MATERIALE CU MEMORIA FORMEI

Metode practice de analiză

Leandru-Gheorghe Bujoreanu Sergiu Stanciu

Grafica: Traian Bernicu Tehnoredactare: Tehnician Viorel Vasiliu

1998

Copiilor noștri

Raluca-Sânziana Radu-Gheorghe Oana Teodor

4

I. INTRODUCERE	5
1. STUDIUL MECANISMULUI CRISTALOGRAFIC AL	
TRANSFORMĂRILOR MARTENSITICE INDUSE PRIN	
TENSIUNE, LA ALIAJELE CU MEMORIA FORMEI Cu-Al-Ni	7
1.1.Consideratii teoretice generale	7
1.1.1.Structuri martensitice în straturi atomice compacte	8
1.1.2. Mecanismul cristalografic al transformărilor martensi	tice
induse prin tensiune, la AMF Cu-Al-Ni	. 12
1.1.3. Modelarea mecanismului de deplasare atomică	. 14
1.3. Mod de lucru	. 18
2. CAPACITATEA ALIAJELOR CU MEMORIA	. 20
FORMEI DE A EFECTUA LUCRU MECANIC	. 20
2.1. Considerații teoretice generale	. 20
2.2. Aparatură și materiale	. 22
2.3. Mod de lucru	. 24
3. ANALIZA MICROSCOPICĂ OPTICĂ	. 25
A MARTENSITEI TERMOELASTICE	. 25
3.1. Considerații teoretice generale	. 25
3.1.1. Morfologia martensitei termoelastice	. 25
3.1.2. Aspecte microstructurale ale martensitei termoelastice	. 28
3.2. Aparatură și materiale	. 31
3.3. Modul de lucru	. 32
4. INFLUENȚA ISTORIEI TERMICE ASUPRA	
MICROSTRUCTURII ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI	. 33
4.1. Considerații teoretice generale	. 33
4.2. Aparatură și materiale	. 36
4.3. Mod de lucru	. 37
5. LAMINAREA LA CALD A ALIAJELOR	. 38
CU MEMORIA FORMEI	. 38
5.1. Considerații teoretice generale	. 38
5.2. Aparatură și materiale	. 38
5.3. Mod de lucru	. 41
5.3.1. Alimentarea cu semifabricat	. 42
5.3.2. Menținerea	. 43
5.3.3. Laminarea și călirea	. 43
6. EDUCAREA LA ÎNCOVOIERE A ALIAJELOR CU MEMORIA	1
FORMEI, LAMINATE	. 45
6.1. Considerații teoretice generale	. 45
6.2. Aparatură și materiale	. 46
6.3. Modul de lucru	. 48
6.3.1. Educarea la încovoiere	. 48

6.3.2. Trasarea deflectogramelor	49
6.3.3. Studiul deflectogramelor	50
7. CURBE DE RUPERE ȘI BUCLE PSEUDOELASTICE LA	
TRACTIUNE, ALE ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI	52
7.1. Considerații teoretice generale	52
7.1.1. Curbe de rupere ale AMF	52
7.1.2. Bucle pseudoelastice ale AMF	55
7.2. Aparatură și materiale	58
7.3. Mod de lucru	59
8. VARIAȚIA HISTEREZISULUI ÎN TIMPUL CICLĂRII	61
8.1. Considerații teoretice generale	61
8.1.1. Reducerea histerezisului prin ciclare mecanică	61
8.1.2. Reducerea histerezisului în timpul ciclurilor de EMFDS	63
8.2. Aparatură și materiale	65
8.3. Mod de lucru	65
9. STUDIUL EFECTULUI DE MEMORIA FORMEI CU REVENI	RE
RETINUTĂ	67
9.1. Consideratii teoretice generale	67
9.1.1. Revenire reținută, la încovoiere triplă	67
9.1.2. Revenire reținută, la tracțiune	68
9.2. Aparatură și materiale	70
9.3. Mod de lucru	71
10. ELABORAREA ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI Cu-A	l-Ni
	74
10.1. Considerații teoretice generale	74
10.2. Aparatură și materiale	80
10.3. Mod de lucru	82
10.3.1. Calculul încărcăturii metalice	82
10.3.2. Fluxul tehnologic	84
10.3.3. Pregătirea probelor și studiul aliajului elaborat	86
11. ELABORAREA ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI	89
Cu-Zn-Al	89
10.1. Considerații teoretice generale	89
11.2. Aparatură și materiale	93
11.3. Mod de lucru	94
11.3.1. Stabilirea compoziției chimice	94
11.3.2. Calculul și pregătirea încărcăturii	94
11.3.3. Elaborarea	95
12. DETERMINAREA PUNCTELOR CRITICE DE	
TRANSFORMARE ALE ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI	
PRIN METODA VARIAȚIEI REZISTEN}EI ELECTRICE CU	
TEMPERATURA (R-T)	98

