FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA XIX.

Kolozsvár, 2014. március 20–21.

CuAlNi ALAKEMLEKEZŐ ÖTVÖZET BELSŐ SÚRLÓDÁSÁNAK VIZSGÁLATA

INTERNAL FRICTION ANALYSIS OF CuAlNi SHAPE MEMORY ALLOY

KIS Dávid⁽¹⁾, BÉRES Gábor⁽²⁾, DUGÁR Zsolt⁽³⁾, HANSÁGHY Pál⁽⁴⁾

(1) Kecskeméti Főiskola, GAMF Kar, Anyagtechnológia Tanszék, Magyarország 6000 Kecskemét, Izsáki út 10., E-mail: david.istvan.kis@gmail.com

(2) Kecskeméti Főiskola, GAMF Kar, Anyagtechnológia Tanszék, beres.gabor@gmail.com

(3) Kecskeméti Főiskola, GAMF Kar, Anyagtechnológia Tanszék, dugar.zsolt@gmail.com

(4) Kecskeméti Főiskola, GAMF Kar, Anyagtechnológia Tanszék, hansaghy@gmail.com

Abstract

The most traditional metal testing equipments are unable to determine the phase transition temperatures of shape memory alloys (SMA). The differential scanning calorimetry (DSC) has become a well spread material testing technique in case of metals too in the past decades. However, one should be aware of the boundaries of testing metals with this application.

The DSC measures the changes of heat flow in function of temperature during the test. The DMTA detects the effect of any structural changes on mechanical properties while temperature rises or falls. In both cases the same transitions are monitored determining different material properties.

Keywords: DSC, DMTA, shape memory alloy, CuAlNi

Összefoglalás

Az alakemlékező ötvözetek (shape memory alloy vagy SMA) ötvözetek funkcionális tulajdonságait meghatározó fázisátalakulási hőmérsékleteinek meghatározására a legtöbb hagyományos fémes anyagvizsgáló módszer alkalmatlan. A műanyagok vizsgálatában elterjedt differenciális pásztázó kaloriméter (DSC) elfogadott anyagvizsgáló berendezés már a fémes anyagok területén is. A dinamikus termikus mechanikus analízátor (DMTA) egy újabb alternatívát jelenthet fémek vizsgálatára.

A Kecskeméti Főiskola GAMF Karának Anyagtechnológia Tanszékén fémes anyagok szerkezetváltozásának vizsgálatával foglalkozunk, melynek része az alakemlékező fémötvözetek tulajdonságainak tanulmányozása többek közt DMTA eljárással. A DSC az anyagban végbemenő fajlagos entalpia változását méri (endoterm, exoterm folyamatok) idő vagy hőmérséklet függvényében. A DMTA az anyagban lezajló bármilyen szerkezetváltozás mechanikai tulajdonságokra gyakorolt hatását méri. A DSC termikus jellemző, a DMTA mechanikai tulajdonság változását észleli.

Kulcsszavak: DSC, DMTA, alakemlékező ötvözet, CuAlNi

1. Irodalmi összefoglalás

Az alakemlékező fémötvözetek legfontosabb funkcionális tulajdonságát, az alakemlékező effektust martenzites fázisátalakulás okozza. A folyamatot allotróp rácsátalakulás kíséri, ahol az ausztenites rács deformációval billen át martenzites ráccsá. Az átalakulást kísérő alakváltozás az ausztenit mátrixban mechanikai feszültséget ébreszt mind az ausztenit, mind a martenzit fázisban. Alakemlékező ötvözetek martenzites fázisátalakulása során a deformáció csökkentése ikerkristályok képződésével történik. Az átalakulás okozta deformáció további csökkentését az teszi lehetővé, hogy a martenzit csírák különböző orientációkban keletkeznek, és azok csökkentik egymás alakváltozását. Az így kialakult martenzitet szabadon illesztett martenzitnek nevezik.

