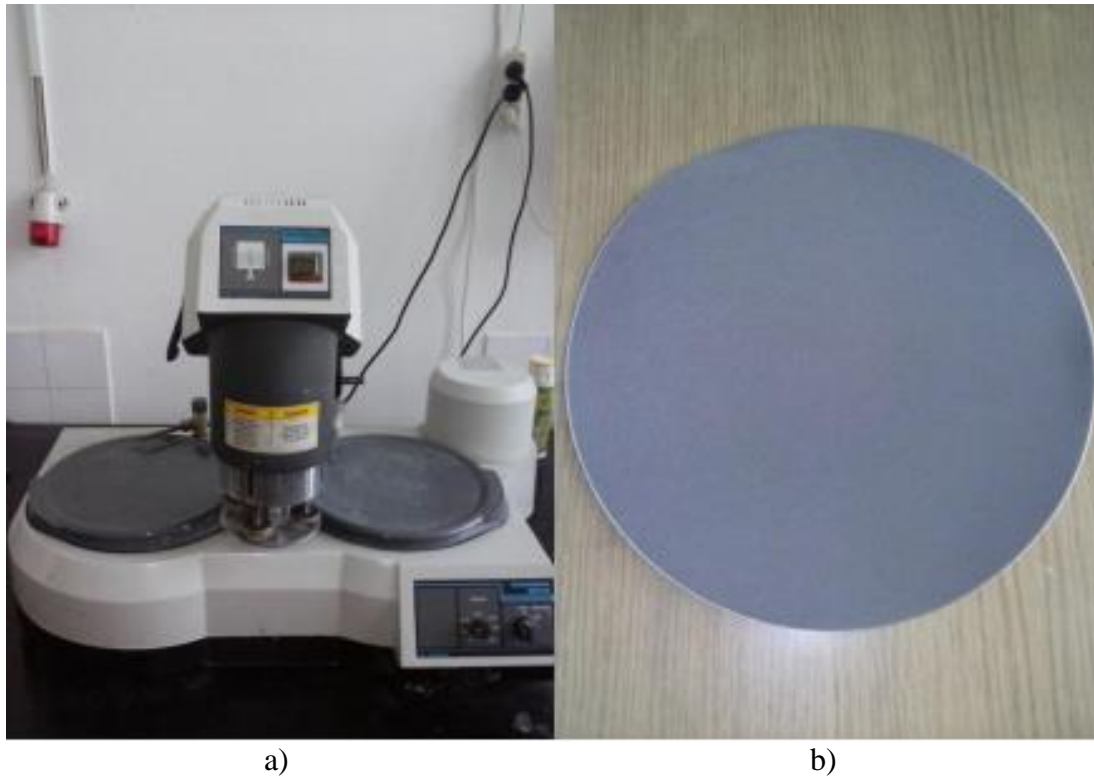


Slika 20. Fotografija uređaja za ulaganje uzoraka u vodljivu masu Buehler Simplimet 1000

### 3.3 Brušenje i poliranje

Nakon ulaganja uzoraka u vodljivu masu uzorci su podvrgnuti brušenju i poliranju, radi pripreme za metalografska ispitivanja. Uzorci su brušeni brusnim papirom granulacije 120, 240, 400, 600, 800, tj. od najgrublje granulacije pa sve do najfinije. Prilikom brušenja podloga je hlađena laganim mlazom vode. Brušenje je izvedeno sa brzinom rotacije ploče od 150

okretaja u minuti, u vremenu od 2 min za svaku gradaciju. Na slici 21 prikazan je uređaj za brušenje Buehler „Phoenix beta“ i brusni papir.



Slika 21. Fotografije uređaja za brušenje Buehler „Phoenix beta“ (a) i brusnog papira (b)

Poslije brušenja primijenjeno je i poliranje uzoraka. Nakon poliranja dobiva se zrcalni izgled površine uzorka, a takvi uvjeti omogućavaju bolju vidljivost mikrostrukture pod svjetlosnim mikroskopom. Poliranje je izvedeno na istom uređaju kao i brušenje, ali je korištena podloga izrađena od posebne tkanine, te prije i tijekom poliranja na podlogu se nanosi vodena suspenziju  $Al_2O_3$ . Poliranje, kao i brušenje, također je provedeno pri brzini rotacije ploče sa 150 okretaja u minuti, a vrijeme poliranje bilo je 5 min. Na slici 22 prikazan je uređaj za poliranje.



Slika 22. Fotografije uređaja za poliranje

### 3.4 Nagrizanje uzoraka

Nagrizanje uzoraka provedeno je u otopini koja sadrži: 10 ml HCl, 2,5 g FeCl<sub>3</sub>, 48 ml metanola. Nagrizanjem je postignuto da glatka, zrcalno sjajna površina uzorka bude vidljiva pod mikroskopom. Postupak nagrizanja proveden je tako da se uzorak umoči u posudicu s reagensom na određeno vrijeme. Nagrizanje za uzorak u lijevanom stanju provedeno je u trajanju od 5 sekundi, dok je nagrizanje za uzorak u kaljenom stanju provedeno u trajanju od 10 sekundi. Nakon toga, uzorak je ispran vodom. Na slici 23 prikazani su uzorci nakon provedenog nagrizanja.



Slika 23. Fotografije uzoraka nakon nagrizanja

### 3.5 Ispitivanje tvrdoće

Tvrdoća je mehaničko svojstvo materijala koje se opire prodiranju nekog stranog, znatno tvrdog materijala u njegovu površinu ili strukturu. Ovo svojstvo karakterizira samo krutine, dok plinovi i tekućine nemaju svojstvo tvrdoće [18].

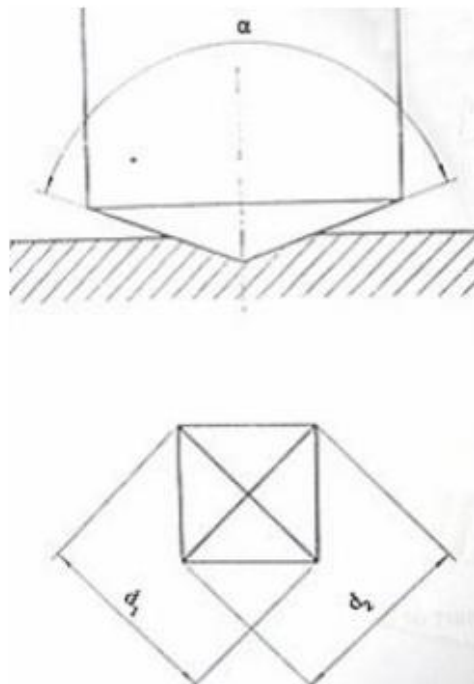
Danas postoji velik broj metoda za ispitivanje tvrdoće, a s obzirom na vrstu materijala, one se mogu svrstati u dvije skupine:

- Metode za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala,
- Metode za ispitivanje tvrdoće elastomera i ostalih polimera

Za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala, danas se najčešće koriste sljedeće metode:

- Brinell (HB),
- Rockwell (HRC i HRB),
- Knoop (HK),
- Vickers (HV) [18].

Za ispitivanje tvrdoće pripremljenih uzoraka u okviru ovog diplomskog rada, korištena je metoda po Vickersu. Ova se metoda temelji na utiskivanju dijamantne četverostrane piramide u ispitivani uzorak. Piramida na utisnutom uzorku ostavlja otisak oblika šuplje piramide, čija je baza kvadrat. Nakon što je utisnuta piramida u uzorak mjere se dijagonale utisnute piramide. Otisak pri mjerenju tvrdoće Vickersovom metodom prikazan je na slici 24.



Slika 24. Otisak pri mjerenju tvrdoće po Vickersovoj metodi [18]

Ispitivanje tvrdoće provedeno je na tvrdomjeru Leica VHMT. Primjenjena sila bila je 9,804 N, u vremenskom intervalu od 10 sekundi, dok su dijagonale bile izmjerene pri povećanju mikroskopa od 500x. Na slici 25 prikazan je tvrdomjer Leica VHMT.





Slika 25. Fotografija tvrdomjera Leica VHMT

Na svakom uzorku mjerenje se provodi 3 puta, ako su dobiveni rezultati u granicama odstupanja manjim od 10%, a ako su odstupanja veća provodi se 5 mjerenja.

### 3.6 Statički vlačni pokus

Statički vlačni pokus jedan je od vrsta mehaničkog kratkotrajnog ispitivanja materijala, te se njime mogu ispitati značajke mehaničkih svojstava ispitnih uzoraka. Kod statičkog opterećenja sila djeluje mirno ili se mijenja sporo od neke male pa do najveće vrijednosti. Uzorci na kojima se provodi ispitivanje mogu biti okruglog ili pravokutnog poprečnog presjeka [19]. Ispitivanje je provedeno na Zwickovoj kidalici, koja je prikazana na slici 26.

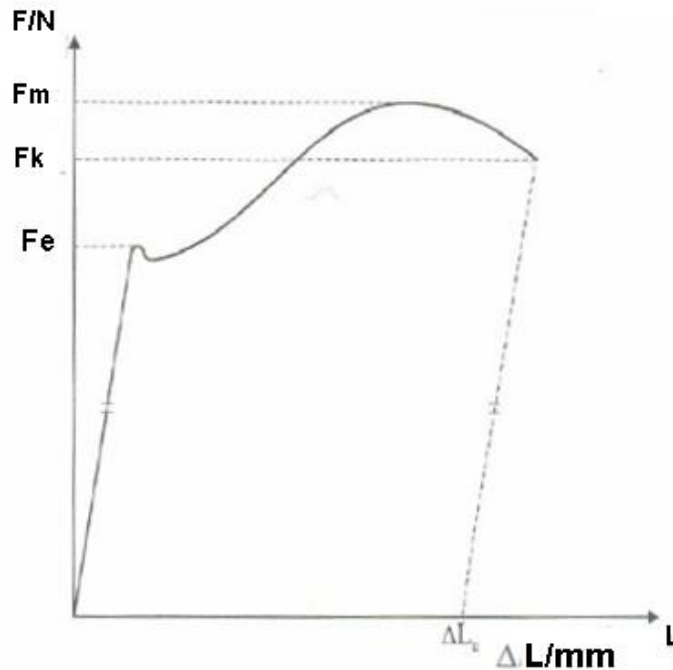




Slika 26. Kidalica Zwick

Glavni dijelovi kidalice su: kućište, mehanizam kojim se prenosi sila (može biti mehanički ili hidraulički), čeljusti koje služe za držanje uzorka te uređaj kojim se registrira dijagram sila-produljenje [19].

Pri ovom ispitivanju ispitivani uzorci kontinuirano se vlačno opterećuju sve do loma, a pri tome se kontinuirano mjeri sila i produljenje ispitnog uzorka. Na kidalici se nalazi i grafički pisač, koji registrira dijagram sila-produljenje, a taj dijagram se naziva dijagram kidanja. Primjer takvog dijagrama prikazan je na slici 27.