12.1. Considerații teoretice generale	
12.2. Aparatură și materiale	
12.3. Mod de lucru	
BIBLIOGRAFIE	

.

I. INTRODUCERE

Ideea dezvoltării unor lucrări de laborator, care să permită studiul experimental al materialelor cu memoria formei, s-a născut odată cu primul AMF, obținut în 1993, la Facultatea de Știința și Ingineria Materialelor, a Universității Tehnice "Gh.Asachi" din Iași.

Mai târziu, odată cu pregătirea celor două teze de doctorat ale autorilor, concomitent cu introducerea în planul de învățământ a unor discipline care se referă exclusiv la materialele cu memoria formei, s-a ivit și posibilitatea conceperii acestui volum cu metode practice de analiză a structurii și proprietăților acestor materiale.

Ținând cont că, odată cu cercetările întreprinse de autori, au început să apară menționări tot mai frecvente și chiar capitole întregi referitoare la materialele cu memoria formei, într-o serie de lucrări recente de știința materialelor, considerăm că prezentul ghid practic va contribui la adâncirea aspectului experimental al cunoașterii fenomenelor de memoria formei.

La întocmirea lucrărilor, deosebit de utilă s-a dovedit a fi experiența dobândită în cei 5 ani de cercetare a fenomenelor de memoria formei, confirmată și printr-o serie de publicații ale autorilor, deoarece o bună parte din bibliografia îndrumarului este alcătuită din articole proprii.

La ora actuală, materialele cu memoria formei sunt relativ slab cunoscute chiar și în țările avansate. Aplicațiile lor își fac tot mai simțită prezența într-o serie de domenii specifice, cum ar fi: ortodonția sau construcțiile aerospațiale dar se consideră că impactul acestor materiale spectaculoase - privite multă vreme drept "o soluție care își caută problema" - este în continuă creștere. Așadar, numărul celor care cunosc mecanismele ce guvernează fenomenele produse în materialele

-

cu memoria formei este destul de scăzut în România, însă autorii cred că el va crește spectaculos în următorii ani, o modestă contribuție în acest sens având și prezentul volum. Dacă aceste metode practice vor părea utile și altor specialiști, autorii își manifestă întreaga deschidere și vor fi la dispoziția celor interesați.

La elaborarea lucrărilor, autorii au contribuit astfel:

- L.G.Bujoreanu lucrările 1-9;
- S.Stanciu lucrările 10-12, elaborarea aliajelor selecția și prelucrarea micrografiilor.

Autorii

1. STUDIUL MECANISMULUI CRISTALOGRAFIC AL TRANSFORMĂRILOR MARTENSITICE INDUSE PRIN TENSIUNE, LA ALIAJELE CU MEMORIA FORMEI Cu-AI-Ni

1.1.Considerații teoretice generale

Transformarea martensitică se produce în stare solidă, fără difuzie, prin intermediul unor forfecări ale rețelei cristaline [1]. Deoarece a fost observată la o largă varietate de materiale (metale, aliaje, minerale, polimeri, compuși organici etc.) [1] pentru care produsul de transformare - martensita - prezintă caracteristici net diferite, transformarea martensitică poate fi clasificată după mai multe criterii, printre care se numără și parametrul fizic care produce transformarea. Astfel, prin variația temperaturii se poate obține o transformare martensitică indusă termic iar prin variația tensiunii mecanice aplicate - o transformare martensitică indusă prin tensiune [2].