Alakemlékező ötvözetek esetén a martenzit rács szimmetriája kisebb, mint az ausztenité, és a kettő között szoros kristálytani kapcsolat van. Míg az ausztenit fázisból több különböző orientációjú martenzit variáns alakulhat ki, addig a martenzit fázisból az ausztenit fázis csak az eredeti orientációban képes visszaalakulni. A szabadon illesztett martenzit szerkezetében létrehozott maradó alakváltozás miatt az ausztenitté való visszaalakulás jelentős átalakulási feszültséggel kísért. Ennek amplitúdója a maradó alakváltozással megegyező, de iránya ellentétes azzal. Így a rácsátalakulással az SMA minta visszanyeri eredeti alakját (1. ábra).

A martenzites fázisátalakulás hajtóereje az átalakulás szabadentalpia különbsége (1), amelynek fedeznie kell az átalakulás nem kémiai energiaszükségleteit. A folyamatok spontán a szabadentalpia csökkenés irányában mennek végbe. Tehát ahhoz, hogy a hűtés során meginduljon a martenzites átalakulás, az ötvözetet le kell hűteni a két fázis termodinamikai egyensúlyának hőmérséklete alá, ahol a szabadentalpia különbség előjele negatív lesz. A túlhűtés mértéke alakemlékező ötvözeteknél 5-30°C körüli. A visszaalakulás során hasonló módon túlhevítés szükséges.

$$\Delta G^{A \rightarrow M} = E_c + E_s + E_e + E_p + E_d \quad (1)$$

2. Mérések

A mérések célja a fázisátalakulásokhoz tartozó hőmérséklettartományok detektálása. A fázisátalakulások folyamatát hiszterézis jellemzi. Az ausztenites átalakulás A_{start} hőmérsékleten indul meg és csak az A_{finish} hőmérséklet elérésével lesz teljesen ausztenites a szövetszerkezet. Hűtés során a martenzites fázisátalakulás ehhez képest kissé eltoltan jelentkezik az M_{start} hőmérsékleten, míg el nem érjük az M_{finish} hőmérsékletet, ahol 100%-ban martenzites szövetszerkezetet kapunk.

2.1. Mérési eredmények

Célunk az átalakulási hőmérsékletek mérésével igazolni a DMTA mérőberendezés alkalmasságát az alakemlékező fémötvözetek fázisátalakulásainak vizsgálatára. Másfelől az eredményeket össze kell vetni DSC mérésekkel, hogy később a két eljárás mérési pontosságát fémek esetén össze tudjuk hasonlítani. A DMTA méréseket TA Q 800 típusú DMTA berendezéssel, a DSC méréseket a TA Q 200 típusú hőfluxus DSC berendezéssel végeztük.

A DMTA mérésekhez CuAlNi alakemlékező ötvözetek szolgáltak homogenizált, martenzites állapotban. A 2 mm átmérőjű pálcából 20 mm hosszú mintákat készítettünk fűrész használatával. A méréseket hajlító feltétben végeztük egyoldali fix megfogással. A vizsgálati frekvencia 5 Hz, a deformáció amplitúdója 30 μm , a fűtési és hűtési sebesség 3°C/perc volt. A DSC mérések mintája is homogenizált, martenzites állapotú CuAlNi ötvözet volt. A 2 mm átmérőjű pálcából 1 mm hosszú 48 mg tömegű mintát készítettünk elő szintén

fűrésszel. A méréseket 0-150°C között végeztük felfűtési és hűtési szakaszból álló ciklusokkal 5, 10 és 2 °C/perc sebességgel. Mintatartót nem használtunk, a mintát közvetlenül a berendezés érzékelőjére helyeztük. Mérés alatt 50 ml/perc térfogatáramú nitrogén atmoszférát alkalmaztunk.

Egyértelműen kivethető endoterm és exoterm csúcsok érdekében, illetve a minta roncsolásának mértékét csökkentendő 48 mg tömegű mintát készítettünk elő. Ez a DSC méréseknél megszokottnál jóval több. A DMTA eljárásnál használt minta tömege pedig durván hússzorosa a DSC mérésnél alkalmazottnál. A minta alakjából és tömegéből adódóan a tömeghatás miatt a minta hőmérséklete folyamatosan elmarad a beállítottól.

A DMTA görbén (3. ábra) a tárolási (zöld) illetve a veszteségi modulusz (kék) és a veszteségi tényező (piros) változása látható a hőmérséklet függvényében. Fontos megállapítás, hogy a veszteségi modulusz nagyságrendekkel kisebb, mint a tárolási modulusz. A DSC görbén a zöld vonal a hőáram változását mutatja hőmérséklet függvényében.