Slika 27. Primjer dijagrama kidanja [19]

Na dijagramu se tijekom pokusa očitavaju razne sile, kao što su: sila na granici razvlačenja ( $F_e$ ), te maksimalna ( $F_m$ ) i konačna sila ( $F_k$ )

Pomoću ovog ispitivanja također se određuju osnovna mehanička svojstva ispitivanog uzorka, kao što su: vlačna čvrstoća, granica razvlačenja, istežanje, modul elastičnosti, suženje, itd [19, 20].

Granica razvlačenja se određuje iz dijagrama sila – produljenje, a definira se kao najniže naprezanje pri vlačnom opterećenju koje izaziva znatno istežanje ispitnog uzorka bez povišenja sile, a računa se kao omjer sila na granici razvlačenja i početnog poprečnog presjeka uzorka.

Vlačna čvrstoća je jedno od osnovnih mehaničkih svojstava materijala, na osnovi kojeg se materijali vrednuju prema njihovoj mehaničkoj otpornosti na naprezanje. Računa se kao omjer maksimalne sile koja se postigne pri statičkom vlačnom pokusu i početne površine poprečnog presjeka uzorka.

Istežanje daje informaciju o deformabilnosti materijala, ali samo u uzdužnom smjeru uzorka. Konačno istežanje ( $A$ ) materijala nakon statičkog vlačnog pokusa računa se prema izrazu:

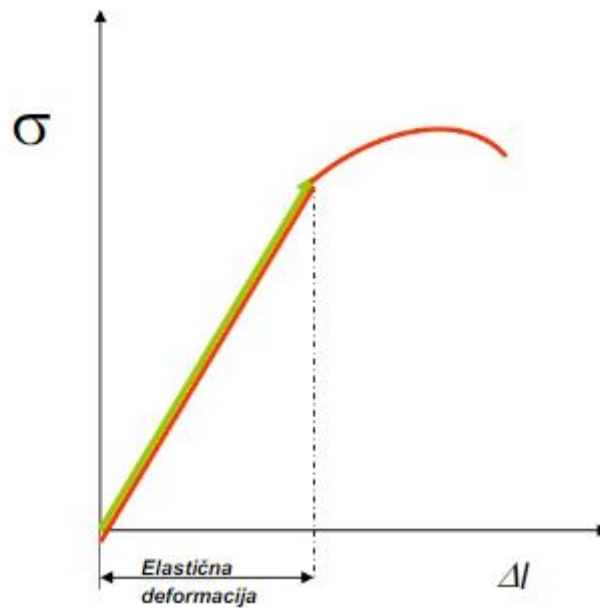
$$A = \frac{L_k - L_0}{L_0} 100, \%$$

pri čemu su:

$L_k$  produljenje uzorka nakon kidanja u mm,  $L_0$  početna mjerna duljina ispitnog uzorka u mm.

Youngov modul elastičnosti ( $E$ ) je elastična konstanta, koja se definira kao omjer jednoosnog naprezanja i deformacije u istom smjeru. Određuje se prema dijagramu kidanja dobivenog

nakon statičnog vlačnog pokusa, a predstavlja nagib Hookeova pravca. Hookeov zakon područje je na dijagramu gdje naprezanje i deformacija imaju linearnu ovisnost, a to je područje od ishodišta pa sve do granice proporcionalnosti. Na slici 28 prikazan je Hookeov zakon [19].



Slika 28. Hookeov zakon [19]

Postupak statičkog vlačnog pokusa teče tako da djelovanjem sile na početnu duljinu uzorka, dolazi do produljenja uzorka, a samim time dolazi i do promjene poprečnog presjeka uzorka, sve dok ne dođe do loma [19]. Na slici 29 prikazan je uzorak postavljen u kidalici, tijekom statičkog vlačnog pokusa.



Slika 29. Uzorak pri statičkom vlačnom pokusu

### 3.7 Svjetlosna mikroskopija

Svjetlosnom mikroskopijom ispitivana je mikrostruktura pripremljenih uzoraka. Ispitivanje je provedeno na svjetlosnom mikroskopu Olympus, spojenim s računalom, i to pri povećanjima: 50x, 100x, 200x i 500x. Na slici 30 prikazan je svjetlosni mikroskop Olympus GX51.



Slika 30. Fotografija svjetlosnog mikroskopa Olympus GX51

### 3.8 Analiza pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa (SEM) i energetska disperzijska spektrometrija (EDS)

Pretražni elektronski mikroskopi počeli su se komercijalno proizvoditi i primjenjivati već u 60-im godinama XX. stoljeća. SEM uređaj jedan je od najsvestranijih uređaja koji se koristi za ispitivanja i analizu mikrostrukturnih karakteristika čvrstih tvari. Pomoću njega mogu se analizirati svi čvrsti materijali čiji se sastav ne mijenja u vakuumu. Također, pomoću SEM-a može se analizirati kemijski sastav prijelomne površine registriranjem rendgenskog zračenja same površine [20, 24].

Glavni dijelovi pretražnog elektronskog mikroskopa su: komora za uzorke, elektronska kolona koja stvara snop elektrona, detektori te sustav za gledanje koji dolazne signale pretvara u sliku [20].

Rad pretražnog elektronskog mikroskopa temelji se na skeniranju površine ispitivanog uzorka fokusiranim snopom elektrona. Uzorak se postavlja na nosač u komoru mikroskopa, a katoda koja ujedno služi i kao izvor elektrona smještena je u emisijskoj komori. Na putu između elektrode i anode pod visokim naponom, elektroni se ubrzavaju, a zatim dalje fokusiraju te se usmjeravaju na površinu uzorka preko magnetskih leća. Za vrijeme rada ovog mikroskopa, komora za uzorke i elektronska kolona nalaze se pod niskim ili visokim vakuumom. Kada elektron udari o površinu uzorka, odvijaju se razni efekti, a kao posljedica tih efekata nastaje vidljiva slika pomoću koje se provodi SEM analiza [20, 24].

Analiza mikrostrukture provedena je na pretražnom elektronskom mikroskopu Tescan Vega TS 5136 MM, pri povećanjima: 500x, 1000x, 2000x, 3000x, 5000x.

Na slici 31 prikazan je pretražni elektronski mikroskop Tescan Vega TS 5136 MM.

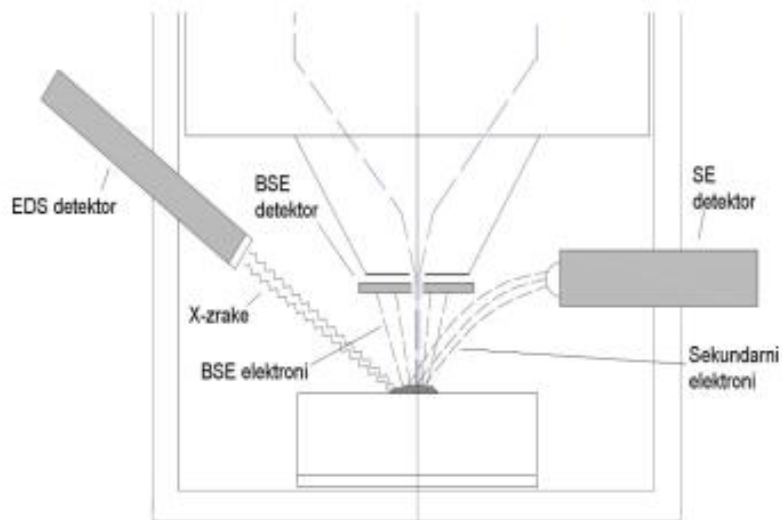


Slika 31. Fotografija pretražnog elektronskog mikroskopa Tescan Vega TS 5136

Pretražni elektronski mikroskop može raditi sa tri različite vrste detektora, a to su:

- SE (engl. Secondary Electron) ili detektor sekundarnih elektrona,
- BSE (engl. Back Scatter Electron) ili detektor povratnog raspršenja,
- EDS (engl. Energy Dispersive Spectrometer) ili energijsko disperzivni spektrometar [22].

Na slici 32 prikazan je shematski prikaz tri osnovne vrste detektora.



Slika 32. Shematski prikaz tri osnovne vrste detektora [24]

BSE detektor ili detektor povratnog raspršenja služi za detektiranje odbijenih elektrona iz elektronskog snopa, do kojih dolazi prilikom sudara s atomskom jezgrom atoma. BSE detektor također se koristi za analiziranje razlike u kemijskom sastavu uzoraka, a isto tako može snimati i električki nevodljive uzorke, jer smanjuje efekte koji su izazvani nakupljanjem elektrona na površini uzorka.

SE detektor ili detektor sekundarnih elektrona pogodan je za proučavanje morfologije jer ima mogućnost prikazivanja površine uzoraka u visokoj rezoluciji. Sekundarni elektroni zapravo nastaju izbijanjem elektrona iz elektronskog omotača atoma iz uzorka, a tome prethodi sudar elektrona iz snopa i uzorka.

EDS detektor ili energijsko disperzivni spektrometar detektira zračenje koje nastaje kada kod izbijanja elektrona iz elektronskog omotača ostaje jedno prazno ili vakantno mjesto, koje se zatim popuni elektronom iz druge elektronske ljuske više energijske vrijednosti. Nakon tog skoka elektrona emitira se X-zraka, koja je karakteristična za svaki pojedini element. Ovaj detektor također služi za određivanje kemijskog sastava uzorka pomoću X-zraka koje uzorak emitira [20, 21].

Energetsko disperzijska spektrometrija (EDS) je tehnika koja služi za kemijsku mikroanalizu, a koristi se u kombinaciji sa pretražnom elektronskom mikroskopijom. Princip rada temelji se na uspoređivanju interakcija rendgenskih zraka te promatranog uzorka. Kako svaki kemijski element ima jedinstvenu strukturu atoma, tako prilikom interakcije sa promatranim uzorkom, također nastaje i jedinstveni odziv rendgenskih zraka. Da bi se stimuliralo nastalo rendgensko zračenje, fokusirana zraka elektrona mora biti usmjerena na površinu uzorka. Pri tome dolazi do uzbuđivanja elektrona u unutarnjoj ljusci, a samim time može doći do pomicanja elektrona u sljedeću vanjsku ljusku. Kako u unutrašnjoj ljusci zbog toga ostaje jedno prazno mjesto, elektron iz vanjske ljuske pomiče se u unutarnju ljusku i tako popunjava nastalo prazno mjesto, te se pomoću ovog procesa oslobađaju rendgenske zrake. Za mjerenje količine i energije nastalih rendgenskih zraka služi spektrometar. Rendgenske zrake se pomoću detektora pretvaraju u signale, koji zatim dolaze u pulsni procesor koji mjeri dolazne signale. Nakon toga signali dolaze u analizator koji ih šalje na računalo, te se dobiva prikaz signala na ekranu [22, 23].