În cazul transformării martensitice indusă prin tensiune, produsă în aliajele cu memoria formei (AMF) din sistemul Cu-Al-Ni care ocupă locul al III-lea între AMF de uz comercial - s-a propus un mecanism cristalografic de modificare a ordinii de împachetare a straturilor atomice compacte.

7



Fig.1.1. Poziții posibile de împachetare (B și C) ale stratului atomic următor, așezat deasupra unui plan compact inițial, A, la echilibru termodinamic [3].

1.1.1.Structuri martensitice în straturi atomice compacte

Pentru caracterizarea structurilor martensitice în straturi compacte se consideră, pentru început, că toți atomii au aceeași dimensiune și formează plane atomice de maximă densitate. Un astfel de plan este ilustrat în Fig.1.1, unde s-au notat cu A pozițiile ocupate de centrele atomilor. Atomii stratului compact așezat deasupra stratului A pot ocupa – în condițiile păstrării maximei compactități și a echilibrului termodinamic - fie pozițiile notate cu B fie pe cele notate cu C. Dacă se consideră că cel de-al doilea strat compact ocupă pozițiile B, cel de-al treilea strat poate fi numai de tip A sau C.

Pentru început, se consideră ordinea de împachetare ABC analizată în Fig.1.2. În Fig.1.2(a) s-a prezentat o celulă cubică cu fețe centrate (CFC) împreună cu triedrul atașat. Prin secționarea celulei după planul $(10\overline{1})$ – căruia îi corespunde direcția X-X din Fig.1.1 - se obține vederea din Fig.1.2(b) în care



Fig. 1.2. Stabilirea ordinii de împachetare a celulei CFC: (a) vedere pe o directie perpendiculară pe planele compacte, permitând observarea a

7 dintre cele 8 colțuri ale cubului; (b) secțiune în planul (101) prezentând ordinea de împachetare ABC [4]

se observă ordinea de împachetare ABC. Aceeași succesiune se obține și dacă se parcurge direcția $(12\overline{1})$, pe care s-au proiectat atomii secționați din planul B (notați B*) și cei din planul C (notați C*). în plus, Fig.1.2(b) arată că distanțele dintre aceste proiecții sunt egale. Prin urmare, dacă este parcursă direcția $(12\overline{1})$, proiecțiile atomilor din planele compacte, conținuți în această direcție și în planul $(10\overline{1})$, sunt întâlnite la distanțe egale și în ordinea ABC care este caracteristică unei celule CFC. Această ordine de împachetare se mai numește și 3R. Este evident că straturile atomice compacte pot aluneca unul față de altul, în așa fel încât ordinea de împachetare se modifică. Astfel, dacă peste straturile AB se așează tot un strat A se obține succesiunea AB AB AB... caracteristică celulei hexagonal compactă (hc) din Fig.1.3. Fig.1.3(a) prezintă o celulă hc privită pe o direcție normală la planul de bază. Din acest motiv sunt vizibili numai cei 7 atomi ai planului de bază

^

superior, A_{l-7}^S . Prin secționare pe traseul X-X (același ca în Fig.1.1) care include o direcție $\langle 1120 \rangle$ se obține Fig.1.3(b). în aceasta, proiecțiile atomilor secționați, pe direcția $\langle 1120 \rangle$, sunt întâlnite în ordinea AB (sau 2H), caracteristică unei celule hc.



Fig.1.3.Celula hc:(a) vedere normală pe planul de bază; (b)secțiune reprezentând ordinea de împachetare AB.

