

# Mikrostrukturna karakterizacija lijevanog ingota CuAlMn legure

---

**Bajutti, Dino**

**Undergraduate thesis / Završni rad**

**2019**

*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:115:102648>

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

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-09-26**



*Repository / Repozitorij:*

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
METALURŠKI FAKULTET

Dino Bajutti

ZAVRŠNI RAD

Sisak, rujan 2019.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
METALURŠKI FAKULTET

Dino Bajutti

MIKROSTRUKTURNA KARAKTERIZACIJA LIJEVANOG INGOTA  
CuAlMn LEGURE

ZAVRŠNI RAD

Mentor:  
Doc.dr.sc. Ivana Ivanić

Članovi ispitnog povjerenstva:  
Predsjednik: Prof.dr.sc. Stjepan Kožuh  
Član: Doc.dr.sc. Ivana Ivanić  
Član: Prof.dr.sc. Mirko Gojić  
Zamjenski član: Izv.prof.dr.sc. Ljerka Slokar Benić

Sisak, rujan 2019.



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
METALURŠKI FAKULTET

UNIVERSITY OF ZAGREB  
FACULTY OF METALLURGY

IME: DINO

PREZIME: BAJUTTI

MATIČNI BROJ: BM – 2532/15

Na temelju članka 19. stavak 2. Etičkog kodeksa Sveučilišta u Zagrebu dajem sljedeću

## IZJAVU O IZVORNOSTI

Izjavljujem da je moj završni rad pod naslovom:

MIKROSTRUKTURNA KARAKTERIZACIJA LIJEVANOG INGOTA CuAlMn LEGURE

---

izvorni rezultat mojeg rada te da se u izradi istoga nisam koristio drugim izvorima osim onih koji su u njemu navedeni.

Sisak, 5.9.2019.

(vlastoručni potpis)

*Izrazi koji se koriste u ovoj Izjavi, a imaju rodno značenje, koriste se neutralno i odnose se jednako i na ženski i na muški rod.*

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

*Zahvaljujem se svojoj obitelji na neprekidnoj potpori i razumijevanju tijekom mog života i studija, posebno majci i ocu te djedu i baki. Želim se zahvaliti svojim bliskim prijateljima koji su ovo putovanje učinili lakšim, ugodnijim i punim smijeha. Posebno se zahvaljujem svojoj mentorici doc.dr.sc. Ivani Ivanić na pruženoj prilici, uloženom vremenu, stručnim savjetima te strpljenju.*

## SAŽETAK

### MIKROSTRUKTURNA KARAKTERIZACIJA LIJEVANOG INGOTA CuAlMn LEGURE

U ovom radu provedena je mikrostrukturalna karakterizacija CuAlMn legure s prisjetljivosti oblika. Ispitivanje je provedeno na uzorcima legure u lijevanom i toplinski obrađenom stanju. Ispitivana legura dobivena je taljenjem tehnički čistih elemenata bakra, aluminija i mangana ciljanog kemijskog sastava Cu – 8.6%, Al – 9,9% Mn (mas.%). Toplinska obrada uzorka provedena je na temperaturi od 900 °C u vremenskom periodu od 15 minuta nakon čega je uslijedilo hlađenje vodom. Mikrostrukturalna karakterizacija CuAlMn legure provedena je optičkom mikroskopijom i pretražnom elektronskom mikroskopijom opremljenom s energetske disperzijskim spektrometrom. Rezultati su pokazali da uzorci posjeduju dvofaznu ( $\alpha + \beta$ ) mikrostrukturu u lijevanom stanju, dok je nakon toplinske obrade zamijećena samo martenzitna mikrostruktura. Provedeno je ispitivanje mikrotvrdoće Vickersovom metodom te rezultati pokazuju veću tvrdoću nakon toplinske obrade.

***Ključne riječi:** CuAlMn, legure s prisjetljivosti oblika, martenzit, toplinska obrada, mikrostruktura*

## ABSTRACT

### MICROSTRUCTURAL CHARACTERISATION OF CASTED INGOT OF THE CuAlMn ALLOY

In this research a microstructural characterisation of CuAlMn shape memory alloy has been performed. The research was performed on alloy samples in as-cast and heat treated state. The tested alloy was obtained by melting technically pure elements of copper, aluminium and manganese with a targeted chemical composition of Cu – 8.6%, Al – 9,9% Mn (wt.%). The heat treatment of the sample was carried out at a temperature of 900 °C for a period of 15 minutes after which it was cooled with water. Microstructural characterization of the CuAlMn alloy was performed by optical microscopy and scanning electron microscopy equipped with an energy dispersion spectrometer. The results showed that the sample had a two – phase ( $\alpha + \beta$ ) microstructure in as-cast state while after heat treatment only a martensitic microstructure was observed. Microhardness testing was performed using the Vickers method and the results show higher hardness after heat treatment.

***Key Words:** CuAlMn, shape memory alloy, martensite, heat treatment, microstructure*

# SADRŽAJ:

1. Uvod.....	1
2. TEORIJSKI DIO .....	2
2.1. Termomehaničko ponašanje legura s prisjetljivosti oblika .....	2
2.1.2. Efekt prisjetljivosti oblika.....	5
2.1.3. Pseudoelastičnost, superelastičnost i “rubber – like” ponašanje.....	7
2.2. Legure s efektom prisjetljivosti oblika .....	9
2.2.1. Legure s efektom prisjetljivosti oblika na bazi nikla (nitinol).....	9
2.2.2. Legure s efektom prisjetljivosti oblika na bazi željeza.....	10
2.2.3. Legure s efektom prisjetljivosti oblika na bazi bakra .....	11
2.3. Primjena legura s prisjetljivosti oblika .....	15
3. EKSPERIMENTALNI DIO.....	16
3.1. Lijevanje u kokilu.....	16
3.2. Toplinska obrada CuAlMn legure .....	17
3.3. Metalografska priprema uzorka .....	18
3.4. Optička mikroskopija.....	20
3.5. Pretražna elektronska mikroskopija.....	21
3.6. Ispitivanje tvrdoće .....	22
4. REZULTATI I DISKUSIJA .....	23
4.1. Mikrostrukturalna karakterizacija CuAlMn legure nakon lijevanja.....	23
4.1.1. Rezultati optičke mikroskopije CuAlMn legure nakon lijevanja.....	23
4.1.2. Rezultati SEM analize CuAlMn legure u lijevanom stanju.....	23
4.2. Mikrostrukturalna karakterizacija CuAlMn legure nakon toplinske obrade .....	26
4.2.1. Rezultati optičke mikroskopije CuAlMn legure nakon toplinske obrade.....	26
4.2.2. Rezultati SEM analize CuAlMn legure nakon toplinske obrade .....	27
4.2. Rezultati ispitivanja mikrotvrdoće CuAlMn legure .....	30
5. ZAKLJUČAK .....	31
6. LITERATURA.....	32
ŽIVOTOPIS.....	34

## 1. UVOD

Legure s efektom prisjetljivosti oblika (*engl. shape memory alloy, SMA*) svrstavamo u novonastalu vrstu metalnih legura koje mogu biti sastavljene od dvije ili više različitih komponenata određenog kemijskog sastava. Najvažnija karakteristika navednih legura je sposobnost povratka u prvotni oblik tj. oblik prije deformacije ako je na njih primjenjena neka vrsta toplinske obrade. Plastična deformacija navedenih legura započinje pri niskim temperaturama, te nakon izlaganja visokim temperaturama, kreće proces vraćanja u prvotni oblik [1].

Iako su svoju značajniju primjenu doživjele tek krajem 20. stoljeća, legure s prisjetljivosti oblika koriste se zbog svojih jedinstvenih i naspram drugih materijala superiornijih svojstava. Prva legura s efektom prisjetljivosti oblika otkrivena je 1932. godine kada je švedski znanstvenik Arne Ölander proučavanjem legure AuCd uočio da martenzitna faza može poprimiti oblik koji se mijenja s promjenom temperature. Znanstvenici Grenniger i Mooradian 1938. godine također radeći na uzorcima legure AuCd prvi spominju izraz oporavak oblika (*engl. shape recovery*). Nešto kasnije tj. 1949. godine Kurdjumov i Khadmor opisuju uvjet za pojavu efekta prisjetljivosti uzrokovan termoelastičnim ponašanjem martenzitne faze [2].

U narednih par godina znanstvenici poput Changa i Reada također dolaze do sličnih rezultata samo na legurama InTi i CuAlNi, no zbog visoke cijene materijala u to vrijeme, njihova upotreba nije realizirana. Godine 1962. pojavili su se William Buehler i Frederick Wang, inženjerski tandem koji uz pomoć svojih suradnika dolazi do spoznaje o efektu prisjetljivosti oblika na leguri NiTi (nitinol). S njihovim otkrićem ubrzo počinje razvoj i sve veća potražnja za SMA legurama ne samo na bazi NiTi nego i na bazi željeza (FeMnSi) te na bazi bakra (CuAlNi i CuZnAl) zbog njihove pristupačnosti i niske cijene. Međutim, zbog njihove lošije plastičnosti te slabije termomehaničke stabilnosti u odnosu na NiTi leguru, NiTi SMA legure i dalje zauzimaju najveći dio u primjeni [2].

Pored NiTi legure, poznate po svojoj kvaliteti i rasprostranjenosti, te širokoj primjeni, pažnju treba obratiti i na legure s prisjetljivosti oblika na bazi bakra. U odnosu na nitinol, legure na bazi bakra karakterizira lakša proizvodnja, niža cijena, te mogućnost lakše primjene u većem temperaturnom intervalu (-200°C do +200°C). Naspram nedostacima poput slabije obradivosti i sklonosti ka krhkom lomu i dalje pronalaze svoj put za upotrebu kao alternativna opcija skupim NiTi legurama u područjima koje ne zahtjevaju biokompatibilnost [1].

U današnje vrijeme legure s prisjetljivosti oblika pronalaze široku primjenu u raznim granama industrije, posebice zbog svojih mehaničkih svojstava. Najznačajnija upotreba je u biomedicinskoj industriji, ponajviše za izradu implantata i proteza, u području aeronautike za smanjenje šumova i ujedno za filtriranje štetnih frekvencija te se također koristi u izradi senzora i aktuatora. Također u suvremenoj primjeni većina istraživača nastoji poboljšati svojstva SMA legura usavršavanjem sastava materijala, kako bi se postigao širi temperaturni opseg primjene, te bolja stabilnost materijala [3].

S obzirom da CuAlMn legura ima određene prednosti i bolja svojstva naspram drugih Cu – legura s prisjetljivosti oblika, posebice veću duktilnost, vrlo su zanimljive za detaljnije istraživanje. U ovom radu prikazana je mikrostrukturna karakterizacija CuAlMn ingota prije i nakon toplinske obrade, te mikrotvrdoća.



## 2. TEORIJSKI DIO

### 2.1. Termomehaničko ponašanje legura s prisjetljivosti oblika

Termomehaničko ponašanje legura s efektom prisjetljivosti možemo opisati pomoću sljedeća tri svojstva:

- termoelastičnim svojstvom austenita i martenzita,
- kritičnim naprežanjem i temperaturom ravnoteže povezanim s faznim dijagramima,
- te svojstvom transformacije deformiranjem [4].

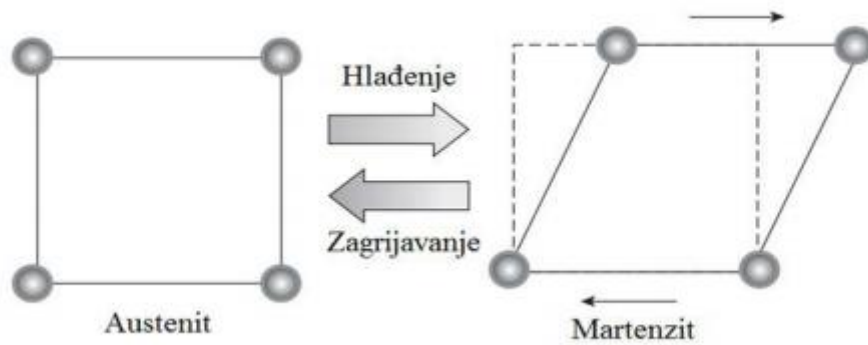
Kada govorimo o termomehaničkom ponašanju prvenstveno mislimo na efekt prisjetljivosti oblika (*engl. shape memory effect, SME*), te njegovu najvažniju karakteristiku da prethodno deformiranu leguru transformira u prvotni oblik jednostavnim zagrijavanjem, za razliku od superelastičnosti (*engl. superelasticity, SE*) gdje se legura može savijati u puno većim granicama, no čim se zaustavi naprežanje, vraća se u prvotni oblik [5].