EDS analiza provedena je na pretražnom elektronskom mikroskopu Tescan Vega TS 5136 MM, pri povećanju 5000x.

### 3.9 Fraktografija

Fraktografija je metoda koja služi za analiziranje prijelomnih površina uzoraka. Ova tehnika najčešće se provodi na pretražnom elektronskom mikroskopu, jer se pomoću njega može dobiti slika visoke rezolucije, a također je moguće dobiti i veliki raspon povećanja. Zbog navedenih prednosti, na pretražnom elektronskom mikroskopu moguće je dobiti veliku dubinsku oštrinu slike, a samim tim moguće je puno preciznije izvršiti analizu.

Fraktografska analiza provedena je na pretražnom elektronskom mikroskopu Tescan Vega TS 5136 MM, pri povećanjima: 46x, 100x, 500x, 1000x, 2000x i 3000x.

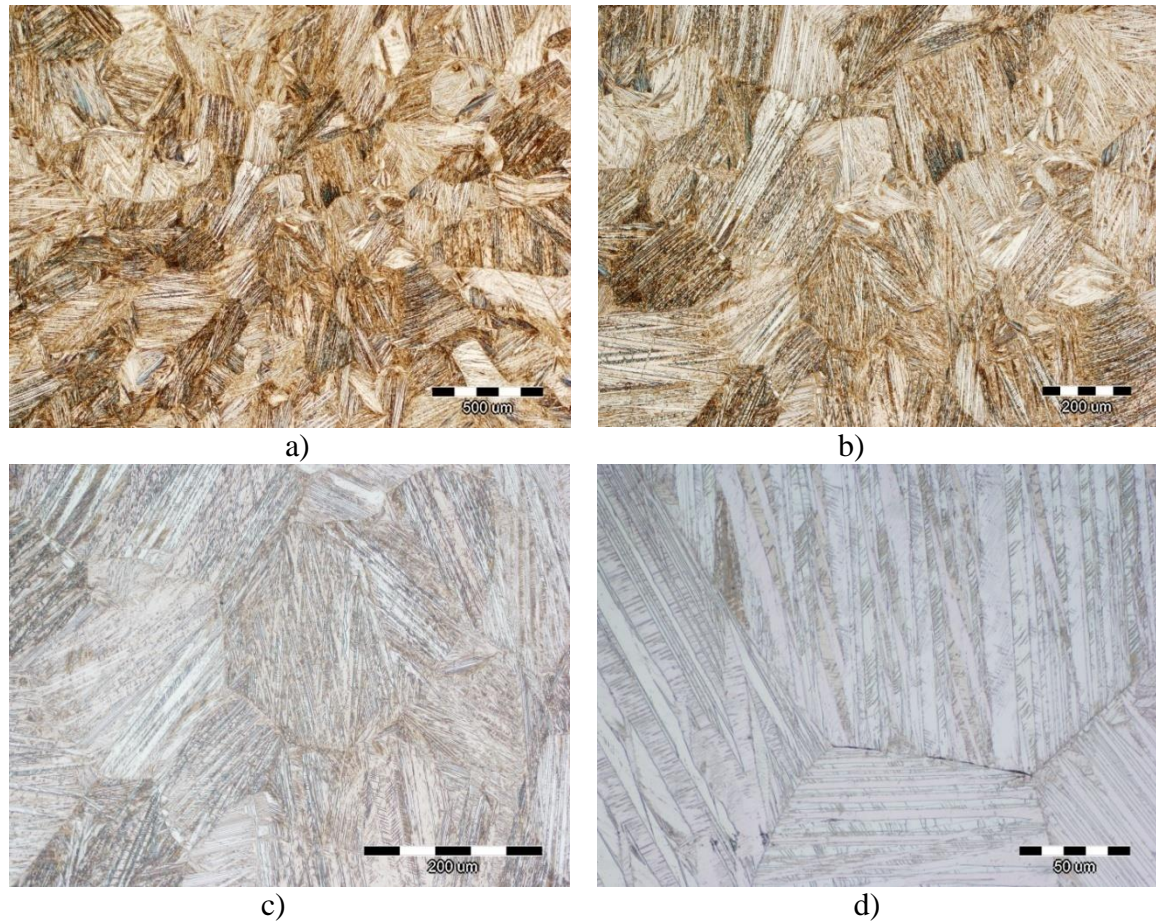


## 4. REZULTATI I RASPRAVA

### 4.1 Mikrostrukturna karakterizacija CuAlNi legure svjetlosnim mikroskopom

Nakon što je izvršena cjelokupna priprema uzoraka, tj. brušenje, poliranje i nagrizanje, mikrostruktura zadane legure analizirana je svjetlosnim mikroskopom.

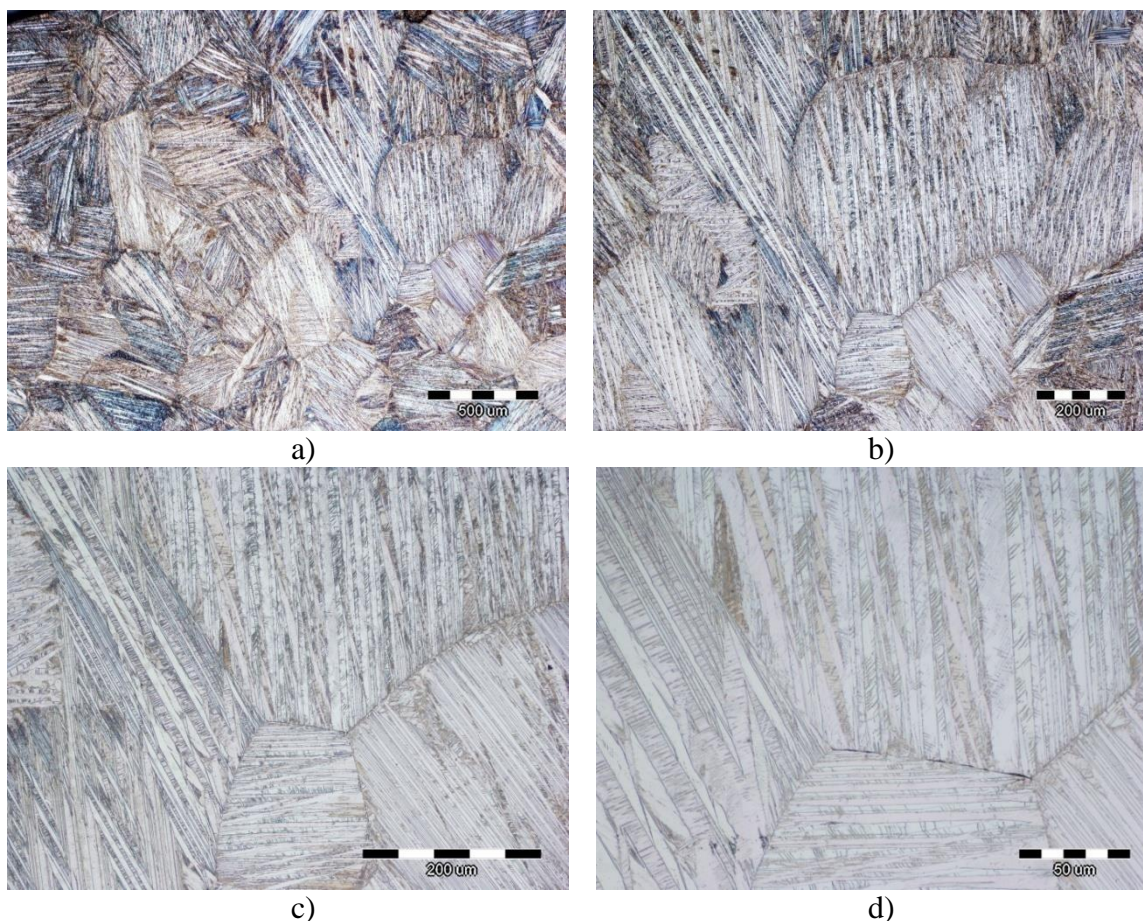
Na slici 33 prikazane su metalografske snimke mikrostruktura zadanih legura, u lijevanom stanju pri različitim povećanjima.



Slika 33. Optičke mikrofotografije CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika u lijevanom stanju pri različitim povećanjima; a – 50x, b – 100x, c – 200x i d – 500x

Na slici 34 prikazane su metalografske snimke mikrostrukture CuAlNi legure, u kaljenom stanju pri različitim povećanjima.





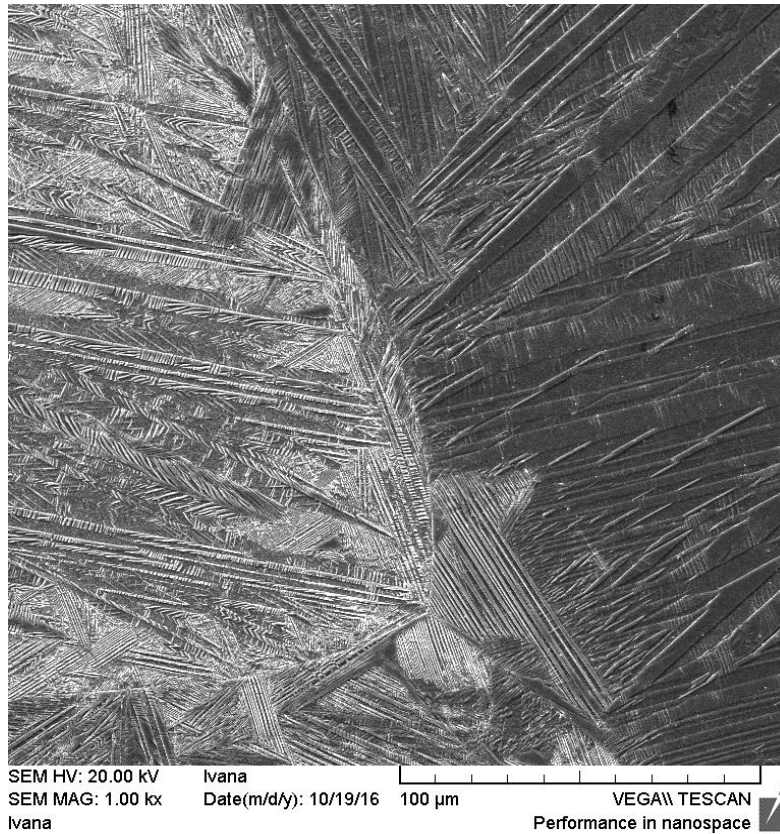
Slika 34. Optičke mikrofotografije CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika u kaljenom stanju pri različitim povećanjima; a – 50x, b – 100x, c – 200x i d – 500x

Na dobivenim metalografskim snimkama CuAlNi legure vidljiva je tipična martenzitna mikrostruktura. Na snimkama su jasno vidljive granice zrna, a martenzitne iglice imaju različitu orijentaciju u pojedinim zrnima. Kao i kod većine legura na bazi Cu, može se primijetiti da je dobivena struktura krupnozrnata, kao što je navedeno u literaturnom izvoru [24].