Comparând Fig.1.2.(b) și 1.3(b) se observă că ordinea de împachetare AB se poate obține din ordinea ABC prin introducerea unui defect de împachetare pe fiecare al doilea plan atomic compact. Acesta translează spre dreapta, pe distanța $d\sqrt{3}/3$, (unde d este diametrul atomilor, considerat după modelul "sferelor rigide") și trece din poziția C în poziția A.



Fig.1.4. Reprezentare schematică a celulei 9R cu ordinea de împachetare ABC BCA CBA, rezultată prin introducerea unui defect de împachetare pe fiecare al treilea plan compact (marcat cu săgeată) din structura CFC [4].

Dacă defectul de împachetare este introdus pe fiecare al treilea plan, se obține ordinea de împachetare ABC BCA CBA, notată 9R și reprezentată în Fig.1.4. Cu săgeata, s-au marcat pozițiile planelor atomice care au suferit câte o translație, pe aceeași distanță de mai sus $(d\sqrt{3}/3)$. Deoarece parametrul c al celulei 9R este mult mai mare decât a, aceste structuri se mai numesc cu "ordine de împachetare cu perioadă lungă" (OIPL).

Prin introducerea celei de a doua specii de atomi, apar alte poziții de împachetare – A', B' și C' – care permit obținerea altor structuri cu OIPL, ilustrate în Fig.1.5. Structura 18R1, din Fig.1.5(a), este geometric – identică cu 9R dar are un număr dublu de straturi atomice compacte. Structura 18R2, din Fig.1.5(b) se poate obține din 18R1 prin deplasarea în sensul săgeții, cu d $\sqrt{3}$ /3, a straturilor 3, 9 și

- -

15. Structura 6R, din Fig.1.5(c), se poate obține prin dublarea numărului de straturi ale structurii 3R.



Fig.1.5.Modele schematice ale structurilor cu OIPL:(a) 18R1; (b) 18R2; (c) 6R [5].

1.1.2. Mecanismul cristalografic al transformărilor martensitice induse prin tensiune, la AMF Cu-Al-Ni

Pe monocristale de aliaj Cu-Al-Ni, aflat în stare martensitică, s-a evidențiat un fenomen de superelasticitate cu curgere dublă [5] marcat prin prezența a câte două paliere de "curgere aparentă" atât pe porțiunea de încărcare a curbelor de tracțiune cât și pe cea de descărcare (după care materialul revine complet la lungimea inițială). O astfel de curbă, obținută pe probe lamelare policristaline dintr-un aliaj Cu-Al-Ni, este prezentată în Fig.1.6 [6]. Aliajul a fost testat la temperatura camerei, fiind în stare inițială martensitică.



Fig. 1.6. Curbă superelastică de tracțiune, cu curgere dublă, obținută cu un AMF Cu-Al-Ni policristalin [6].

Pentru transformările martensitice reversibile induse prin tensiune, din Cu-Al-Ni, a fost formulat mecanismul de deplasare atomică, ilustrat în Fig.1.7[5]. Ca și în Fig.1.2 și 1.3, valoarea deplasării atomice este de d $\sqrt{3}/3$ (d - diametrul mediu al atomilor). în figură, săgețile marchează straturile atomice care trebuie să efectueze o deplasare în plus, față de stratul inferior, pentru a se obține ordinea de împachetare următoare. Însă, deoarece fiecare strat atomic nu poate efectua o dată decât o singură deplasare, rezultă că trecerea de la o structură la alta se face printr-o serie de etape intermediare.



Fig.1.7. Mecanismul transformărilor martensitice induse prin tensiune, la AMF Cu-Al-Ni

1.1.3. Modelarea mecanismului de deplasare atomică

Martensita γ'_1 (2H), Fig.1.8(a), trebuie să treacă prin două etape intermediare, Fig.1.8(b) și (c) până să se transforme în martensită β''_1 (18R2), Fig.1.8(d). Toate aceste etape sunt surprinse în Fig.1.8. Se observă că straturile 1 – 4 rămân nemișcate, straturile 5 - 10 efectuează o deplasare, straturile 11-16 – două deplasări și straturile 17-19 – 3 deplasări. (De fapt, stratul 19 este primul strat din următoarea structură cu OIPL). Prin urmare, fiecare al VI-lea strat efectuează o deplasare elementară, odată cu cele 5 straturi de sub el (vezi straturile 5, 11 și 17).