Sila koja pokreće navedene transformacije je razlika u Gibbsovoj energiji između martenzitne faze i austenitne faze. Pošto austenit naspram martenzita ima znatno veću vrijednost Gibbsove energije, pri temperaturi ispod temperaturne termodinamičke ravnoteže i fazne jednakosti, dolazi do transformacija [2].

#### 2.1.1. Martenzitna transformacija

Fazne transformacije kod kristalnih materijala dijelimo na difuzijske i bezdifuzijske transformacije. Kod difuzijske transformacije atomi napuštaju jednu kristalnu strukturu kako bi formirali drugu te im je potrebna visoka temperatura za konstantno kretanje atoma te što kraći vremenski period odvijanja transformacije. Kod bezdifuzijske transformacije atomi mijenjaju kristalnu strukturu bez napuštanja izvornog kristala, a glavna karakteristika navedene je smično premještanje atoma [5].

Martenzitna transformacija ima važnu ulogu kod legura s prisjetljivosti oblika. Naime, to je povratni proces između dvije različite faze. Navedena transformacija pripada skupini bezdifuzijskih faznih transformacija. Za razliku od difuzijskih transformacija, pomak svakog atoma mnogo je manji od njihove međuatomske udaljenosti te zbog toga proces transformacije može stvarati velika smična naprežanja. Također treba napomenuti kako martenzitna transformacija može kao posljedicu imati malu promjenu volumena [5]. Na slici 1 prikazana je promjena oblika jedinične ćelije kod martenzitne transformacije.



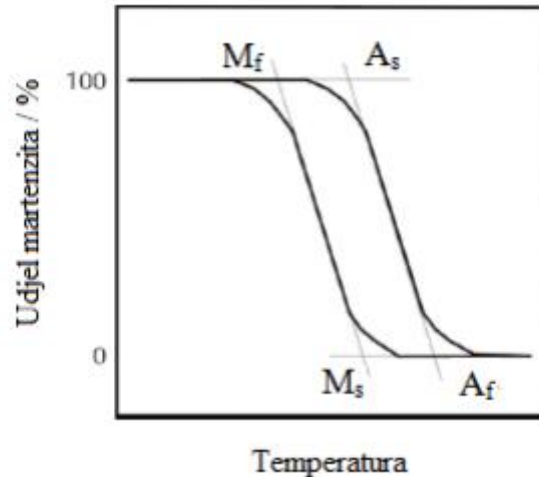
Slika 1. Shematski prikaz martenzitne transformacije [5]

Da bi došlo do efekta prisjetljivosti potrebna je fazna transformacija između dviju čvrstih faza, austenita i martenzita. Martenzit faza je stabilna pri niskim temperaturama i ima monoklinsku strukturu. Također kod martenzitne faze treba napomenuti kako do transformacije dolazi sniženjem ispod određene transformacijske temperature. Dok je austenit faza koja je stabilna na visokim temperaturama te tvori visoko simetrične jedinične ćelije, najčešće kubične strukture [6].

Transformaciju iz austenitne faze u martenzitu i obrnuto opisuju četiri karakteristične temperature:

- $A_s$  – temperatura početka austenitne transformacije,
- $A_f$  – temperatura završetka austenitne transformacije,
- $M_s$  – temperatura početka martenzitne transformacije,
- $M_f$  – temperatura završetka martenzitne transformacije [1]

Temperature faznih transformacija ( $M_s$ ,  $M_f$ ,  $A_s$ ,  $A_f$ ) te razlike između martenzitivnih i austenitivnih faza tj. ( $M_s - M_f$ ) i ( $A_f - A_s$ ) označavamo kao glavne faktore ponašanja legura s prisjetljivosti oblika. Promjena temperature faznih transformacija ovisi o veličini zrna, procesu proizvodnje legure, kemijskom sastavu te o mikrostrukturnim defektima. Faktori koji imaju utjecaj na temperaturu legura s prisjetljivosti oblika su veličina zrna, kemijski sastav legure, brzina hlađenja te postupak toplinske obrade [1]. Zbog činjenice da se transformacije zagrijavanja i hlađenja ne odvijaju na istim temperaturama zbog navedene temperaturne razlike tijekom transformacije dolazi do pojave temperaturne histereze, slika 2.



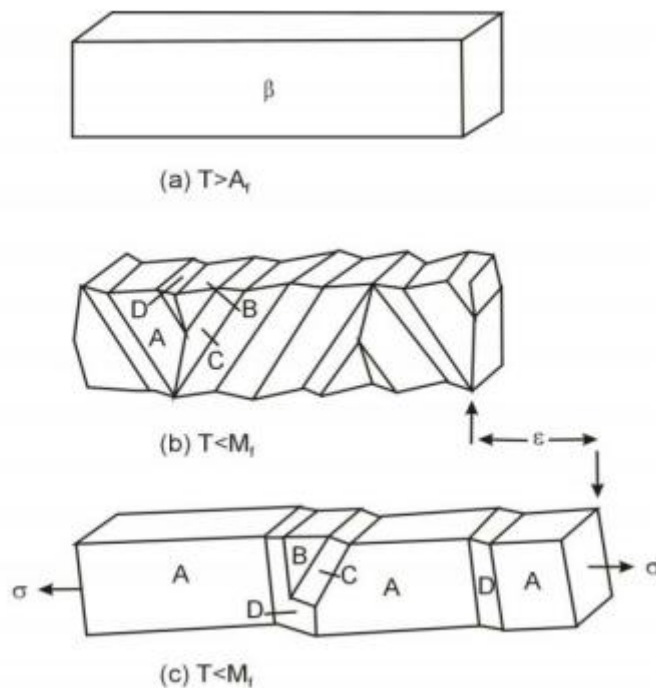
Slika 2. Temperaturna histereza i karakteristične temperaturne martenzitne transformacije [1]

Morfologiju martenzitne mikrostrukture dijelimo na:

- Naglim hlađenjem s visoke temperature, mehanizmom smicanja ili procesom nukleacije i rasta kristala (tzv. bezdifuzijska transformacija) dolazi do spontanog nastajanja martenzita.
- Podvrgavanjem legure naprezanju na određenoj temperaturi iznad tzv. kritičnog naprezanja inducira se nastajanje pločica martenzita [7].

Pojedinačno promatrajući novonastalu martenzitnu ćeliju nakon transformacije iz austenita u martenzit možemo primjetiti različitu kristalografsku orijentaciju naspram prvotne kubne faze. Jediničnu ćeliju s različitom orijentacijom nazivamo varijantom. Zbog različitih načina deformacije austenitne rešetke postoji veći broj varijanta martenzita [8]. Ukupno gledajući moguće su 24 varijante martenzita, odnosno moguće je nastajanje šest skupina martenzitnih pločica s po četiri međusobno različite orijentacije martenzita. Kao što je navedeno, oblikovanje martenzita može biti inducirano naprezanjem ili samoprilogodavanjem. Nastajanjem martenzitna faza poprima oblik štapića, iglica ili tankih pločica s jasno definiranom kristalnom orijentacijom [1].

Kada legura s prisjetljivosti oblika prolazi kroz faznu transformaciju, ona se transformira iz faze visoke uređenosti (austenitne faze) u fazu niske uređenosti (martenzitnu fazu). Faza kojom sve započinje je austenitna  $\beta$ -faza (slika 3a). Izostankom primijenjenog naprezanja dolazi do spontanog nastajanja martenzitnih pločica gdje tijekom srašćivanja ili klizanja (slika 3b) nema promjene oblika. Tijekom mehaničkih opterećenja martenzitne pločice se reorijentiraju (slika 3c), gdje dolazi do makroskopski gledajući neelastičnog istezanja. Dominantna varijanta A nastaje u smjeru primijenjenog naprezanja. Do transformacije martenzita u austenit dolazi nakon zagrijavanja iznad određene temperature, a važno je napomenuti kako deformacija nestaje [1].



Slika 3. Shematski prikaz kristala  $\beta$ -faze (a), spontano nastali martenzit, sraslaci varijanti A, B, C i D nakon hlađenja i transformacije u martenzit (b), varijanta A je dominantna nakon podvrgavanja naprezanju (c) [1]

### 2.1.2. Efekt prisjetljivosti oblika

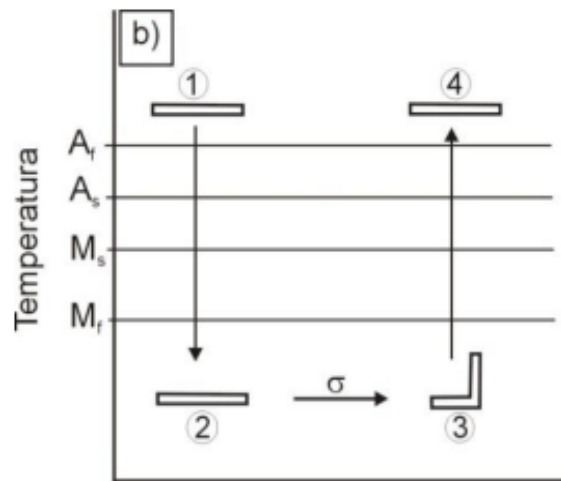
Prvenstveno efekt prisjetljivosti oblika bio je opažen i korišten tek u nekim legurama. Pomoću njega opisujemo učinak vraćanja u izvorni oblik plastično deformiranog uzorka prilikom zagrijavanja. Naime, navedeni efekt se pojavljuje u legurama isključivo zbog odvijanja austenitno – martenzitne transformacije u strukturi legure. Nadalje, hlađenjem austenitne legure dolazi do pojave deformabilne martenzitne strukture te već spomenutim zagrijavanjem martenzitne strukture vraća se u prvobitni austenit. Navedeni postupak je moguće ponavljati beskonačno mnogo puta. Primjenjivanjem toplinskih i termomehaničkih obrada u neodređenim količinama do tzv. “treniranja“ materijala [9]. Efekt s prisjetljivosti oblika kod legura s prisjetljivosti oblika dijelimo na sljedeći način:

- jednosmjerni efekt prisjetljivosti oblika (*engl. One-Way Shape Memory Effect*),
- dvosmjerni efekt prisjetljivosti oblika (*engl. Two-Way Shape Memory Effect*),
- višestruki efekt prisjetljivosti oblika (*engl. Multiple Shape Memory Effect*) [10].

#### 2.1.2.1. Jednosmjerni efekt prisjetljivosti oblika

Glavna karakteristika jednosmjernog efekta prisjetljivosti oblika je što samo pamti jedan oblik, a to je austenitna faza. Tijekom ovog efekta odvijaju se unutarnje promjene u strukturi [1]. Do markoskopske promjene oblika legure dolazi kada se postojeća struktura deformira putem reorijentacije varijanti. Naime, kada legura nije opterećena dolazi do postojanosti

deformacije, što na poslijetku rezultira trajnom deformacijom. Ponovnim zagrijavanjem legure iznad temperature martenzitne transformacije dolazi do ponovnog vraćanja početne faze mikrostrukture i makroskopske geometrije. Postupak nastavljamo hlađenjem ispod temperature završetka martenzitne transformacije te dolazi do stvaranja samoprilagođavajuće mikrostrukture martenzita koji se potom vraća u prvobitni oblik legure. Navedenim postupkom postiže se jednosmjerni efekt prisjetljivosti oblika [11]. Na slici 4 prikazana je shema jednosmjernog efekta prisjetljivosti oblika.