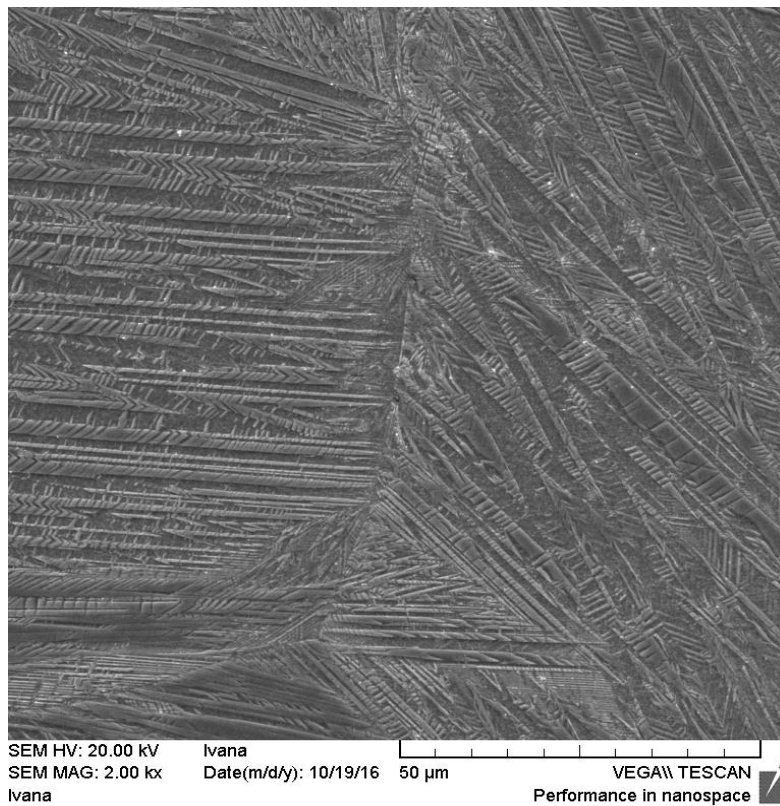
#### 4.2 Analiza pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa

Nakon što je provedena analiza svjetlosnim mikroskopom, radi detaljnije analize mikrostrukture i kemijskog sastava uzoraka, provedena je i analiza pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa.

Na slici 35 prikazane su SEM snimke mikrostrukture CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika u lijevanom stanju pri povećanjima od 1000x i 5000x.



a)

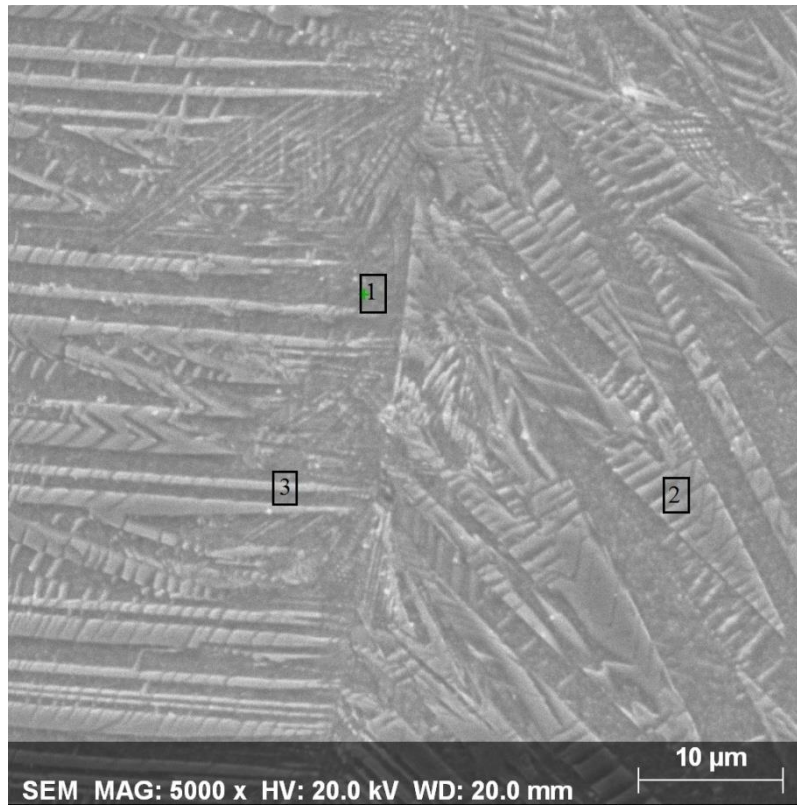


b)

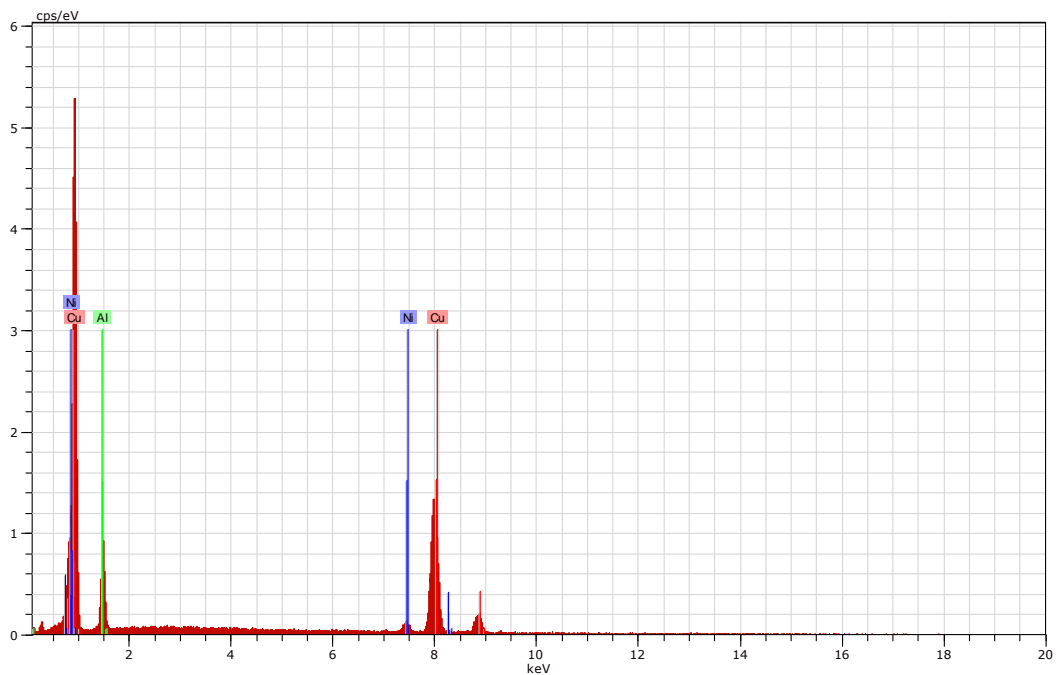
Slika 35. SEM mikrofotografije CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika u lijevanom stanju pri različitim povećanjima; a – 1000x, b – 5000x

Provedena SEM analiza također je potvrdila da je u leguri prisutna tipična martenzitna mikrostruktura.

Na slici 36 prikazana je SEM mikrofotografija CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika u lijevanom stanju (a) i EDS spektar pozicije 1 (b).



a)



b)

Slika 36. SEM mikrofotografija CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika u lijevanom stanju (a) i EDS spektar pozicije 1 (b)



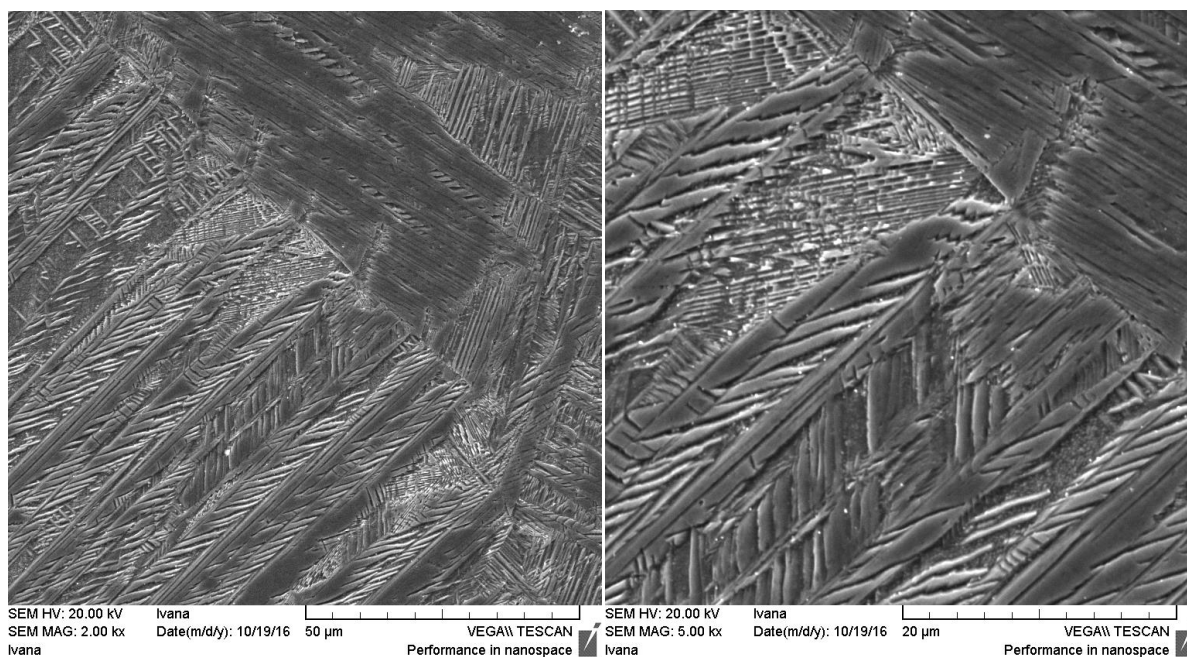
U tablici 2 prikazan je kemijski sastav za pozicije označene na slici 36a.

Tablica 2. Kemijski sastav pozicija označenih na slici 36a

Lijevano stanje	Cu [% mas.]	Al [% mas.]	Ni [% mas.]
Pozicija 1	84,78	11,01	4,22
Pozicija 2	84,03	11,72	4,26
Pozicija 3	82,69	12,92	4,39

Analiza kemijskog sastava legure pomoću EDS analize pokazala je da udio Cu pri tri različite pozicije iznosi 82,69-84,78 % mas., udio Al iznosi 11,01-12,98 % mas., dok udio Ni iznosi 4,22-4,39 % mas.