Fig. 1.8. Etape succesive ale transformării γ'_1 (2H) - β''_1 (18R2) la încărcare [7].

Etapele intermediare a celei de a doua transformări martensitice indusă prin tensiune, care se produce la încărcare, sunt ilustrate în Fig.1.9. Se observă că, în acest caz, numărul straturilor atomice, care alunecă împreună, este diferit. Astfel, secvența de alunecare este 2-4-2-4-2-4, ceea ce înseamnă că numărul maxim de deplasări este de 6 (deoarece sunt șase "formații" de câte 2 sau 4 plane ce alunecă simultan). Aceste 6 deplasări atomice sunt efectuate numai de stratul 19, care se deplasează spre stânga, de la structura 18R2 a martensitei $\beta_1^{"}$ din Fig.1.9(a) până la structura 6R a martensitei $\alpha_1^{'}$ din Fig.1.9(g).

La descărcare, sunt parcurse tot 5 etape intermediare, după cum arată Fig.1.10 în această situație fiecare al treilea plan efectuează câte o deplasare suplimentară, astfel încât secvența de alunecare este 3-3-3-3-3. Prin urmare, stratul 19 efectuează tot 6 deplasări elementare dar în sens opus.



Fig.1.9. Etape succesive ale transformării $\beta_1^{"}$ (18R2) - $\alpha_1^{'}$ (6R), la

încărcare [7].

19 A BCABCABCABCA	BC ABCABCABCA	CABCABCABCA	A BCABCABCA BCABCA	BCA CABCABCA	ABCABCA
17 10 11 11 11	10-0-10-11-11-1	No No I	Non Non	H NONH	Co
15 0 0		1000	NOVELL NOVE		D-oD-"
12 1 4 4 1					N-0 N 15
		H N & N			000
	No V-	HINON-	3.03 - 3.0		
3	No V	No N			N-o N S
7	No V	5-05-11-1	202 200	2 1202	7
5 Alone	1111000	1.00	Non Lin		5
3	X .X	1.0.1			3
1 DOLD CARCARCA	PCARCARCARCA	CARCARCARCA	ARCARCARCA RCARCA		TTYPN 1
(a)	(6)	(c)	(d) (e)	(f)	(a)

Fig.1.10. Etape succesive ale transformării α'_1 (6R) - β''_1 (18R1), la descărcare -7-.

Modelarea etapelor intermediare ale mecanismului cristalografic corespunzător celui de-al doilea palier de descărcare este ilustrat în Fig.1.11. în comparație cu cazurile precedente, secvența de deplasare ar putea fi 6-6-6- dar există 3 excepții: straturile 4 din Fig.1.11(a), 10 din Fig.1.11(b) și 16 din Fig.1.11(c) efectuează o deplasare mai puțin decât straturile de deasupra și de dedesubtul lor.



Fig.1.11. Etapele transformării β'_1 (18R1)- γ'_1 (2H) la descărcare [7].

1.2. Aparatură și materiale

Pe baza considerațiilor teoretice de mai sus, s-au confecționat machetele prezentate în Fig.1.12.



Fig.1.12. Machetele utilizate în cadrul lucrării.

Acestea reprezintă: celula CFC (3R), celula hc (2H), celula 9R, celulele 18R1 și 18R2 precum și mecanismul cristalografic al transformărilor martensitice induse prin tensiune în AMF Cu-Al-Ni. Această machetă - cea mai mare dintre toate - este mobilă, putând modela deplasările straturilor atomice, prin materializarea oricăreia dintre etapele ilustrate în Fig.1.8-1.11.