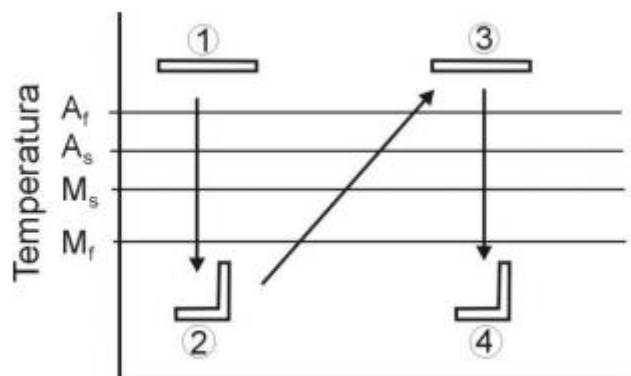


Slika 4. Shema jednosmjernog efekta prisjetljivosti oblika [1]

#### 2.1.2.2. Dvosmjerni efekt prisjetljivosti oblika

Za razliku od jednosmjernog efekta oblika gdje legura pamti samo oblik austenitne faze, kod dvosmjernog efekta oblika dolazi do mijenjanja oblika prilikom hlađenja i zagrijavanja. Naime, dvosmjerni efekt prisjetljivosti oblika pamti promjenu oblika između visoko temperaturnog i niskotemperaturnog područja, slika 5. U niskotemperaturnom području se nalazi u početnom obliku, a u visokotemperaturnom području se formira novi oblik materijala. Kako bi legura zapamtila novi oblik potrebno je primjeniti metodu “treniranja” materijala [1]. Dvosmjerni efekt prisjetljivosti oblika može se dobiti na sljedeća dva načina:

1. termomehaničko cikliranje – legura pamti oblik visokotemperaturne i niskotemperaturne faze te promjenom temperature se mijenja i oblik te
2. stabilizacijom naprezanjem inducirano martenzita - prate se precipitati  $\gamma$  – faze i deformacijsko polje koje nastaje ili nestaje oko precipitata kod promjene temperature [1].



Slika 5. Shema dvosmjernog efekta prisjetljivosti oblika [1]

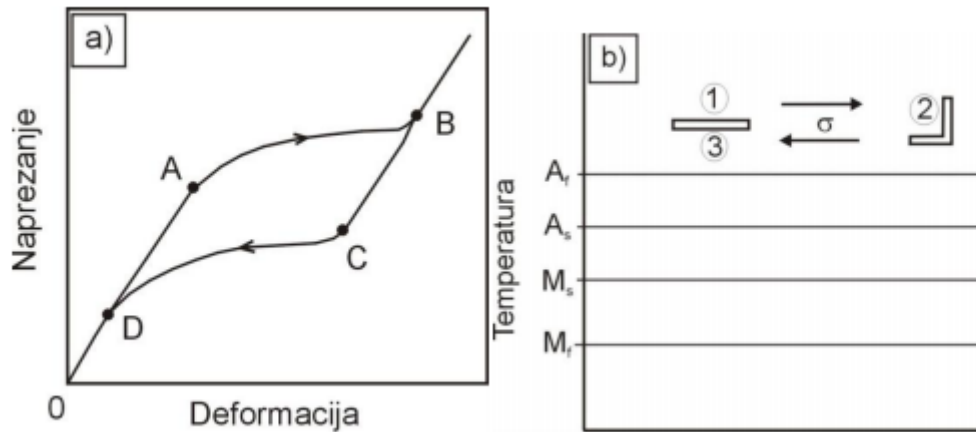
### 2.1.2.3. Višestruki efekt prisjetljivosti oblika

Razvitkom legura s prisjetljivosti oblika dolazi i do razvoja višestrukog efekta prisjetljivosti oblika. Naime, nakon programiranja materijal s prisjetljivosti oblika ima jedan ili više međuoblika tijekom oporavka od trenutačnog do polaznog oblika. Nadalje, dokazano je da je upravo višestruki efekt svojstvo svih polimera s prisjetljivosti oblika [1].

### 2.1.3. Pseudoelastičnost, superelastičnost i “rubber – like” ponašanje

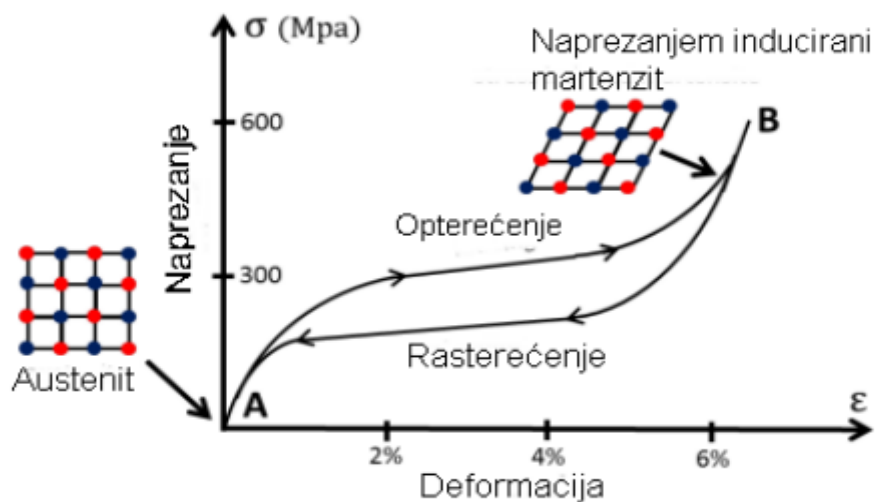
Sposobnost materijala da uz djelovanje termomehaničkog opterećenja nastaje martenzitna faza nazivamo pseudoelastičnost. Do nastajanja martenzitne faze primjenom termomehaničkih opterećenja dolazi iz austenitne faze te martenzit koji je nastao je induciran pri konstantnoj temperaturi, što u poslijetku dovodi do stvaranja naprežanja tijekom opterećenja. Nakon stvaranja naprežanja tijekom opterećenja dolazi do oporavka nakon rasterećenja na temperaturama iznad  $A_f$ . Proces se odvija na visokim temperaturama gdje postoji stabilna faza austenita. Pod primjenjenim opterećenjem se razvija u naprežanjem inducirani martenzit, te se na kraju opet vraća u austenitnu fazu gdje više nema martenzita. Slika 6 prikazuje dijagram naprežanja i deformacije. Navedena svojstva se dobiju mehaničkim ispitivanjem legura na konstantnoj temperaturi [1, 4].

Za vrijeme izvođenja mehaničkog ispitivanja, zbog prisutnosti mehaničkog opterećenja dolazi do pojave elastične deformacije sve dok se ne dostigne kritična vrijednost točke A. Tada započinje transformacija austenita u martenzit, što znači povećanje udjela martenzita. Kada se sastav mikrostrukture u potpunosti sastoji od naprežanjem inducirano martenzita dolazi do završetka transformacije u točki B. Do elastičnog oporavka dolazi između točke C i točke D, a reverzibilna transformacija austenita u martenzit se odvija između točke C do točke D [1, 4].



Slika 6. Dijagram naprežanje – deformacija i pseudoelastičnost [1]

Superelastičnost se odnosi na transformaciju faze u čvrstom stanju koja je povezana s transformacijom legura s prisjetljivosti oblika. Tijekom procesa naprežanje se primjenjuje na legure s efektom prisjetljivosti iznad  $A_f$  temperature. Prvotno dolazi do linearno elastičnog ponašanja austenita, a kako se opterećenje povećava tako dolazi do pretvorbe u martenzit (A do B). Novonastala varijanta daje maksimalnu deformaciju u smjeru naprežanja. Prestankom djelovanja naprežanja uzorak se transformira u svoj prvotni oblik tj. austenit (B do A), s čijom pojavom dolazi do nestanka deformacije [11]. Slika 7 prikazuje superelastično ponašanje legura s efektom prisjetljivosti oblika na dijagramu naprežanje – deformacija ispod temperature završetka austenitne transformacije. Iz slike 7 je vidljivo superelastično ponašanje gdje se austenit pod utjecajem naprežanja dovodi do inducirano martenzita, a prestankom se vraća u austenit.



Slika 7. Superelastično ponašanje legura s efektom prisjetljivosti oblika prikazano na dijagramu naprežanje-deformacija [11]

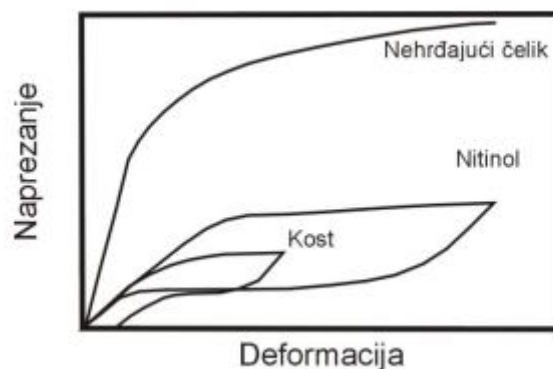
Poznato pod nazivom „rubber – like“ svojstvo legure označava deformaciju martenzita kojoj je primarni zadatak kretanje granica dvojnika. Deformacija martenzita je znatno veća od stvarno eleastične deformacije, no ključni čimbenik je taj da je manja od pseudoelastične deformacije [1].

## 2.2. Legure s efektom prisjetljivosti oblika

Legure s prisjetljivosti oblika predstavnici su skupine materijala koji imaju svojstvo „pamćenja“ oblika. Legure s prisjetljivosti oblika nam predstavljaju nove materijala s posve novim svojstvima. Da bi uopće došlo do mogućnosti pamćenja oblika potrebna je prisutnost reverzibilne transformacije austenita u martenzit. Potrebna transformacija se dobije mehaničkim ili toplinskim putem, ovisno o potrebi i svojstvima [12]. U današnje vrijeme legure s efektom prisjetljivosti oblika bilježe značajni porast, no zbog svoje cijene i nedostatka svojstva, samo je određena skupina pronašla svoje mjestu u različitim granama industrije. Legure s efektom prisjetljivosti oblika dijele se na nekoliko značajnih grupa, a to su legure na bazi nikla, na bazi bakra, na bazi željeza te na bazi plemenitih metala [3].

### 2.2.1. Legure s efektom prisjetljivosti oblika na bazi nikla (nitinol)

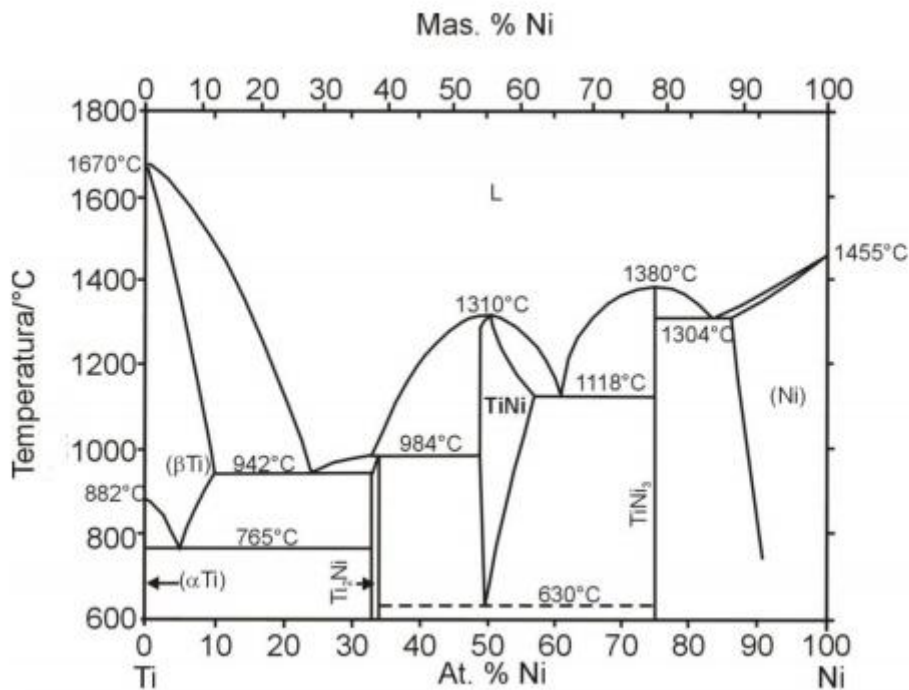
Dobra termomehanička i termoelektrična svojstava čine legure s prisjetljivosti oblika na bazi nikla najčešće korištenim u današnje vrijeme. Poznate još pod nazivom nitinol (NiTi) danas su najpoznatije i najupotrebljivije legure s prisjetljivosti oblika. Mehanička svojstva, biokompatibilnost i korozijska otpornost samo su neke od karakteristika koje posjeduju legure s prisjetljivosti oblika na bazi nikla. Najznačajniju primjenu navedene legure su ostvarile u medicini, točnije u proizvodnji implantata. Značajna činjenica je i više nego povoljan Youngov modul elastičnosti koji je znatno veći od Youngovog modula ljudske kosti, no i dalje je mnogo manji nego kod ostalih legura [1]. Slika 9 prikazuje usporedbu krivulje naprezanje – deformacija s nehrđajućim čelikom, NiTi legure te ljudske kosti. Iz slike 9 nam je vidljivo simultano ponašanje NiTi legure i ljudske kosti.