Na slici 37 prikazane su SEM snimke mikrostrukture CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika u kaljenom stanju pri povećanjima od 2000x i 5000x.

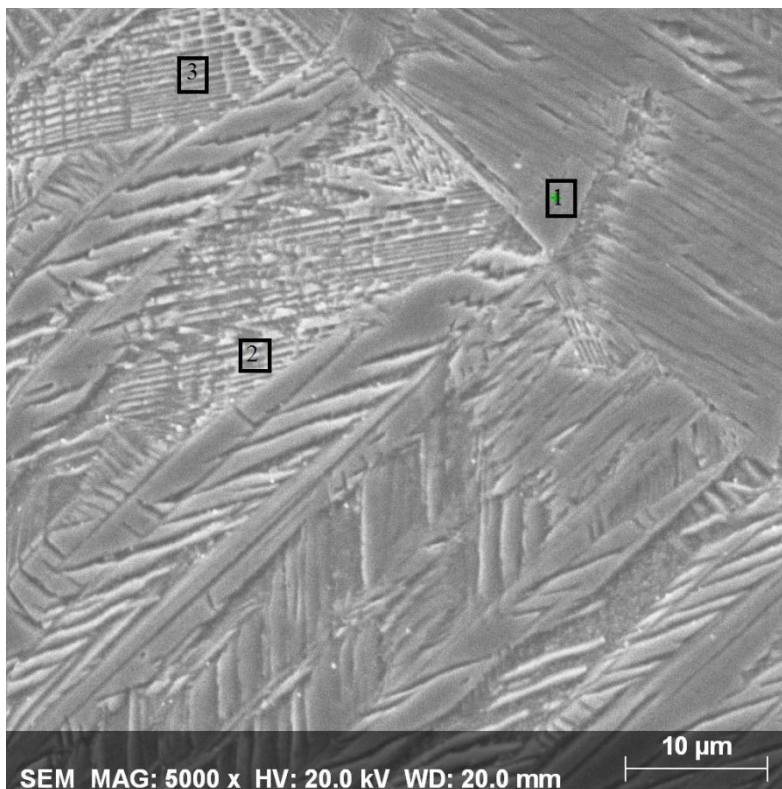


a)

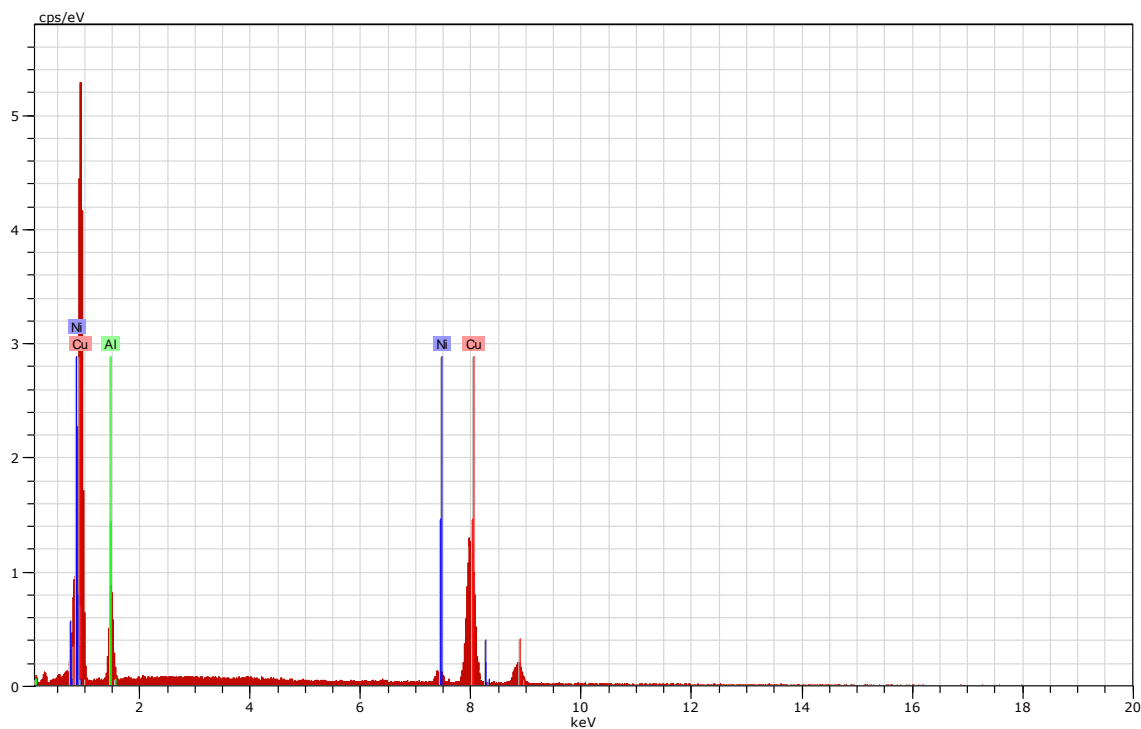
b)

Slika 37. SEM mikrofotografije CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika u kaljenom stanju pri različitim povećanjima; a – 2000x, b – 5000x

Na slici 38 prikazana je SEM mikrofotografija CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika u kaljenom stanju (a) i EDS spektar pozicije 1 (b).



a)



b)

Slika 38. SEM mikrofotografija CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika u kaljenom stanju (a) i EDS spektar pozicije 1 (b).

U tablici 3 prikazan je kemijski sastav za pozicije označene na slici 38a.

Tablica 3. Kemijski sastav pozicija označenih na slici 38a

Lijevano stanje	Cu [% mas.]	Al [% mas.]	Ni [% mas.]
Pozicija 1	85,45	10,43	4,12
Pozicija 2	85,47	10,00	4,53
Pozicija 3	86,00	9,65	4,35

Analiza kemijskog sastava legure pomoću EDS analize pokazala je da udio Cu pri tri različite pozicije iznosi 85,45-86,00 % mas., udio Al iznosi 9,65-10,43 % mas., dok udio Ni iznosi 4,12-4,53 % mas.

#### 4.3 Mehanička svojstva CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika

Osnovna mehanička svojstva CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika u lijevanom i kaljenom stanju određena su pomoću statičkog vlačnog pokusa, dok je tvrdoća legure ispitivana metodom po Vickersu.

##### 4.3.1 Rezultati statičkog vlačnog pokusa

U tablici 4 prikazane su vrijednosti osnovnih mehaničkih svojstava uzoraka nakon lijevanja i kaljenja, koja su ispitivana statičkim vlačnim pokusom.

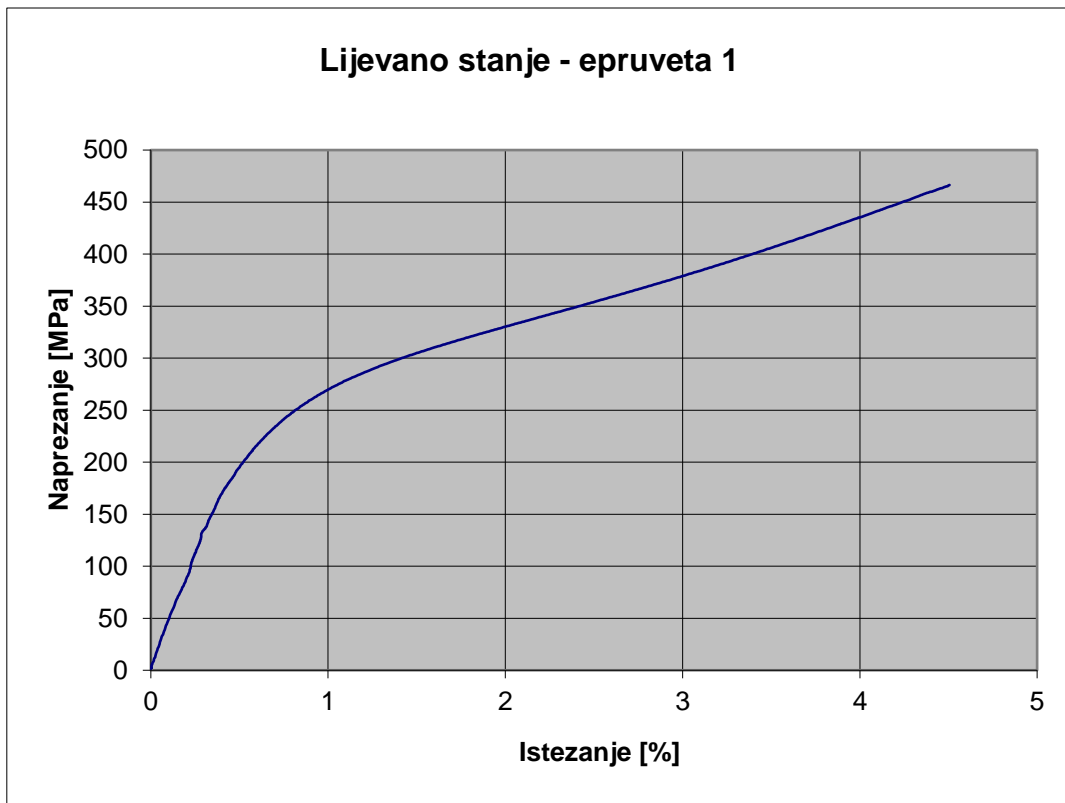
Tablica 4. Mehanička svojstva CuAlNi legure nakon lijevanja i kaljenja

Oznaka uzorka	Granica razvlačenja, MPa	Vlačna čvrstoća, MPa	Istezanje %
L (lijevano stanje)	284,0	475,5	4,78
K-1 (850 °C/60'/H <sub>2</sub> O)	270,7	498,6	3,55

Vrijednosti iz tablice 4 izračunate su kao srednja vrijednost od tri provedena mjerenja po uzorku.