1.3. Mod de lucru

Cu ajutorul machetelor statice, se va studia modul de dispunere - atât în plan cât și în spațiu - a atomilor, în cadrul structurilor compacte.

Folosind macheta cinematică, se vor urmări deplasările diferitor straturi atomice, modelându-se mecanismul cristalografic al transformărilor martensitice induse prin tensiune, în aliajul Cu-Al-Ni, aflat în stare inițială martensitică.

În final, se va completa Tabelul 1.1, de mai jos,

Tab.1.1. Numărul deplasărilor atomice pe fiecare strat în cadrul celor 4 transformări martensitice induse prin tensiune.

Nr.	Încăi	rcare	Descărcare		
strat	γ'1 - β"1	$\beta_1^{"}$ - $\alpha_1^{'}$	γ'1 - β'1	$\beta'_1 - \gamma'_1$	
1					
2					
3					
4			- 1		
5					
6					
7					
8					
9					
10		+ 3			
11					
12					
13					
14					
15					
16					
17					
18					
19					

cu numărul deplasărilor atomice elementare ale fiecărui strat, pentru fiecare din cele patru transformări martensitice induse prin tensiune. Deplasările de la încărcare sunt pozitive iar celelalte negative.

Exemple de completare a tabelului:

Câte deplasări elementare efectuează stratul 10 la transformarea $\beta_1^{"}$ - $\alpha_1^{"}$ Dar stratul 4 la transformarea $\alpha_1^{'}$ - $\beta_1^{'}$?

1) Pentru transformarea, $\beta_1'' - \alpha_1'$ se folosește Fig.1.9. Numărând deplasările stratului 10, de la Fig.1.9(a) până la Fig.1.9(g), se obțin 3 deplasări. Fiind vorba de încărcare, în tabel se trece 3.

2) Pentru transformarea $\alpha'_1 - \beta'_1$ se folosește Fig.1.10 care, la stratul 4, arată 1 deplasare. Fiind efectuată la descărcare, în tabel se trece -1.

2. CAPACITATEA ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI DE A EFECTUA LUCRU MECANIC

2.1. Considerații teoretice generale

Efectul de memoria formei (EMF) reprezintă redobândirea spontană a "formei calde" prin încălzirea aliajului aflat în "forma rece" [8]. Forma caldă este caracteristică stării austenitice iar cea rece domeniului martensitic.

Intensitatea EMF este direct proporțională cu diferența dintre forma rece și cea caldă. Pentru obținerea formei reci se pot aplica mai multe solicitări cum ar fi: întinderea, torsiunea sau încovoierea. Dintre acestea, cea mai operativă și mai ușor de aplicat este încovoierea.

Principiul producerii EMF generator de lucru mecanic prin încovoiere este ilustrat în Fig.2.1. Fig.2.1(a) prezintă trei poziții corespunzătoare: primei forme calde, înaintea aplicării sarcinii (cu linie punct); formei reci încovoiată sub sarcina de



Fig.2.1. Principiul experimentului de determinarea a lucrului mecanic dezvoltat prin EMF la încovoiere: (a) pozițiile ocupate de probă în

stare: liberă (linie-punct), încovoiată sub sarcină la temperatura ambiantă (linie continuă) și la sfârșitul încălzirii (linie întreruptă); (b) poziții ocupate de capătul liber al epruvetei la creșterea numărului de cicluri (N) [9].

Masă M (cu linie continuă) și respectiv celei de a doua forme calde, rezultată după efectuarea EMF generator de lucru mecanic (cu linie întreruptă). Deoarece este ridicată o sarcină de masă M pe o înălțime h, lucrul mecanic util dezvoltat de lamela din aliaj cu memoria formei (AMF) este:

$$\mathbf{L} = \mathbf{M} \cdot \mathbf{g} \cdot \mathbf{h} \tag{2.1}$$

în care:

M - masa sarcinii ridicate;

h - înălțimea de ridicare a sarcinii și

g = 9,81 m/s2 - accelerația gravitațională.