Slika 8. Shematski usporedba krivulje naprezanje – deformacija za nehrđajući čelik, NiTi legure i ljudske kosti [1]



Temperatura faznih transformacija kod NiTi legura iznosi između  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  do  $+100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , a ovise o kemijskom sastavu i sadržaju nikla u leguri. Pomoću faznih dijagrama tumači se stabilnost određene faze. Na slici 9 je prikazan fazni dijagram NiTi legure s prisjetljivosti oblika. Visokotemperaturna austenitna faza ima kubičnu strukturu B2. Do nastajanja faze NiTi s tipom strukture B2 dolazi hlađenjem na sobnoj temperaturi. Značajan parametar faznog dijagrama je upravo središnji dio (TiNi) između faza  $\text{Ti}_2\text{Ni}$  i  $\text{TiNi}_3$ . Također je potrebno napomenuti kako bi došlo do efekta prisjetljivosti oblika potrebno je u završnom dijelu procesa izrade provesti postupak hladne plastične prerade [1, 8].



Slika 9. Fazni dijagram slitine NiTi s efektom prisjetljivosti oblika [13]

### 2.2.2. Legure s efektom prisjetljivosti oblika na bazi željeza

Legurama na bazi željeza ekonomičnu prednost daje niska cijena legirajućih elemenata i lakoća proizvodnje. Navedene legure su također poznate i pod nazivom "čelik s prisjetljivosti oblika" i uključuju FePt, FePd, FeMnSi, FeMnAl, FeNiC i FeNiCoTi. Legure s prisjetljivosti oblika na bazi željeza imaju znatno manji raspon prisjetljivosti oblika naspram legura na bazi nikla i bakra. Legure s prisjetljivosti oblika na bazi željeza pokazuju veliku transformacijsku histerezu te im je zbog toga znatno smanjeno područje primjene. Što se tiče samog procesa i njegove isplativosti, važno je da razina troškova proizvodnje bude na identičnoj razini kao i proizvodnja ugljičnog čelika. Legure s prisjetljivosti oblika na bazi željeza podvrgavaju se i termoelastičnoj i termoneelastičnoj transformaciji iz austenitne strukture u martenzitnu strukturu zavisno o sastavnim elementima legure [8].

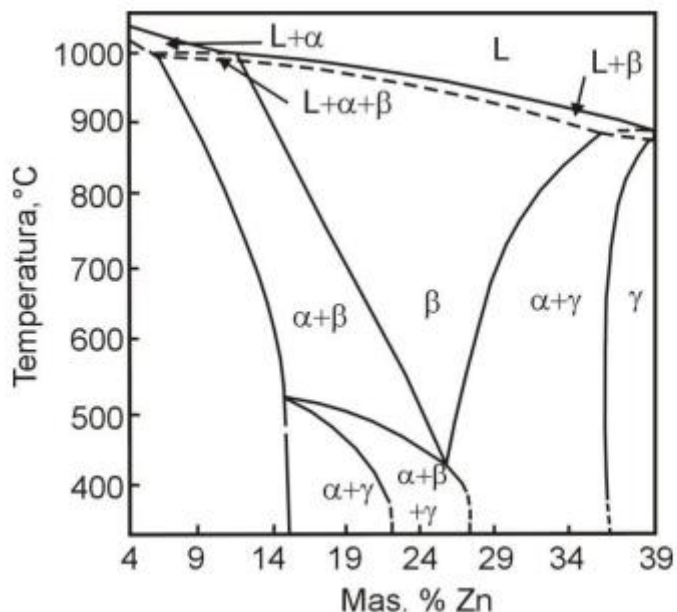
### 2.2.3. Legure s efektom prisjetljivosti oblika na bazi bakra

Kako smo već naveli, NiTi legure s prisjetljivosti oblika su kvalitetne i često primjenjivane legure trenutno na industrijskom tržištu, no zbog svoje visoke cijene dolazi do primjene drugih legura s drugačijim baznim svojstvima. Prva zamjena za skupocijene NiTi legure s prisjetljivosti oblika su legure na bazi bakra. Pored karakteristika poput izvrsne toplinske i električne vodljivosti treba napomenuti i visokotemperaturnu stabilnu  $\beta$ -fazu. Legure s prisjetljivosti oblika na bazi bakra proizvodimo od znatno jeftinijih materijala. Još jedna značajna prednost između navedenih naspram nitinol legura je što pokazuju znatno manju histerezu, a temperature faznih transformacija jako ovise o kemijskom sastavu. Nekada su potrebne precizne promjene kemijskog sastava od  $10^{-3}$  do  $10^{-4}$  at.%, a da bi se mogla postići izvodljiva temperatura transformacije u rasponu od 5 °C. Napoznatije i industrijski komercijalno dostupne legure s prisjetljivosti oblika na bazi bakra su CuZnAl, CuAlNi i CuAlMn [4, 14].

#### 2.2.3.1. CuZnAl legura s prisjetljivosti oblika

CuZnAl je komercijalna legura dobre duktilnosti i velike otpornosti prema intergranularnom lomu. Značajna sposobnost ovih legura je transformacija u martenzitnu fazu na temperaturama ispod sobne temperature. Sastav navedene legure čini 15-30 % Zn, 3-7 % Al, a ostatak sačinjava bakar. Cink primjenjujemo zbog niske ekonomske vrijednosti te široke primjene i dostupnosti na tržištu. Dodavanjem aluminijske legure znatno povećavamo temperaturnu transformaciju. Velika prednost ovih legura su iznimno jeftini resursi. Naime, legure CuZnAl pokazuje dvosmjerni mehanizam za SME te su također osjetljive na toplinsku obradu. Pored svih kvalitetnih svojstava treba još napomenuti podnošljivost mehaničkog opterećenja do 200 MPa zbog niskog kritičnog naprezanja tijekom klizanja te izvrsnu pseudoelastičnost dok im oporavak istežnja nakon deformacije iznosi oko 3-4 %. Pored nadasve kvalitetnih i značajnih svojstava treba napomenuti nedostatke, a to su dugoročno cikliranje na sobnoj temperaturi što dovodi do stabilizacije martenzita, povećanja temperaturne transformacije i degradacije prisjetljivosti oblika [4, 13].

Slika 10 prikazuje fazni dijagram ternarne CuZnAl legure pri vertikalnom presjeku kod 6 mas.% Al. Visokotemperaturna  $\beta$ -faza je neuređene strukture prostorno centrirane kubične rešetke, gdje nakon brzog hlađenja u sobnoj temperaturi nastaje složena struktura koja se dalje transformira u martenzit [13].



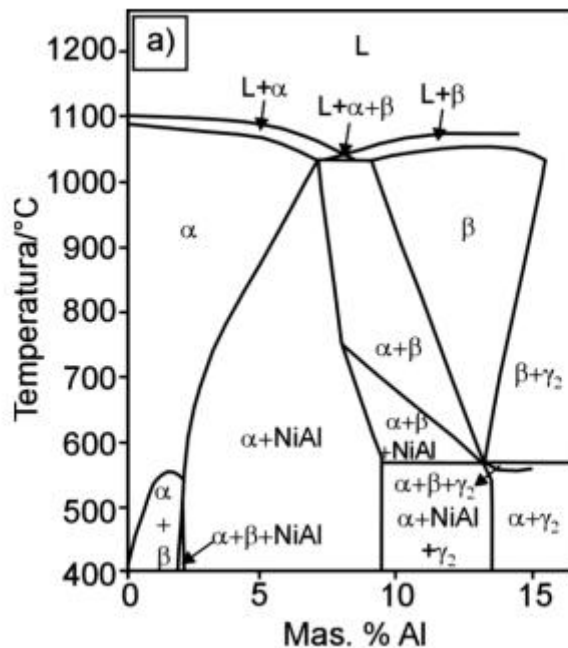
Slika 10. Ravnotežni fazni dijagram ternarne legure CuZnAl s vertikalnim presjekom kod 6 mas.% Al [13]

### 2.2.3.2. CuAlNi legura s prisjetljivosti oblika

Ekonomski gledano, legure CuAlNi zauzimaju značajan dio primjene u raznim granama industrije zbog svoje niske cijene i znatno lakše proizvodnje naspram NiTi legura. Postupak taljenja provodimo u vakuum indukcijskim pećima uz zaštitu atmosfere inertnog plina, kako bi se spriječila oksidacija aluminija. Postupak metalurgije praha i tehnologije očvršćivanja primjenjuje se za proizvodnju sitnozrnatih legura pri čemu se upotrebljavaju elementi za usitnjavanje zrna. Polikristalne legure nastale konvencionalnim putem vrlo su krhke, što je povezano s velikom elastičnom anizotropijom i krupnozrnatom mikrostrukturom. Pseudoelastičnost i efekt prisjetljivosti oblika ovise o kemijskom sastavu. Karakteristične temperature martenzitnih transformacija legure CuAlNi su od  $-200$  do  $200$  °C i ovise o udjelu aluminija i nikla, pri čemu treba naglasiti da je znatno utjecajniji aluminij. Nakon kaljenja dolazi do starenja efekta prisjetljivosti oblika te kako bi se izbjeglo starenje potrebna je optimizacija mehaničkih svojstava i toplinske stabilnosti, te prilagodba i stabilizacija temperature martenzitne transformacije [13].

Jednosmjerni efekt prisjetljivosti oblika kod CuAlNi legure je oko 4 %, a dvosmjerni oko 1,5 %. Najveći nedostatak CuAlNi legura je mali efekt reverzibilne transformacije, što dovodi do interkristalnog loma već pri niskom opterećenju [15].

Slika 11 prikazuje ravnotežni dijagram CuAlNi legura pri vertikalnom presjeku od 3 mas.% Ni, gdje u ravnotežnom stanju pri temperaturi od  $565$  °C i 11,8 % Al  $\beta$ -faza s prostorno centriranom kubičnom rešetkom raspada u  $\alpha$ -fazu i na  $\gamma_2$ -fazu [13].



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

### 2.2.3.3. CuAlMn legura s prisjetljivosti oblika

Iznimno važna legura na bazi Cu je svakako CuAlMn legura s prisjetljivosti oblika. Iskorak u primjeni doživjela je u modernoj industriji zbog sve veće potrebe za legurama sa sposobnošću prigušenja vibracije i velikom čvrstoćom. Duktilnost, sposobnost prigušenja vibracije, niska cijena proizvodnje, samo su neke od povoljnih karakteristika navedenih legura. CuAlMn legure s malim sadržajem aluminija (manjim od 18 at. %) pokazuju bolju duktilnost i lakše oblikovanje zbog formiranja strukture s niskim stupnjem uređenosti. Također treba napomenuti kako je efekt prisjetljivosti oblika i superelastično istežanje manje od 2 %. Dodatkom 8 at. % Mn i 17 at. % Al u binarnom području legure dolazi do bolje kontrole veličine zrne i sastava legure. CuAlMn legura ima dvosmjerni efekt prisjetljivosti oblika. Dodavanjem Ni leguri CuAlMn dolazi do poboljšanja superelastičnosti i sitnozrnate mikrostrukture, dok se recimo dodavanjem mangana također postiže superelastičnost no i znatno veća duktilnost. Na temperaturi oko 300 °C prilikom starenja dolazi do značajnog porasta čvrstoće [16, 17].