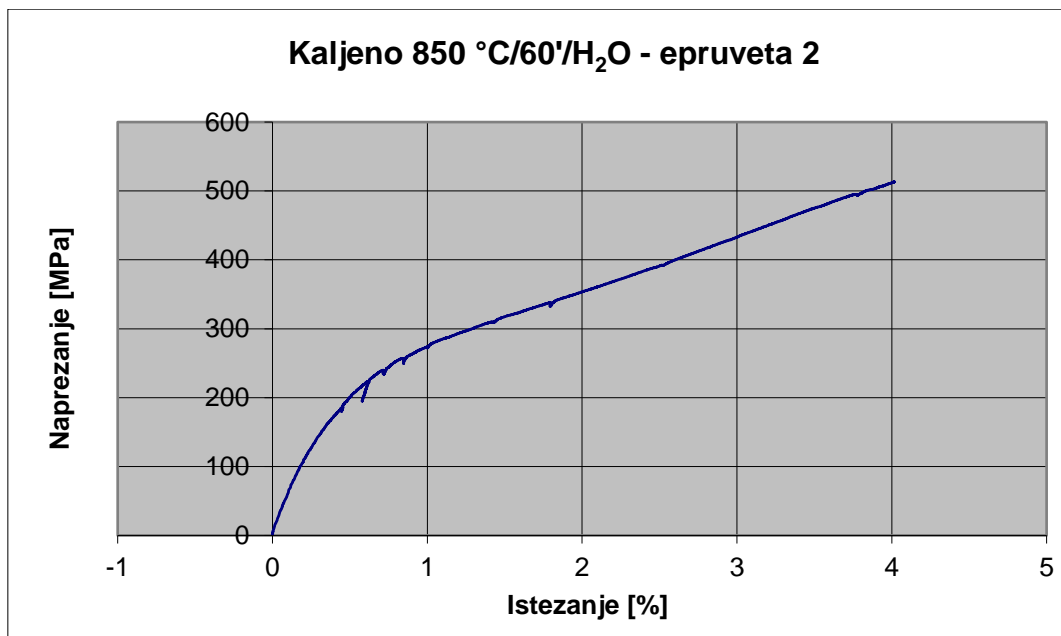
Granica razvlačenja uzorka u lijevanom stanju iznosi 284,0 MPa, dok kod uzorka u kaljenom stanju ta vrijednost iznosi 270,7 MPa. Vlačna čvrstoća lijevanog uzorka je 475,5 MPa, a kaljenog uzorka je 498,6, te su ove vrijednosti vlačne čvrstoće zadovoljavajuće za legure na bazi bakra.

Na slici 39 prikazan je dijagram napreznja u ovisnosti o istezanju za uzorak u lijevanom stanju.



Slika 39. Dijagram naprezanje – istezanje za uzorak lijevanog stanja

Na slici 40 prikazan je dijagram naprezanja u ovisnosti o istezanju za kaljeni uzorak.



Slika 40. Dijagram naprezanje – istezanje za kaljeni uzorak

Iz dijagrama naprezanje – istezanje za lijevani i kaljeni uzorak na slikama 37 i 38 može se vidjeti da sa povećanjem naprezanja raste i istezanje ispitivanih uzoraka. Istezanje nakon prijeloma uzorka je dosta nisko i iznosi 4,78% za lijevani uzorak, a 3,55% za kaljeni uzorak.

#### 4.3.2 Rezultati ispitivanja tvrdoće po Vickersu

Ispitivanje tvrdoće po Vickersu provedeno je na tvrdomjeru Leica, tako da je na oba ispitivana uzorka provedeno tri mjerenja, a zatim su izračunate srednje vrijednosti izmjerenih podataka za tvrdoću.

U tablici 5 prikazane su vrijednosti tvrdoća za uzorak u lijevanom i kaljenom stanju.

Tablica 5. Tvrdoća uzoraka CuAlNi legure u lijevanom i kaljenom stanju

Oznaka uzorka	Izmjerene vrijednosti, HV10	Srednja vrijednost, HV10
L (lijevano stanje)	396,8	411.4
	414,2	
	423,2	
K-1 (850 °C/60'/H <sub>2</sub> O)	297,9	313.5
	308,5	
	334,2	

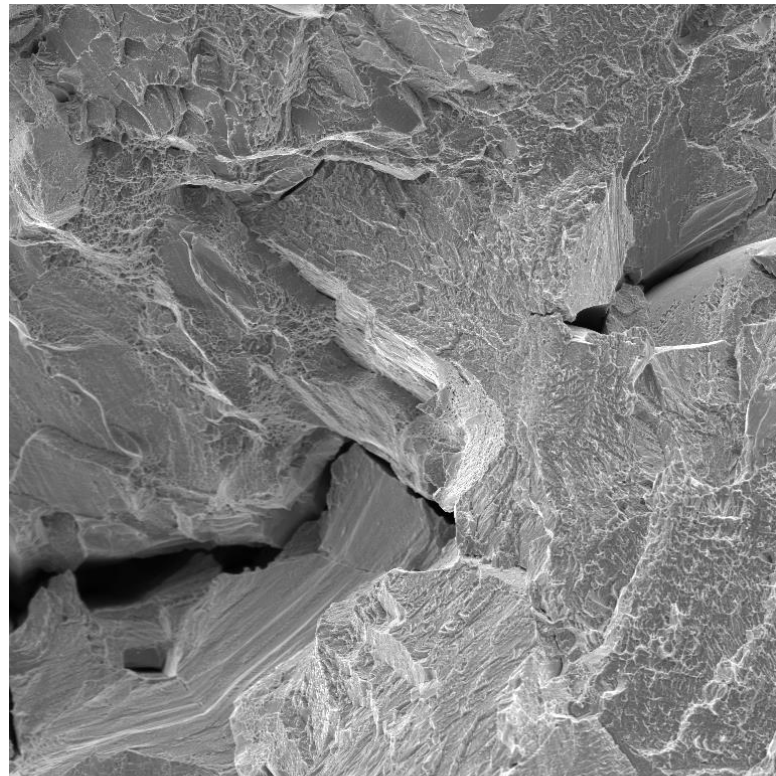
Iz tablice 5 može se vidjeti da uzorak u lijevanom stanju ima veću tvrdoću od uzorka u kaljenom stanju. Za uzorak u lijevanom stanju tvrdoća iznosi 411,4 HV10, dok uzorak u kaljenom stanju ima tvrdoću u iznosu od 313,5 HV10.

#### 4.4 Fraktografska analiza CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika

Nakon što je proveden statički vlačni pokus, provedena je SEM analiza prijelomnih površina CuAlNi legure.

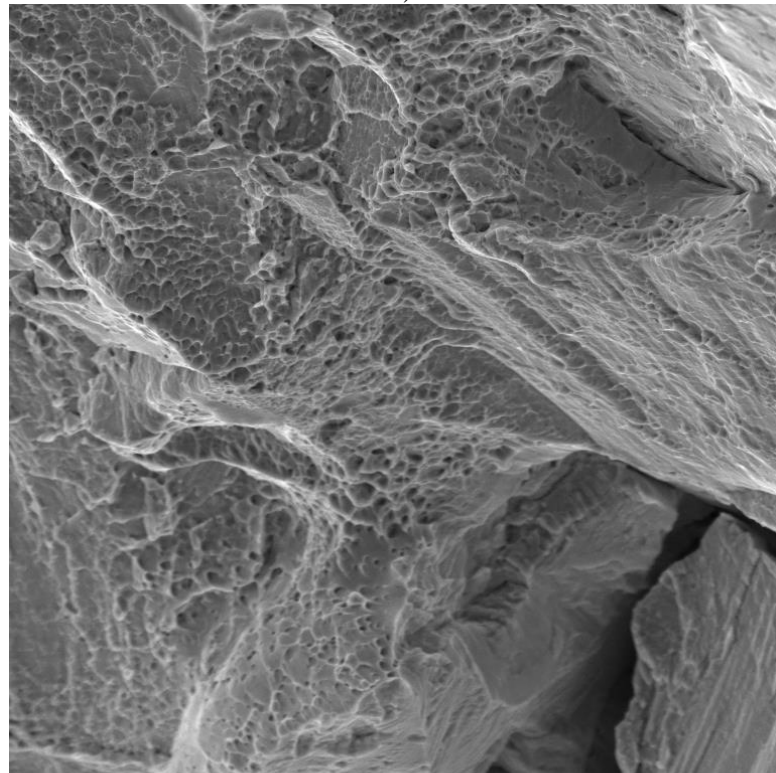
Na slici 41 prikazane su SEM mikrofotografske snimke prijelomne površine CuAlNi legure u lijevanom stanju pri povećanjima 500x i 2000x na poziciji 1.





SEM HV: 20.00 kV Ivana  
SEM MAG: 500 x Date(m/d/y): 12/12/16 200  $\mu$ m VEGA\\ TESCAN  
Ivana Performance in nanospace

a)

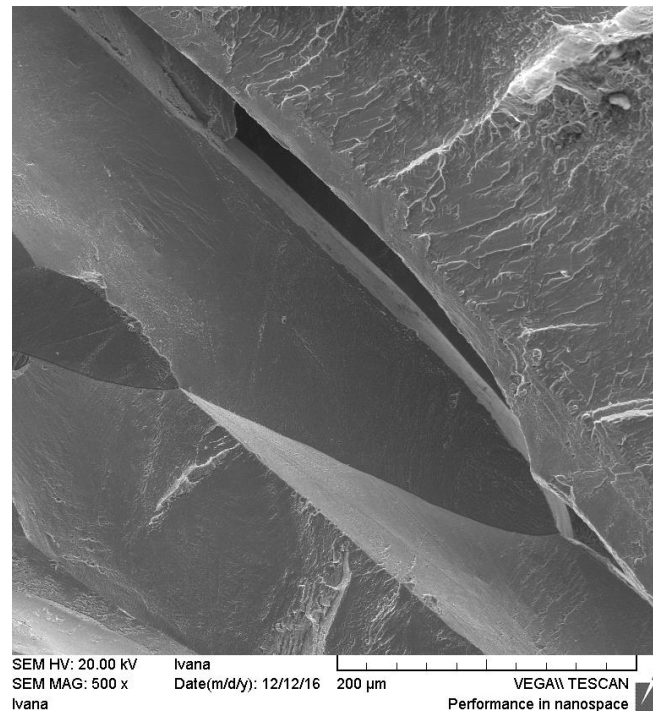


SEM HV: 20.00 kV Ivana  
SEM MAG: 2.00 kx Date(m/d/y): 12/12/16 50  $\mu$ m VEGA\\ TESCAN  
Ivana Performance in nanospace

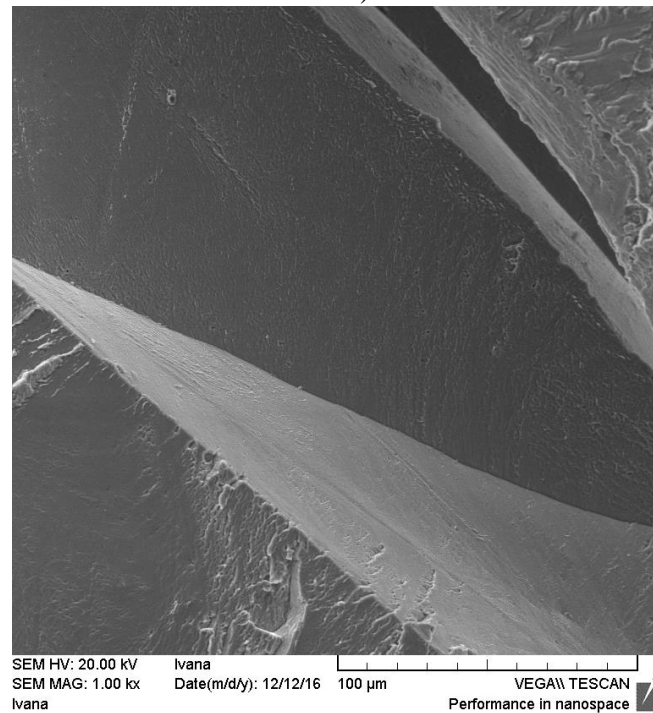
b)