La creșterea numărului de cicluri, diferența dintre două forme calde consecutive, notate cu C în Fig.2.1(b), scade din ce în ce mai mult astfel încât, după N = 20 cicluri, se atinge o înălțime de ridicare stabilizată, h. Valoarea acesteia este cea care intervine în relația (2.1).

Lamela din AMF dezvoltă EMF generator de lucru mecanic, în urma încălzirii, de la temperatura ambiantă (T_{amb}) până la temperatura maximă de încălzire (T_{max}) care este mai mare decât punctul critic AS. Deoarece își mărește temperatura cu $\Delta T = T_{max} - T_{amb}$, lamela din AMF primește o cantitate de căldură (consumată):

$$Q = c \cdot m \cdot \Delta T \tag{2.2}$$

în care:

m = masa lamelei;

c = căldura specifică a AMF și

 $\Delta T = creșterea de temperatură.$

În aceste condiții, se poate determina randamentul de ridicare a sarcinii, pentru lamela din AMF:

$$\eta = \frac{L}{Q} \cdot 100 \tag{2.3}$$

Pentru determinarea randamentului activatorilor cu memoria formei, s-au aplicat scheme complicate de bilanț termic, pornind de la considerente pur termodinamice [10] și până la includerea în calcule a ecuației Clausius-Clapeyron [8]. Cu ajutorul acestor relații s-a ajuns la concluzia că valoarea maximă pe care o poate atinge randamentul de producere a lucrului mecanic, la un AMF, este de 7%, [10].

Observație: Experimentul ilustrat în Fig.2.1 va conduce la un randament și mai mic, de producere a lucrului mecanic, deoarece:

1- încovoierea este o solicitare neuniformă, la ridicarea sarcinii participând doar o regiune a lamelei din AMF;

2- înălțimea de ridicare a sarcinii este limitată de lungimea lamelei;

3- pentru a asigura vizualizarea continuă a lamelei din AMF, încălzirea se face neuniform;

4 - nu se ține cont de pierderile de căldură.

2.2. Aparatură și materiale

Instalația experimentală este prezentată în Fig.2.2. Ea se compune dintr-un stativ (1) pe a cărui coloană este montat sistemul de prindere a probei (2). Lamela din AMF (3) este încălzită prin efect Joule de către curentul transmis prin conductorii "grei" (4). Curentul, de amperaj ridicat, provine de la auto-transformatorul (5), iar durata de

22

încălzire este programată prin temporizatorul (6). De capătul liber al probei lamelare este atârnată sarcina (7) a cărei masă (M) poate fi reglată în funcție de scopul urmărit.

De probă se lipește un termocuplu (reprezentat în Fig.2.2) care permite determinarea variației de temperatură ΔT , din relația (2.2). Pentru a determina cantitatea de căldură consumată Q, din (2.2), mai trebuiesc cunoscute: masa probei (m) și căldura specifică (c, care se consideră 390 J/Kg grd. pentru Cu-Zn-Al și 400 J/Kg grd. pentru Cu-Al-Ni).



Fig.2.2.Instalația de determinare a capacității AMF de a efectua lucru mecanic prin încovoiere: 1-stativ; 2-sistem de prindere a probei; 3lamelă din AMF; 4-conductor "greu"; 5-auto-transformator; 6temporizator; 7-sarcină; 8-riglă gradată.

Cu ajutorul riglei (8) se determină înălțimile de ridicare (h) a capătului liber al probei.

2.3. Mod de lucru

După ce s-a cântărit și s-a fixat în dispozitiv o probă lamelară din AMF, se alege prima sarcină de masă M1. Se activează instalația și se măsoară înălțimea inițială de ridicare (h₀) precum și înălțimea stabilizată, după N = 20 de cicluri (h₂₀), în conformitate cu Fig.2.1. Se calculează lucrul mecanic efectuat, cu relația (2.1) în care se introduce înălțimea stabilizată, h₂₀. Cunoscând variația de temperatură ΔT (determinată cu ajutorul termocuplului) se calculează cantitatea de căldură consumată, Q, cu ajutorul relației (2.2). în final, se calculează randamentul de efectuare a lucrului mecanic, de către lamela din AMF, cu relația (2.3). Toate datele obținute se centralizează în Tabelul 2.1.