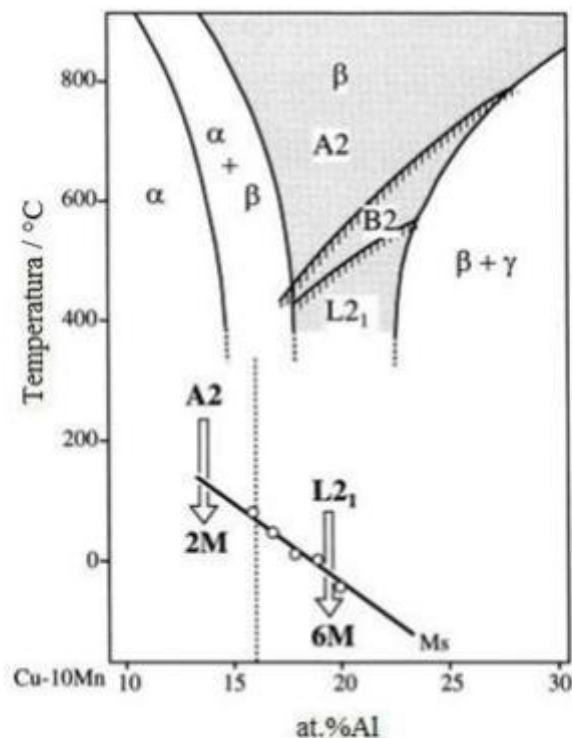
Proširenje  $\beta$ -faze postizemo dodavanjem mangana u ternarnu leguru CuAlMn. Sadržaj aluminija uvelike utječe na temperaturu faznih transformacija. Smanjenjem sadržaja aluminija poboljšavamo svojstva hladne obrade jer dolazi do smanjenja temperaturne transformacije. Kako znamo da je efekt prisjetljivosti oblika kod legura na bazi bakra određen količinom martenzita, debljina pločice martenzita glavni je čimbenik u prigušenju vibracija. Efekt prisjetljivosti oblika kod navedene legure opada proporcionalno pri 16 at. %, Al, ali i manjim, što u poslijetku rezultira neuređenom A2 strukturom. Legure koje karakteriziraju kvalitetna svojstva poput dobre obradivosti i efekta prisjetljivosti oblika je Cu – 17 at.% Al – (10-13) at.% Mn. Zbog prilagođavanja temperature početku stvaranja martenzita, sadržaj mangana

iznosi 10-13 at. %. Pored CuAlMn legure treba napomenuti i ostale legure s efektom prisjetljivosti oblika, prikazane u tablici 1. Iz navedene tablice vidljivo je kako legura CuAlMn ima bolju sposobnost hladne obrade naspram drugih legura što uvelike poboljšava kvalitetu proizvodnje. Nadalje, pored poboljšanja proizvodnje treba istaknuti i superelastičnost koja ne ovisi o temperaturi te ima znatno stabilnije ponašanje [18].

Tablica 1. Prikaz razlike između CuAlMn legure i ostalih legura s prisjetljivosti oblika [18]

Legure s prisjetljivosti oblika	Maksimalna hladna obradljivost (%)	Superelastično istežanje (%)	Temperaturna ovisnost superelastičnog naprežanja (MPa/°C)
CuZnAl	30	2	-
NiTi	30	8	5,7
CuAlMn	> 60	7,5	2,4

CuAlMn legura s prisjetljivosti oblika karakterizira dobra obradivost hladnom deformacijom sa smanjenim stupnjem uređenosti L21 faze. Kako bi došlo do željene hladne deformacije udio mangana treba biti iznad 8 at. %, a aluminija ispod 18 at. % te također treba istaknuti kako se prilikom obrađivanja ne gubi efekt prisjetljivosti oblika i pseudoelastičnost. Dodavanjem srebra CuAlMn leguri povećava se kvaliteta hladne obradivosti. Duktilne CuAlMn legure s prisjetljivosti oblika razvijaju se kontroliranjem stupnja uređenosti  $\beta$ -faze [19, 20]. Na slici 12 je prikazan fazni dijagram sustava CuAlMn (10 at. % Mn). Iz slike 12 je vidljivo proširenje jednofaznog područja te pojava  $\alpha + \beta$  mikrostrukture.



Slika 12. Vertikalni presjek faznog dijagrama sistema CuAlMn (10 at. % Mn) i martenzitnih transformacijskih temperatura [19]

### **2.3. Primjena legura s prisjetljivosti oblika**

Krajem prošlog stoljeća, legure s prisjetljivosti oblika dosežu vrhunac svoje praktičnosti i primjene. Velik broj inženjera i znanstvenika je kroz zadnjih par desetljeća razvilo pretvaranje toplinske energije u mehanički rad kod istoimenih legura [5].

U današnje vrijeme legure s prisjetljivosti oblika svoju primjenu nalaze skoro na svakome koraku. Razlog tome je njihov efekt prisjetljivosti oblika, odlična pseudoelastičnost i naspram drugih legura superiornija svojstva poput biokompatibilnosti, korozijske otpornosti, biofunktionalnosti, duktilnosti, povoljnih mehaničkih svojstava te brz oporavak oblika. No u početnim faza svoga razvoja značajnu primjenu ostvaruju u primjeni kao spojnice za cijevi i prekidače te u vojnoj i zrakoplovnoj industriji. Legure s prisjetljivosti oblika radi svojih karakteristika dominiraju tržištem, posebice legure nitinola koje su svoj značajan trag ostavile u industrijskim granama poput biomedicine, zrakoplovne te automobilske industrije [13].

Pored strukturne i komercijalne koristi, zbog svojih izvrsnih mehaničkih svojstava, prvobitne žilavosti, svoju primjenu pronalaze u ostalim granama industrije kao što su:

- biomedicinska industrija (izrada implantana i proteza),
- nuklearna industrija (izrada cijevi),
- aeronautika (reduciranje šuma te uklanjanje i filtriranje štetnih frekvencija),
- svemirska tehnika (razvoj antena),
- urarstvo (opruge s prisjetljivosti oblika za izradu satova) [13].

### 3. EKSPERIMENTALNI DIO

#### 3.1. Lijevanje u kokilu

Kod lijevanja u kalupe najčešće se koristi dvodjelni metalni kalup. Kokila je oblikovana tako da je namijenjena za lagano otvaranje i zatvaranje prije i nakon upotrebe. Materijal za kokilu je većinom čelik ili sivi lijev koji se koristi za lijevanje legura nižeg tališta poput aluminija, bronce, mjeda, magnezija. U nekim rijetkim slučajevima materijal može biti vodootporni materijal koji se pretežno koristi za lijevanje čelika. Postupci lijevanja u kokile dijele se na:

- lijevanje u polukrutom stanju,
- niskotlačno lijevanje,
- vakuumski lijev,
- tlačni lijev,
- centrifugalni lijev [21].

Metali koji se lijevaju u kokile su aluminij, magnezij, legure bakra te sivi lijev. Postupak lijevanja u kokile započinje toplinskim zagrijavanjem kokile, te nakon što zagrijemo kokilu počinje faza prskanja i premazivanja kalupa. Nakon što kokila bude u potpunosti premazana počinje treći korak, a to je lijevanje i skrućivanje. Završna faza je otvaranje kokile i vađenje odljevka [21].

Prednosti lijevanje u kokile je dobra dimenzijska točnost i kvaliteta površine te sitnozrnata struktura uslijed brzog skrućivanja. Kod lijevanja u kokile nailazimo na određene nedostatke, prvenstveno ekonomske. Prvenstveno zbog skupoće kalupa, a zatim i zbog same nemogućnosti izrade odljevaka velike složenosti oblika. Pod nedostatak se također smatra sama obradivost legura nižeg tališta. Najznačajnija primjena je za kućišta pumpi, odljevke u zrakoplovnoj industriji, klipove motora te kućišta projektila [21].

Ispitivana legura CuAlMn dobivena je taljenjem tehnički čistih elemenata bakra (99,99%), aluminija (99,99%) i mangana (99,8%) u vakuum indukcijskoj peći. Lijevanje je provedeno na Strojarskom fakultetu Sveučilišta u Mariboru, Slovenija. Ciljani kemijski sastav je Cu – 8.6%, Al – 9,9% Mn (mas.%). Legura je lijevana u ingot mase cca 15 kg klasičnim lijevanjem u grafitnu kokilu. Slika 13 prikazuje dobiveni ingot ispitivane CuAlMn legure .



Slika 13. Fotografija ingota ispitivane CuAlMn legure

### **3.2. Toplinska obrada CuAlMn legure**

Nakon što je završena prva faza tj. lijevanje u kokilu, uzet je uzorak CuAlMn legure za toplinsku obradu. Lijevani uzorak odrezan je od ingota prikazanog na slici 13 veličine 15x15mm. Toplinska obrada CuAlMn legure provedena je u elektrootpornoj peći. Postupak toplinske obrade sastoji se od žarenja na temperaturi od 900 °C u vremenskom periodu od 15 minuta. Nakon toga uzorak je ohlađen u vodi sobne temperature. Slika 14 prikazuje peć za žarenje i posudu za hlađenje uzorka.





Slika 14. Fotografija peći za toplinsku obradu i posude za hlađenje uzoraka

### 3.3. Metalografska priprema uzorka

Uzorak za metalografsku analizu odrezan je na dimenzije 10x10mm na uređaju za rezanje prikazanom na slici 15a. Nakon rezanja uzorci u lijevanom i toplinski obrađenom stanju ulažu se u vodljivu karbonsku masu Conductomet postupkom vrućeg prešanja. Postupak je provoden na uređaju Buehler Simplimet 1000, prikazanom na slici 15b.



(a)



(b)

Slika 15. Fotografija uređaja za rezanje (a) i uređaja za vruće prešanje, Buehler Simplimet 1000 (b)

Nakon vrućeg prešanja započinje faza brušenja uzorka. Postupak brušenja se provodi na uređaju Buehler Phoenix Beta, prikazanom na slici 16. Brušenje se provodi brusnim papirima različite granulacije (400, 600, 800, 1000, 1200) uz konstantno hlađenje i ispiranje vodom. Uzorak je brušen po 2 minute na brzini od 150 okreta/minuti te opterećenjem od 10N na svakoj od navedenih granulacija. Nakon završetka brušenja uzorak je temeljito ispran i stavljen na poliranje. Poliranje se provodi na istom uređaju s tkaninom i vodenom otopinom glinice ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), veličine čestica  $0,3 \mu\text{m}$ . Faza poliranja traje 4 minute nakon koje se dobije zrcalan izgled površine uzorka. Prije optičke mikroskopije uzorak je nagrižen otopinom koja se sastoji od 2,5 g  $\text{FeCl}_3$ , 48 ml metanola i 10 ml HCl u trajanju od 5 sekundi.



Slika 16. Fotografija uređaja za brušenje i poliranje, Buheler Phoenix Beta

### 3.4. Optička mikroskopija

Pomoću optičke mikroskopije određuju se višefazne makroskopske i/ili polikristalne nepravilnosti. Optički mikroskop se koristi vidljivom svjetlošću i sustavom leća za dobivanje uvećane slike predmeta. Pomoću refleksije svjetlosti sa površine uzorka optički mikroskop provodi ispitivanje. Tijekom ispitivanja s optičkim mikroskopom možemo proučavati granice faza, greške mikrostrukture, fizikalne nečistoće, faze nastale tijekom skrućivanja itd [23]. Optička mikroskopija uzorka CuAlMn legure provedena je na uređaju Olympus GX51 pri povećanjima 50x, 100x, 200x i 500x.



Slika 17. Fotografija optičkog mikroskopa Olympus GX51

### 3.5. Pretražna elektronska mikroskopija

Pretražni elektronski mikroskop (SEM) radi na principu skeniranja površine ispitivanog uzorka s preciznim i fokusiranim snopom elektrona. Uzorak koji se ispituje se nalazi unutar mikroskopske komore, dok katoda smještena u emisijskoj komori predstavlja izvor elektrona. Elektrone u uzorku pobuđuje snop elektrona iz katode. Magnetske leće usmjeravaju elektrone na površinu uzorka tijekom provođenja samog ispitivanja. Da bi dobila željena slika koriste se razni efekti koji nastaju tijekom udaranja elektrona od površinu uzorka [24].