2.2. CuAlNi ötvözet átalakulási hőmérsékleteinek vizsgálata DMTA és DSC méréssel

A DMTA görbén jól kivethető a veszteségi tényező határozott változása, ami valamilyen szerkezetbeli változást jelöl. A hevítési szakaszban a 78°C körüli csúcs az ausztenites átalakulást jelöli, míg a hűtés során a 95°C környéki csúcs a martenzites átalakulást.

Ideális esetekben a fémek rugalmassági modulusza nem komplex mennyiség. Más szóval a tanδ értéke 0, vagyis nem jelentkezik az említett fáziskésés. A DMTA mérés ennek az ellenkezőjét mutatja, de azt is fontos kihangsúlyozni, hogy a veszteségi modulusz változásának értéke körülbelül 1/5-e a tárolási moduluszénak.

1. ábra CuAlNi minta DMTA görbéi

A DMTA eredményeket összevetve a DSC méréssel, látható, hogy azonos átalakulási hőmérséklet értékeket kaptunk. Kisebb eltérés a fűtési szakaszban figyelhető meg. Ez egyrészt a tömeghatásra, másrészt a két eljárás eltérő jellegére vezethető vissza.

2. ábra CuAlNi minta DSC görbái

3. Összefoglaló

A CuAlNi alakemlékező ötvözetekkel végzett mérések során a veszteségi tényező változása tisztán követhető többszöri hevítési-hűtési ciklus után is. Az ötvözet rugalmassági modulusának komplexitása fémek esetén nem várt jelenség. Ezt valószínűleg a martenzites fázisátalakulást fenntartó szabadentalpia különbség nem kémiai energiaszükségletei (túlhűtés, túlfűtés) okozzák. Az eddigi mérési eredmények alapján a DMTA berendezés alkalmas lehet a műanyag minták mérése mellett az alakemlékező fémötvözetekben lejátszódó átalakulások vizsgálatára is, ami számos elméleti és gyakorlati alkalmazást vet fel.

Köszönetnyilvánítás

A kutató munka a TÁMOP-4.2.2.A-11/1/KONV-2012-0029 "Járműipari anyagfejlesztések: célzott alapkutatás az alakíthatóság, hőkezelés és hegeszthetőség témaköreiben" pályázat finanszírozásával valósult meg.

Dugár Zsolt és Hansággy Pál publikációt megalapozó kutatása a TÁMOP 4.2.4.A/2-11-1-2012-0001 azonosító számú Nemzeti Kiválóság Program – Hazai hallgatói, illetve kutatói személyi támogatást biztosító rendszer kidolgozása és működtetése országos program című kiemelt projekt keretében zajlott. A projekt az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósul meg. A kutatócsoport többi tagját/eszközbeszerzést/infrastruktúráját a TÁMOP 4.2.4.A/2-11-1-2012-0001 és a TÁMOP 4.2.2.A-11/1/KONV-2012-0029 projekt támogatta.

Irodalom

- [1] Ryklina, E., P.; Prokoshkin, S., D.; Khmelevskaya, I., Y.: One-way and two-way shape memory effect in thermomechanically treated TiNi-based alloys, Article; Proceedings Paper, Materials Science and Engineering A-structural Materials Properties Microstructure and Processing, 481, 134-137 (2008).
- [2] Benke, M.: CuAlNi alapú alakemlékező ötvözetek fémtani folyamatainak vizsgálata, PhD értekezés, Kerpely Antal Anyagtudományok és Technológiák Doktori Iskola, Miskolci Egyetem Műszaki Anyagtudományi Kar, 2012.
- [3] Tian, Q., C; Wu, J., S: Characterisation of phase transformation in Ti50+xPd30Ni20-x alloys, Article, Intermetallics, 10/7, 675-682 (2002).
- [4] Zanaboni, E.: One way and two way-shape memory effect: thermo-mechanical characterization of Ni–Ti wires, PhD thesis, Università degli Studi di Pavia, 2008.
- [5] Foreman, J.: Dynamic mechanical analysis of polymers, Article, American Laboratory, 14/ 1, 21-& (1997)