Slika 41. SEM mikrofotografske snimke prijelomne površine CuAlNi legure u lijevanom stanju pri povećanjima; a - 500x, b - 2000x, pozicija 1

Na slici 42. prikazane su SEM mikrofotografske snimke prijelomne površine CuAlNi legure u lijevanom stanju pri povećanjima 500x i 1000x na poziciji 2.



a)



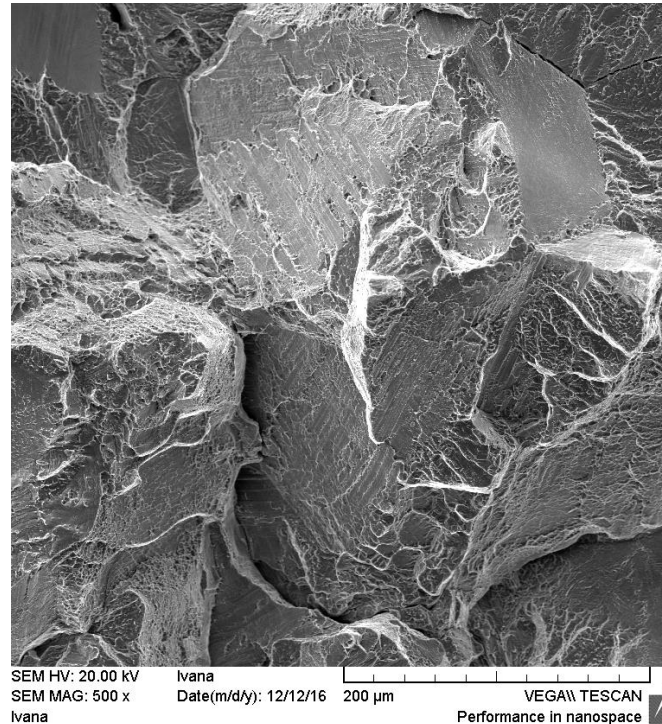
b)

Slika 42. SEM mikrofotografske snimke prijelomne površine CuAlNi legure u lijevanom stanju pri povećanjima; a - 500x, b - 1000x, pozicija 2

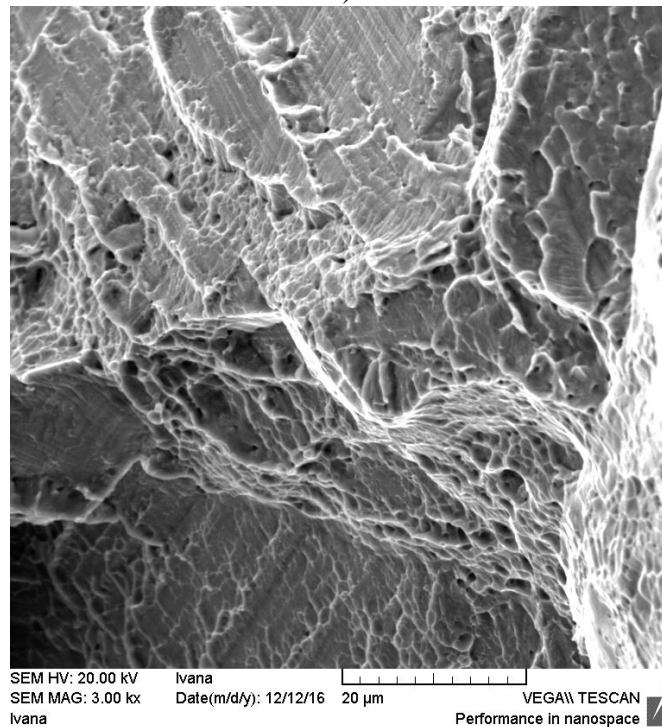
Prema mikrofotografskim snimkama na slikama 41 i 42 vidi se prisutnost interkristalnog loma koji se širi kroz zrno uz rubove uzorka, ali se može uočiti i postojanje transkristalnog prijeloma. Na slici 41b također se jasno vide jamice nastale u uzorku, što nam pokazuje da je

došlo do nekog određenog oblika plastične deformacije. Takav prijelom nije krhak, već je duktilan.

Na slici 43. prikazane su SEM mikrofotografske snimke prijelomne površine CuAlNi legure u kaljenom stanju pri povećanjima 500x i 3000x na poziciji 1.



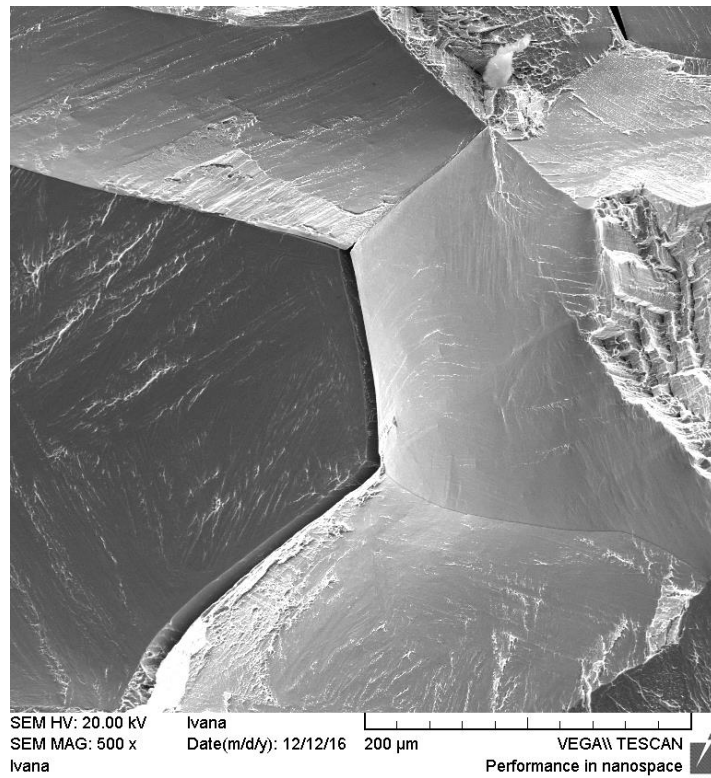
a)



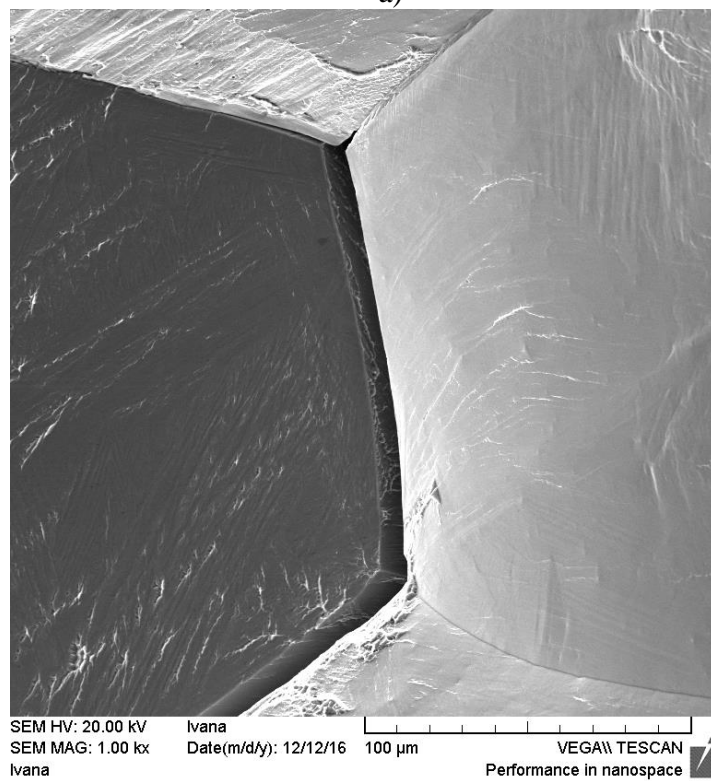
b)

Slika 43. SEM mikrofotografske snimke prijelomne površine CuAlNi legure u kaljenom stanju pri povećanjima; 500x - a i 3000x – b, pozicija 1

Na slici 44. prikazane su SEM mikrofotografske snimke prijelomne površine CuAlNi legure u kaljenom stanju pri povećanjima 500x i 1000x na poziciji 2.



a)

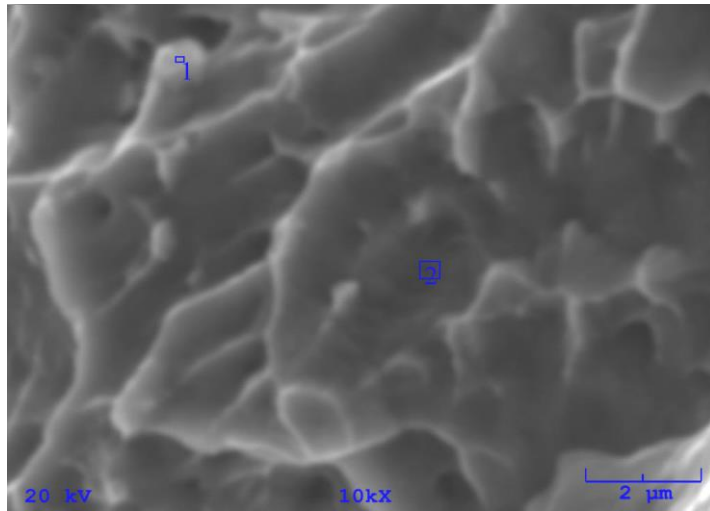


b)

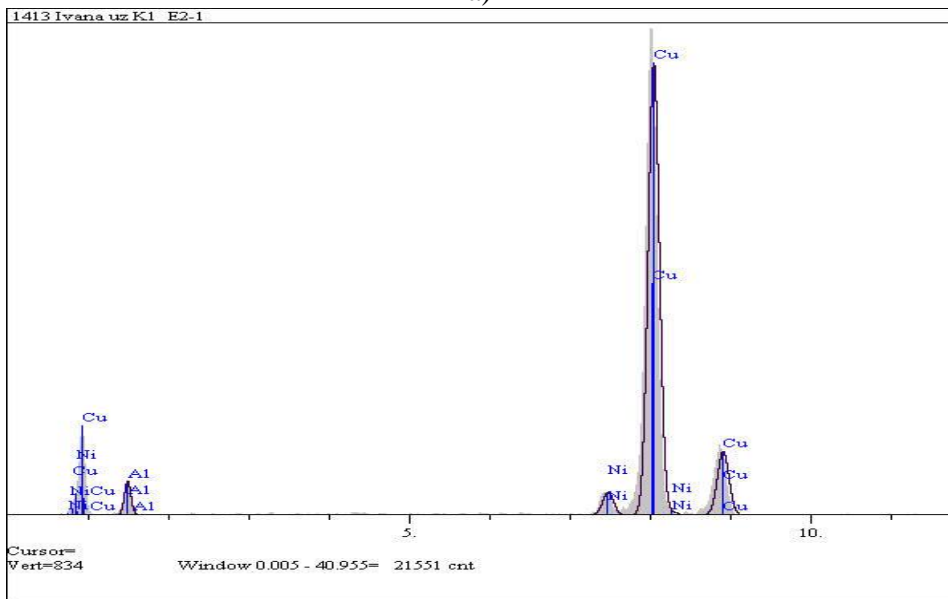
Slika 44. SEM mikrofotografske snimke prijelomne površine CuAlNi legure u kaljenom stanju pri povećanjima; 500x - a i 1000x – b, pozicija 2

U odnosu na lijevani uzorak, kod uzorka u kaljenom stanju može se uočiti sitnozrnatija struktura, ali se također javlja interkristalni prijelom zrna uz rubove uzorka, odnosno pucanje po granici zrna.