Pored pregleda površine, veliki broj elektronskih mikroskopa opremljen je i sa sustavom za energetske disperzijske spektrometriju (EDS). Za vrijeme izbijanja elektrona iz elektronskog omotača atoma, dolazi do stvaranja „praznog mjesta“. To prazno mjesto se popuni elektronom iz druge elektronske ljuske više energije. Tijekom „skoka“ elektrona dolazi do emitiranja kvanta energije ili X – zraka. Novonastala energija zračenja karakteristična je za svaki kemijski element. Naime, vrstu zračenja upravo detektiramo pomoću EDS detektora (*engl. Energy Dispersive Spectrometer*). EDS pretežno koristimo za određivanje kemijskog sastava uzorka na principu emitiranja X – zraka [24].

Mikrostrukturna karakterizacija ingota CuAlMn legure provedena je na pretražnom elektronskom mikroskopu TESCAN VEGA 5136. Obradeni uzorci su snimljeni pri povećanjima 200x, 500x, 1000x, 2000x.

### 3.6. Ispitivanje mikrotvrdoće

Ispitivanje mikrotvrdoće u ovom završnom radu provedeno je Vickersovom metodom. Navedena metoda se bazira na principu utiskivanja dijamantne četverostrane piramide u ispitivani uzorak. Rezultati se dobiju tako da se mjere dijagonale utisnute piramide u uzorku.

Ispitivanje tvrdoće CuAlMn legure provedeno je na tvrdomjeru Leica VHMT. Tijekom ispitivanja sila koja je primjenjena iznosila je 9,804 N u vremenskom intervalu utiskivanja od 10 sekundi. Potrebne dijagonale za dobivanje željenih rezultata su mjerene pri povećanju mikroskopa od 100x. Slika 17 prikazuje tvrdomjer Leica VHMT na kojem je provedeno ispitivanje mikrotvrdoće.



Slika 18. Fotografija tvrdomjera Leica VHMT

## 4. REZULTATI I DISKUSIJA

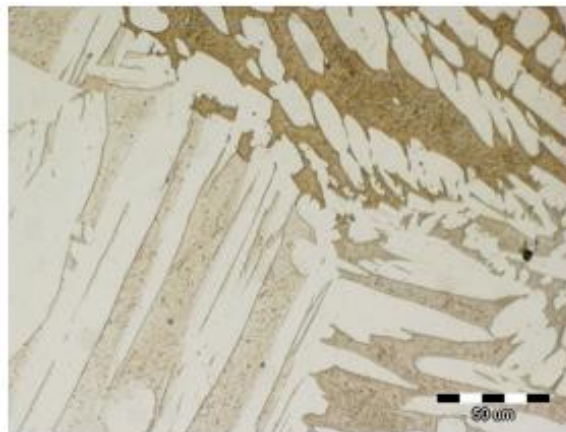
### 4.1. Mikrostrukturalna karakterizacija CuAlMn legure nakon lijevanja

#### 4.1.1. Rezultati optičke mikroskopije CuAlMn legure nakon lijevanja

Optička mikroskopija provedena je na uzorcima CuAlMn legure u lijevanom stanju. Na slici 19 prikazane su optičke mikrografije CuAlMn legure nakon lijevanja pri povećanjima od 100x i 500x. Lijevana mikrostruktura se sastoji od jasno vidljive dvofazne ( $\alpha + \beta$ ) mikrostrukture s vidljivim granicama zrna.



a)



b)

Slika 19. Optička mikrografija CuAlMn legure u lijevanom stanju pri povećanjima 100x (a) i 500x (b)

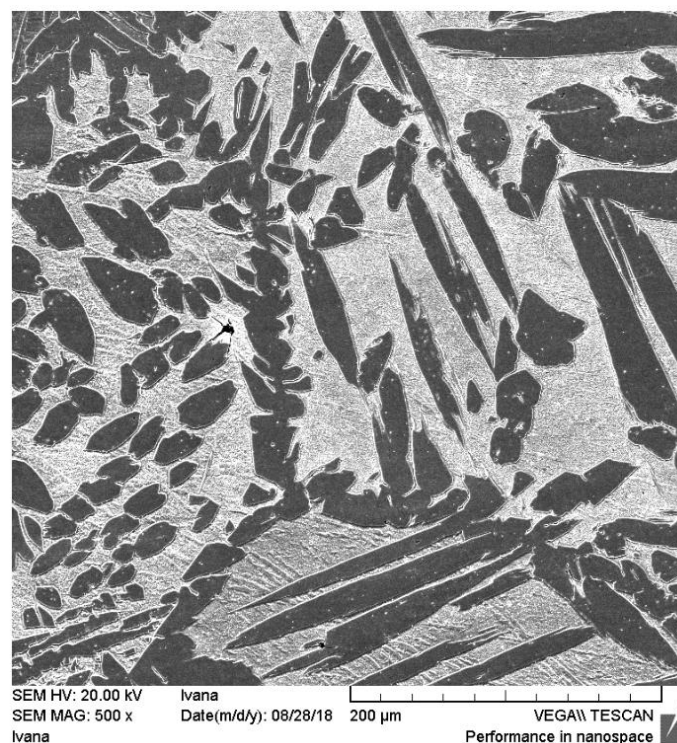
#### 4.1.2. Rezultati SEM analize CuAlMn legure u lijevanom stanju

Radi detaljnije analize mikrostrukture i kontrole kemijskog sastava provedena je pretražna elektronska mikroskopija opremljena s energetske disperzijskim spektrometrom. Slika 20 prikazuje SEM mikrografije pojedinih mikrostrukturnih konstituenta CuAlMn legure s prisjetljivosti oblika u lijevanom stanju pri povećanjima od 500x i 2000x. Navedene SEM

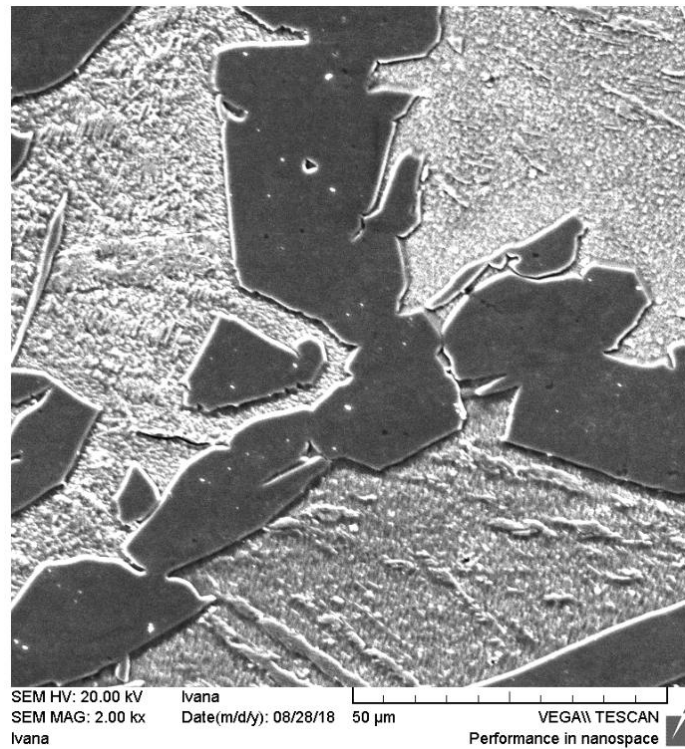
mikrografije potvrđuju dvofaznu mikrostrukturu. Vidljiva je ( $\alpha + \beta$ ) faza bez prisutnosti martenzitne faze. Dvofazna mikrostruktura ( $\alpha + \beta$ ) zamijećena je i na Cu – 8,3%Al – 9,4%Mn (mas.%) leguri dobivenoj lijevanjem u bakrene kokile na vakumskoj elektrolučnoj peći [25].

Slika 21 prikazuje SEM mikrografiju i pripadajući EDS spektar pozicije 1 CuAlMn legure s prisjetljivosti oblika u lijevanom stanju. U tablici 2 prikazan je kemijski sastav za pozicije označene na slici 21a.

EDS analizom dobiven je kemijski sastav na tri različite pozicije (slika 21a). Može se zamjetiti da dolazi do određene razlike u kemijskom sastavu između  $\alpha$  (pozicija 1 i 2) i  $\beta$ -faze (pozicija 3). Pozicija 1 i 2 ( $\alpha$ -faza) pokazuje sadržaj bakra od 84,75 – 85,22 %, aluminija 6,01 – 6,11 % i mangana 8,67 – 9,23 %. Pozicija 3 ( $\beta$ -faza) pokazuje manji udio bakra (80,24%) u odnosu na poziciju 1 i 2 te veći udio aluminija (8,54%) i mangana (11,23%).

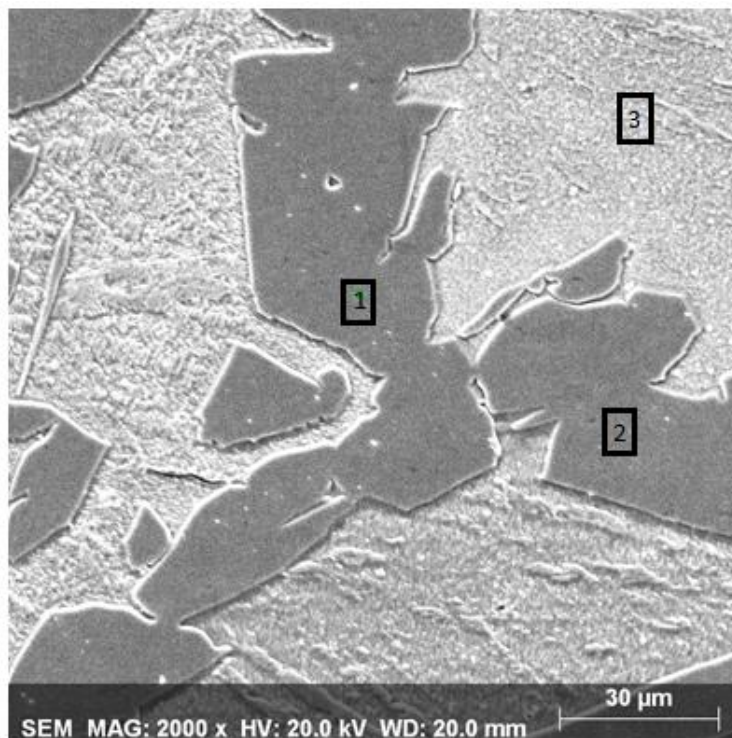


a)



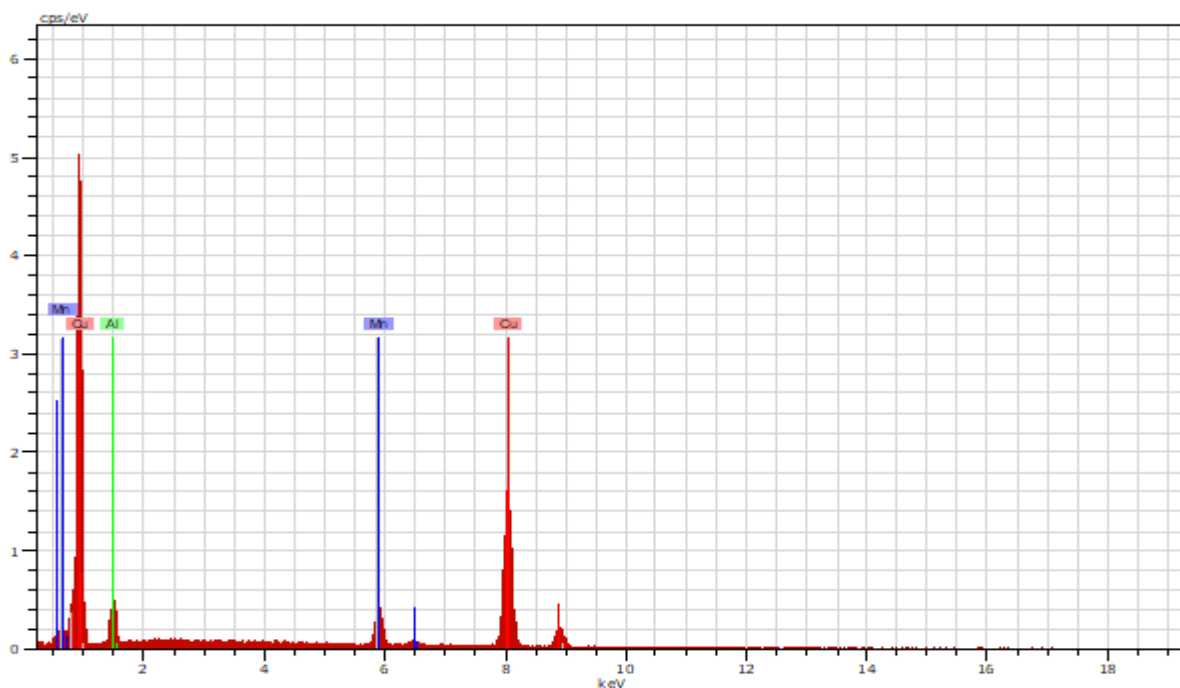
b)

Slika 20. SEM mikrografije CuAlMn legure u lijevanom stanju pri povećanjima 500x (a) i 2000x (b)



a)





b)

Slika 21. SEM mikrografija CuAlMn legure s prisjetljivosti oblika u lijevanom stanju (a) i energetsko disperzijski spektar – pozicija 1 (b)

Tablica 2. Kemijski sastav pozicija označenih na slici 20a, mas. %

Lijevano stanje	Cu	Al	Mn
Pozicija 1	85,22	6,11	8,67
Pozicija 2	84,75	6,01	9,23
Pozicija 3	80,24	8,54	11,23

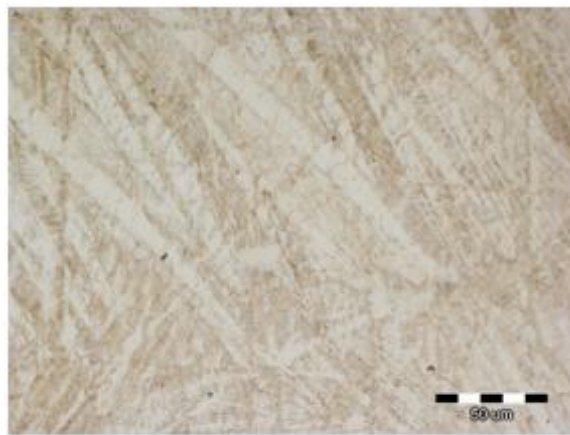
## 4.2. Mikrostrukturna karakterizacija CuAlMn legure nakon toplinske obrade

### 4.2.1. Rezultati optičke mikroskopije CuAlMn legure nakon toplinske obrade

Nakon toplinske obrade uočene su odgovarajuće promjene u mikrostrukтури CuAlMn legure. Slika 22 prikazuje optičku mikrografiju CuAlMn legure nakon toplinske obrade pri povećanjima 100x i 500x. Dvofazna struktura ( $\alpha + \beta$ ) koja je zamijećena nakon lijevanja, nakon toplinske obrade se potpuno transformirala u martenzit. Prema literaturi [22] preduvjet da bi se nakon toplinske obrade dobila martenzitna mikrostruktura legura mora biti u  $\beta$ -faznom području. Legure na bazi bakra karakterizira jednofazna martenzitna mikrostruktura koja je značajan uvijet za pseudoelastično ponašanje. Da bi se dobila željena monofazna struktura potrebno je ukloniti  $\alpha$ -fazu zagrijavanjem na određenu temperaturu u  $\beta$ -faznom području kako bi se naglim hlađenjem dobio martenzit. Iz priloženih mikrosnimaka vidljiva je promjena u veličini zrna koja je znatno veća naspram veličine zrna u lijevanom stanju.



a)

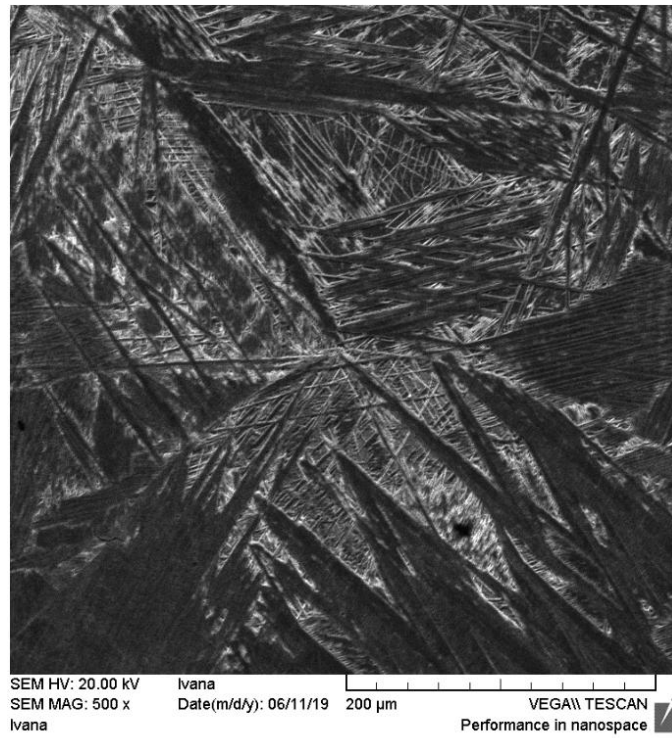


b)

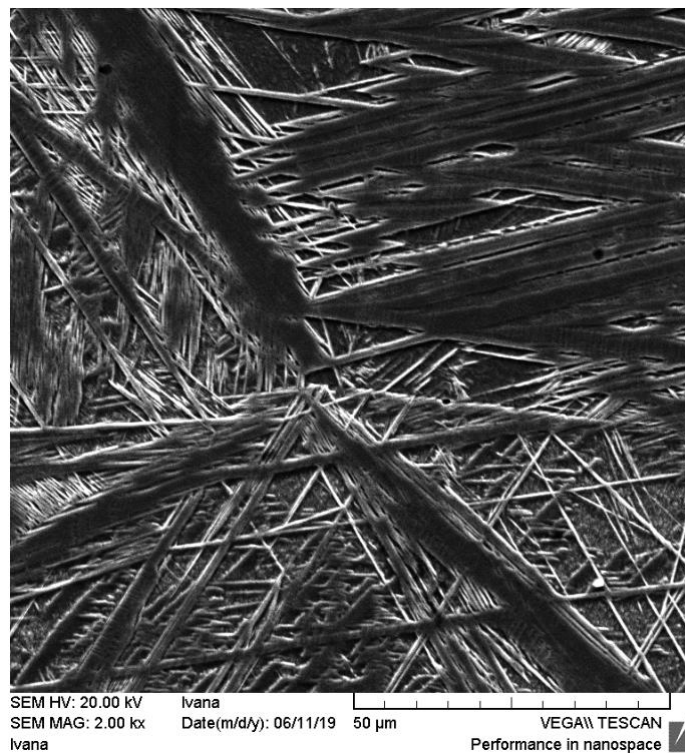
Slika 22. Optičke mikrografije CuAlMn legure nakon toplinske obrade pri povećanjima 100x (a) i 500x (b)

#### 4.2.2. Rezultati SEM analize CuAlMn legure nakon toplinske obrade

Mikrostrukturne promjene zamijećene optičkom mikroskopijom kao i kod ljevnog uzorka, detaljnije su analizirane pretežnom elektronskom mikroskopijom. Treba napomenuti kako nakon toplinske obrade uočavamo martenzitnu mikrostrukturu i pretražnom elektronskom mikroskopijom, slika 23. Rezultati su također prikazani pri povećanjima 500x i 2000x. Vidljiva je igličasta morfologija martenzita s manjim udjelom martenzita V – oblika. Slika 24 prikazuje SEM mikrografiju CuAlMn legure s prisjetljivosti oblika nakon toplinske obrade i EDS spektar pozicije 1 označene na slici. EDS analizom vidljive su male razlike u kemijskom sastavu za sve analizirane pozicije (slika 24a). Nakon toplinske obrade sadržaj Cu je između 82,71 %-85,42 %, Al 7,36 %-7,49 %, dok sadržaj Mn iznosi 9,93 %-9,94 %. Naspram kemijskog sastava u lijevanom stanju, očitavamo homogeniji kemijski sastav karakterističan za jednofaznu martenzitnu mikrostrukturu.

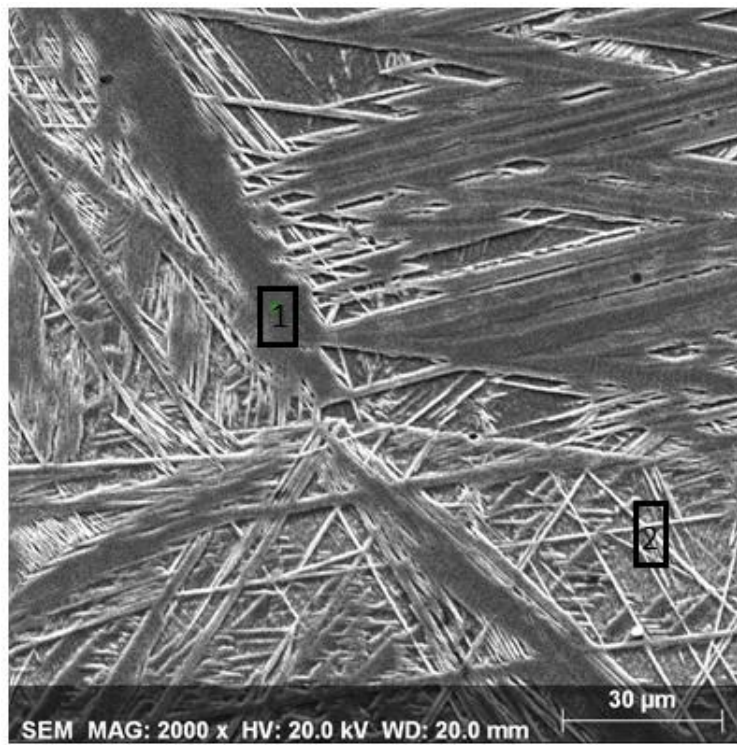


a)

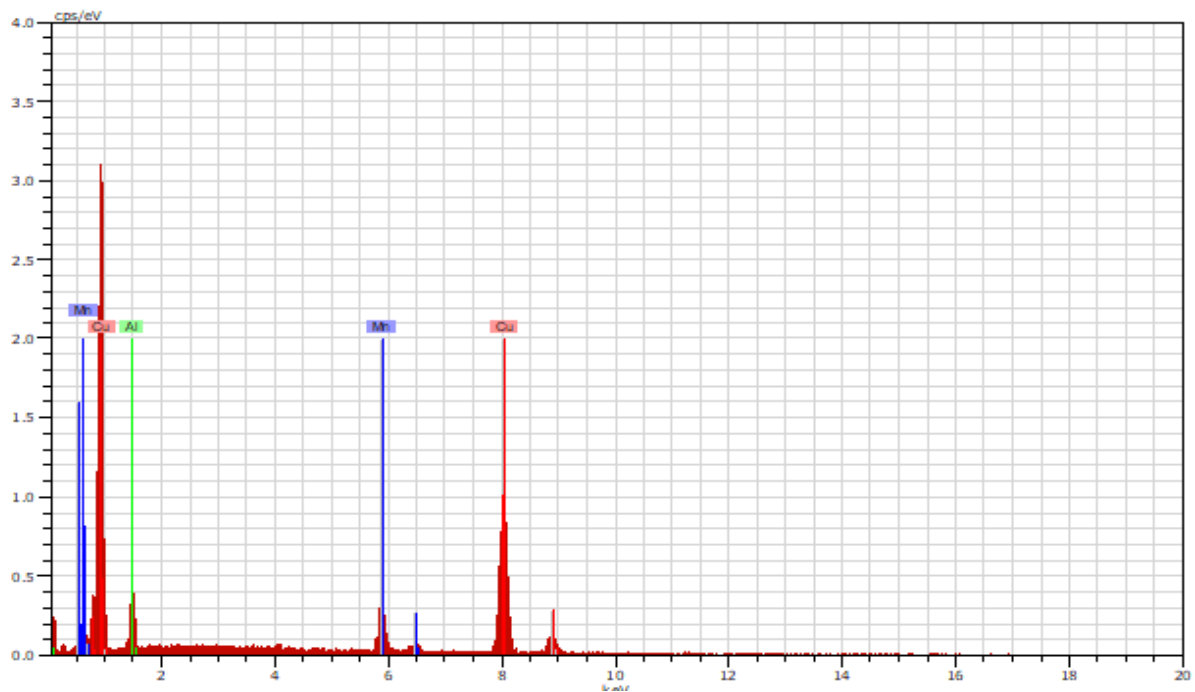


b)

Slika 23. SEM mikrografije CuAlMn legure nakon toplinske obrade pri povećanjima 500x (a) i 2000x (b)



a)



b)

Slika 24. SEM mikrografija CuAlMn legure s prisjetljivosti oblika nakon toplinske obrade (a) i energetske disperzijski spektar – pozicija 1 (b)

U tablici 3 prikazan je kemijski sastav za pozicije označene na slici 24a.