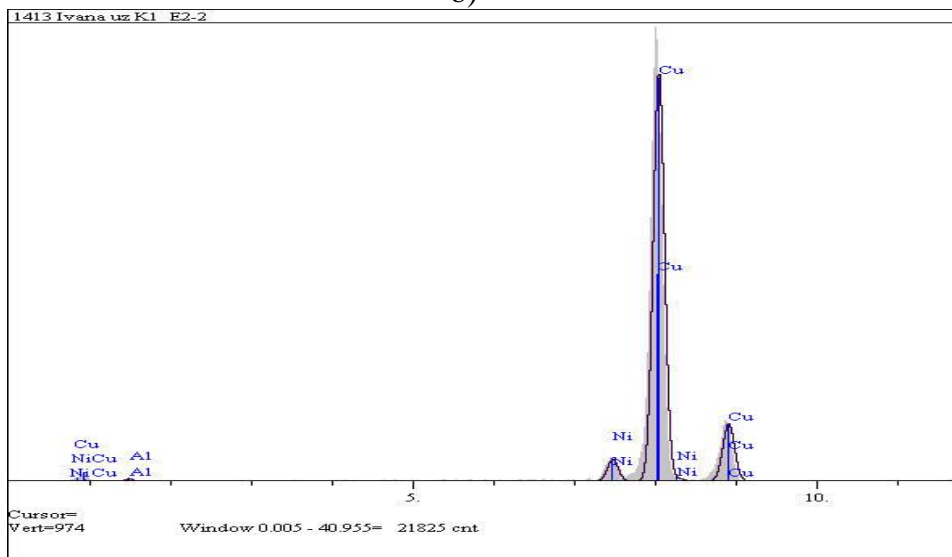
Na slici 45. prikazana je SEM mikrofotografska snimka CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika u kaljenom stanju pri povećanju od 10000x (a) te EDS spektar pozicije 1 (b) i pozicije 2 (c).



a)



b)



c)

Slika 45. SEM mikrofotoGRAFSKE CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika u kaljenom stanju (a) i EDS spektr pozicije 1 (b) i pozicije 2 (c)

U tablici 6 prikazan je kemijski sastav za pozicije označene na slici 45a.

Tablica 6. Kemijski sastav za pozicije označene na slici 45a

Kaljeno stanje	Cu [% mas.]	Al [% mas.]	Ni [% mas.]
Pozicija 1	91,479	5,151	3,371
Pozicija 2	95,835	0,461	3,704

Analiza kemijskog sastava legure pomoću EDS analize pokazala je da udio Cu na poziciji 1 iznosi 91,479 % mas., a na poziciji 2 iznosi 95,835 % mas.. Udio Al na poziciji 1 iznosi 5,151 % mas., a na poziciji 2 iznosi 0,461 % mas.. Udio Ni na poziciji 1 iznosi 3,371 % mas., dok na poziciji 2 iznosi 3,704 % mas..

## 5. ZAKLJUČAK

Nakon kontinuiranog lijevanja CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika, te nakon provedene analize mikrostrukture svjetlosnom mikroskopijom i pretražnom elektronskom mikroskopijom, može se zaključiti:

- legura CuAlNi s prisjetljivosti oblika posjeduje tipičnu martenzitnu mikrostrukturu;
- granice zrna jasno su vidljive, a nastale martenzitne iglice imaju različitu orijentaciju u svakom pojedinom zrnu;
- rezultati mehaničkih ispitivanja CuAlNi legure s prisjetljivosti oblika pokazala su zadovoljavajuća mehanička svojstva, vlačna čvrstoća za lijevani uzorak iznosi 475,5 MPa, a za kaljeni uzorak 498,6 MPa, dok je istežanje 4,78% za lijevani i 3,55% za kaljeni uzorak;
- tvrdoća lijevanog uzorka je 411,4 HV10, a kaljenog uzorka je 313,5 HV10;
- provedena SEM analiza prijelomnih površina pokazala je da je u leguri CuAlNi s prisjetljivosti oblika prisutan interkristalni, ali i transkristalni prijelom;
- nastale jamice u uzorku pokazuju nam da je došlo do određene plastične deformacije te da je prijelom duktilan;
- kaljeni uzorak ima sitnozrnatiju strukturu u odnosu na lijevani uzorak.



## 6. LITERATURA

- [1] C. LExcellent, Shape-memory Alloys Handbook, John Wiley&Sons Inc., Hobogen, 2013, 11-47.
- [2] I. Ivanić, M. Gojić, S. Kožuh, Slitine s prisjetljivosti oblika (I. dio): najznačajnija svojstva, Kemija u industriji 63 (2014), 9-10; 323-329.
- [3] W.M.Huang, Z.Ding, C.C.Wang, J.Wei, Y.Zhao, H.Purnawali, Shape memory materials, Materials today 13, (2010), 54-61.
- [4] D. C. Lagoudas, Shape Memory Alloys Modeling and Engineering Applications, Springer, Texas, USA, 2008.
- [5] K. Yamauchi, I. Ohkata, K. Tsuchiya, S. Miyazaki, Shape Memory and Superelastic alloys Technologies and applications, Woodhead Publishing, Cambridge, UK, 2011.
- [6] A. Subic, M. Leary, J. Mohd Jani, M.A.gibson, A review of shape memory alloy research, applications and opportunities, Materials and Design 56 (2014), 1078-1113.
- [7] D. E. Hodgson, Ming. H. Wu, R. J. Biermann, Shape Memory Alloys, ASM Handbook Volume 2: Properties and selection Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, ASM Handbook Committee, (1992), 897–902.
- [8] A. Khandelwal, V. Buravalla, Models for Shape Memory Alloy Behavior: An overview of modeling approaches, International journal of structural changes in solids - Mechanics and Applications 1 (2009), 111-148.
- [9] O. Kastner, First Principles Modelling of Shape Memory Alloys Molecular Dynamics Simulations, Springer, Bochum, Germany, 2012.
- [10] D.Stoeckel, The Shape Memory Effect – Phenomenon, Alloys and Applications, Shape Memory Alloys for Power Systems EPRI, NDC • Nitinol Devices and Components, Inc., Fremont, CA , (1995), 1- 13.
- [11] D.Cimprič, Shape memory alloys, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za metamatiko in fiziko, 2007., Ljubljana
- [12] <http://smart.tamu.edu/overview/smaintro/detailed/detailed.html> (19.10.2016.)
- [13] D.E.Nicholson, Thermomechanical behavior of high-temperature shape memory alloy Ni-Ti-Pd-Pt actuators, Florida Atlantic University, 2008.
- [14] I.Ivanić, M.Gojić, S.Kožuh, Slitine s prisjetljivosti oblika (II.dio): podjela, proizvodnja i primjena, Kemija u industriji 63 (2014), 9-10; 331-344.
- [15] A.C.Kneissl, E.Unterweger, M.Bruncko, G.Lojen, K.Mehrabi, H.Scherngell,

Microstructure and properties of NiTi and CuAlNi shape memory alloys, *Metalurgija* 14(2008) 2, 89-100.

[16] M.H.Wu, McD.Schetky, *Industrial Applications for Shape Memory Alloys*, Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies, Pacific Grove, California, (2000), 171-182.

[17] J.Arghavani, *Thermo-mechanical behavior of shape memory alloys under multiaxial loadings: constitutive modeling and numerical implementation at small and finite strains*, Sharif University of Technology, Teheran, Iran, 2010.

[18] D.Ivaniš, *Određivanje tvrdoće materijala Vickersovom metodom uz različita opterećenja*, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2009.

[19] S.Rešković, *Ispitivanje materijala*, Sveučilište u Zagrebu, Metalurški fakultet, 2009.

[20] G.Mršić, S.Žugaj, *Analiza GSR čestica elektronskog mikroskopa (SEM/EDX)*, Polić. sigur. Zagreb, (2007), 3-4; 179-200.

[21] L.Šimeg, *Primjena elektronske mikroskopije u karakterizaciji prirodnih materijala*, Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2014.

[22] <http://www.mee-inc.com/hamm/energy-dispersive-x-ray-spectroscopyeds/> (06.01.2017.)

[23] J. Goldstein et al., *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, Third Edition, Springer, USA, 2003.

[24] I.Ivanić, M.Gojić, S.Kožuh, B.Kosec, *Microstructural analysis of CuAlNiMn shape-memory alloy before and after the tensile testing*, *Materials and technology* 48 (2014) 5, 713-718.

## **ŽIVOTOPIS**

### **Osobni podaci**

Ime i prezime: Andrej Vračan

Adresa: Hrastovica 100, Petrinja

Datum i mjesto rođenja: 09. 06. 1991., Sisak

Telefon: 098 137 6155

E-mail: andrej\_vracan@hotmail.com

### **Obrazovanje**

1998. – 2006. „Prva osnovna škola“ u Petrinji

2006. – 2010. Tehnička škola Sisak

2010. – 2014. Metalurški fakultet u Sisku, preddiplomski sveučilišni studij

2014. – 2017. Metalurški fakultet u Sisku, diplomski sveučilišni studij

### **Osobne vještine**

Strani jezik: engleski jezik – aktivno poznavanje u govoru i pismu

Računalne vještine: osnove rada na računalu, poznavanje rada u MS Office-u