Tablica 3. Kemijski sastav pozicija označenih na slici 24a, mas. %

Toplinska obrada	Cu	Al	Mn
Pozicija 1	82,71	7,49	9,93
Pozicija 2	85,42	7,36	9,94

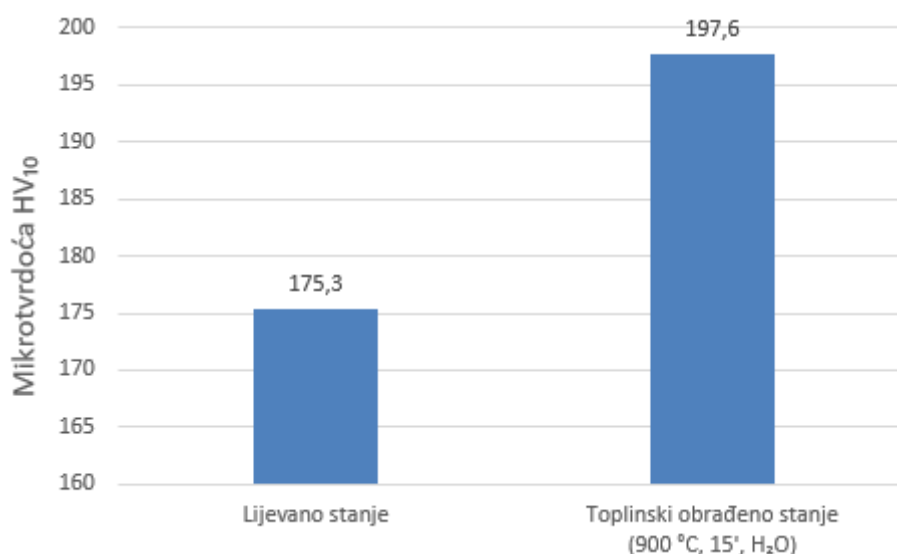
### 4.3. Rezultati ispitivanja mikrotvrdoće CuAlMn legure

Ispitivanje tvrdoće provedeno je na tvrdomjeru Leica VHMT. Za uzorke CuAlMn legure u lijevanom stanju i nakon toplinske obrade provedena su po tri mjerenja tvrdoće te je izračunata srednja vrijednost. U tablici 4 prikazani su dobiveni rezultati mjerenja tvrdoće.

Tablica 4. Tvrdoća CuAlMn legure u lijevanom stanju te nakon toplinske obrade

	Lijevano stanje, HV <sub>10</sub>	Toplinski obrađeno stanje (900°C/15'/H <sub>2</sub> O), HV <sub>10</sub>
1. mjerenje	160,0	202,2
2. mjerenje	175,2	199,6
3. mjerenje	190,6	191,1
Srednja vrijednost	175,3	197,6

Iz tablice 4 je vidljivo da je srednja vrijednost tvrdoće poslije toplinske obrade znatno veća od srednje vrijednosti tvrdoće prije toplinske obrade, što je i prikazano na slici 25. Do porasta tvrdoće došlo je uslijed promjene u mikrostrukturi gdje je u lijevanom stanju zamijećena dvofazna ( $\alpha + \beta$ ) mikrostruktura, a nakon toplinske obrade martenzitna mikrostruktura.



Slika 25. Srednja vrijednost mikrotvrdoće uzoraka CuAlMn legure u lijevanom stanju i nakon toplinske obrade na 900 °C/15'/H<sub>2</sub>O

## 5. ZAKLJUČAK

Nakon klasičnog lijevanjem u grafitnu kokilu, na CuAlMn leguri s prisjetljivosti oblika provedena je mikrostrukturna analiza optičkim i pretražnim elektronskim mikroskopom te mjerenje tvrdoće. Iz provedene analize može se zaključiti sljedeće:

- Klasičnim lijevanjem u grafitnu kokilu proizvedena je CuAlMn legura s prisjetljivosti oblika.
- Optičkom mikroskopijom jasno je vidljiva dvofazna ( $\alpha + \beta$ ) mikrostruktura u lijevanom stanju. Nakon toplinske obrade na  $900^{\circ}\text{C}/15'/\text{H}_2\text{O}$  zamijećena je potpuna martenzitna mikrostruktura.
- Pretražnom elektronskom mikroskopijom (SEM) potvrđena je dvofazna ( $\alpha + \beta$ ) mikrostruktura u lijevanom stanju. Nakon toplinske obrade ispunjeni su uvjeti nastajanja martenzitne strukture, što potvrđuje SEM analiza.
- Energetsko disperzijskom spektrometrijom (EDS) vidljiva je razlika u sastavu  $\alpha$  i  $\beta$ -faze. Pozicije koje označavaju  $\alpha$ -fazu imaju sadržaj bakra (84,75 – 85,22 mas.%) te manji sadržaj aluminijsa (6,01 – 6,11 mas.%) i mangana (8,67 – 9,23 mas.%) u odnosu na poziciju  $\beta$ -faze koja ima manji udio bakra (80,24 mas.%) te veći udio aluminijsa (8,54 mas.%) i mangana (11,23 mas.%). Kemijski sastav nakon toplinske obrade prikazuje homogeniji kemijski sastav u odnosu na lijevano stanje.
- Mikrotvrdoća legure ispitana je Vickersovom metodom gdje je vrijednost u lijevanom stanju iznosila 175,3 HV, a nakon toplinske obrade 197,6 HV te se može zamijetiti utjecaj promjene mikrostrukture na promjenu mikrotvrdoće.

## 6. LITERATURA

- [1] I. Ivanić, M. Gojić, S. Kožuh, Legure s prisjetljivosti oblika (I. dio): najznačajnija svojstva, *Kemija u industriji* 63 (2014) 9 – 10, 323 – 329.
- [2] J. Mohd Jani, M. Leary, A. Subic, Mark A. Gibson, A review of shape memory alloy research, applications and opportunities, *Materials and Design* 56 (2014), 1078 – 1113.
- [3] C. LExcellent, *Shape-memory Alloys Handbook*, John Wiley&Sons Inc., Hobogen, 2013, 11-47.
- [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] O. Kastner, *First Principles Modelling of Shape Memory Alloys Molecular Dynamics*.
- [7] M. Gojić, Legure s efektom memorije oblika, *Metalurgija* 31 (1992) 2/3, 77-82.
- [8] K. K. Alaneme, E. A. Okotete, Reconciling viability and cost-effective shape memory alloy options – A review of copper and iron based shape memory metallic systems, *Engineering Science and Technology, an International Journal* 19 (2016), 3; 1582 – 1592.
- [9] <https://mf.unze.ba/wp-content/uploads/2016/10/Masinstvo-num2-2002.pdf> (08. 06. 2018. god.)
- [10] D. Čubela, Legure koje pamte svoj oblik, *Mašinstvo* 2 (2002) 6, 83-92.
- [11] D.E.Nicholson, *Thermomechanical behavior of high-temperature shape memory alloy NiTi-Pd-Pt actuators*, Florida Atlantic University, 2008.
- [12] D. Ćorić, M. Franz, Svojstva i primjena slitina s efektom prisjetljivosti oblika, *Fakultet strojarstva i brodogradnje*, [https://www.fsb.unizg.hr/usb\\_frontend/files/1349072454-0-danko\\_franz.doc](https://www.fsb.unizg.hr/usb_frontend/files/1349072454-0-danko_franz.doc) (06.06.2107.)
- [13] I.Ivanić, M.Gojić, S.Kožuh, Legure s prisjetljivosti oblika (II.dio): podjela, proizvodnja i primjena, *Kemija u industriji* 63 (2014), 9-10; 331-344.
- [14] D.Cimprič, *Shape memory alloys*, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za metamatiko in fiziko, 2007., Ljubljana.
- [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] H.Y Peng, Y.D. Yu, D.X Li, High resolution electron microscopy studies of martensite around 3 precipitates in Cu-Al-Ni-Mn-Ti shape memory alloy, *Acta Materialia* 45 (1997) 12, 5153-516.
- [17] Y.Q. Jiao, Y.H. Wen, N. Li, J.Q. He, J. Teng, Effect of solution treatment on damping capacity and shape memory effect of a Cu-Al-Mn alloy, *Journal of Alloys and Compounds* 491 (2010), 627-630.
- [18] T. Tanaka, S. Kise, T. Omori, R. Kainuma, K. Ishida, Development of a Cu-Al-Mn Shape-Memory Alloy and its Application to an Ingrown Toenail Correcting Clip, *Materia Japan* 51 (2012) 3, 108-110.
- [19] Y. Sutou, R. Kainuma, K. Ishida, Effect of alloying elements on the shape memory properties of ductile Cu - Al - Mn alloys, *Materials Science Engineering A237 – 275* (1999), 375 – 379.
- [20] R. Kainuma, S. Takahashi, K. Ishida, Thermoelastic martensite and shape memory effect in ductile Cu - Al - Mn alloys, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science* 27 (1996) 8, 2187 – 2195.
- [21] <http://titan.fsb.hr/~dzezelj/Dizajn-2013-14/Prezentacije/LIJEVANJE.pdf>.
- [22] Y. Sotou, T. Omori, R. Kainuma, K. Ishida, Ductile Cu-Al-Mn based shape memory alloys: general properties and applications. *Materials Science Technology* 24 (2008) 8. 896-901.

- [23] J. Orešković, Ispitivanje utjecaja pomoćnih tvari na fizičku stabilnost suspenzije posakonazola, Diplomski rad, Sveučilište u Zagrebu, Farmaceutsko-biokemijski fakultet, Zagreb, 2015.
- [24] L. Šimeg, Primjena elektronske mikroskopije u karakterizaciji prirodnih materijala, Završni rad, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2014.
- [25] T.H.Grgurić, D. Manasijević, S. Kožuh, I. Ivanić, I. Anžel, B. Kosec, M. Bizjak, E. G. Bajsić, Lj. Balanović, M. Gojić, The effect of procesing parameters on the martensitic transformation of CuAlMn shape memory alloy, *Journal of Alloys and Compounds* 765 (2018) 664-676.



## **ŽIVOTOPIS**

### **OSOBNI PODACI:**

Ime i prezime: Dino Bajutti

Datum i mjesto rođenja: 12.11.1995, Sisak, Hrvatska

Adresa: S. i A. Radića 28, 44000 Sisak

Telefon: 0993250669

E-mail: bajuttidino@gmail.com

### **OBRAZOVANJE:**

2002.- 2010. – Osnovna škola Viktorovac Sisak

2010.- 2014. – Srednja škola Gimnazija Sisak

2015.- 2019. – Metalurški fakultet Sisak, preddiplomski sveučilišni studij Metalurgija, smjer metalurško inženjerstvo

2018. - Stručna praksa- Applied Ceramics d.o.o

### **ZNANJA I VJEŠTINE:**

- korištenje rada na računalu u MS Office, AutoCAD, C++

- pedantan, odgovoran, ambiciozan

- komunikativan i susretljiv

- spreman učiti i usavršavati znanja i vještine

### **RADNO ISKUSTVO**

2014. – Zvijezda d.o.o

2015. – Mondelez d.o.o

2016. – Müller

2018. – Zagrebačka banka d.d

2019. – Telefutura d.o.o