Tab.2.1. Datele experimentale pentru determinarea capacității unei probe din AMF de efectua lucru mecanic.

М	h ₀	h ₂₀	$L=M\cdot g\cdot h_{20}$	ΔΤ	$Q = c \cdot m \cdot \Delta T$	η=L/Q·100
(Kg)	(mm)	(mm)	(J)	(°C)	(J)	(%)

Experimentul, măsurătorile și calculele se reiau pentru mai multe mase (M) ale sarcinii și diferite perioade de încălzire - comandate prin temporizator - care vor modifica variația de temperatură, ΔT .

3. ANALIZA MICROSCOPICĂ OPTICĂ A MARTENSITEI TERMOELASTICE

3.1. Considerații teoretice generale

La marea majoritate a AMF, faza de la temperatură înaltă numită austenită, prin analogie cu transformarea martensitică din oțeluri - este o soluție solidă pe baza unui compus intermetalic electronic de tip β (cu concentrație electronică n_e/n_a=3/2). La răcire, austenita β (cu structură A2, CVC dezordonat) devine mai întâi ordonată caz în care se notează β_1 (DO3) sau β_2 (B2). Austenita ordonată, β_1 sau β_2 , se poate transforma în martensitele: α'_1 (6R), β'_1 (18R) și γ'_1 (2H) sau respectiv α'_2 (3R), β'_2 (9R) și γ'_1 (2H) [11].

3.1.1. Morfologia martensitei termoelastice

Deoarece martensitele din AMF prezintă o compensare continuă a efectului termic prin cel mecanic și vice-versa, ele au fost numite martensite termoelastice.

S-a demonstrat că, în urma răcirii, în austenită pot lua naștere până la șase grupuri de câte patru variante de plăci de martensită termoelastică. Structura unui astfel de grup, cu patru variante de plăci de martensită, notate A-D, este redată în Fig.3.1.



Fig.3.1. Schema de dispunere a celor 4 vari-ante de plăci de martensită termoelastică [12]

Cele patru variante sunt "legate prin macle", datorită efectului de acomodare a martensitei termoelastice într-o matrice austenitică, față de care este mai moale și are o formă diferită.

Datorită aspectului său, cu fațete multiple, structura din Fig.3.1 a fost numită "structură tip diamant"[13], cu aranjarea "în V" a variantelor. Axa principală a grupului, $K_1 - K_1$, corespunde planului de maclare.

Pentru mai buna înțelegere a morfologiei auto-acomodante a martensitei termoelastice tip diamant, în Fig.3.2 s-a ilustrat o reprezentare schematică spațială a acesteia.



Fig.3.2. Reprezentare schematică spațială a unui grup auto-acomodant de plăci de martensită termoelastică: a) dispunere inițială, după călire;
b) demaclare parțială, la aplicarea unei tensiuni externe [2].

Datorită caracterului său auto-acomodant, imediat după călire, martensita termoelastică suferă un proces de maclare internă, comportându-se asemenea unei armonici care își modifică forma. Acest moment este redat schematic în Fig.3.2(a), unde se observă că toate cele 4 variante (notate 1- 4) s-au dezvoltat în mod egal. Formarea unei perechi 1- 4 produce o mică deformație care este compensată imediat prin formarea unei perechi 2- 3, în așa fel încât variația macroscopică de volum să fie nulă.

Dacă se aplică o tensiune externă σ , grupul spațial de plăci de martensită suferă o demaclare parțială ca în Fig.3.2(b). Sub efectul lui σ , se dezvoltă acele variante care sunt favorizate de legea lui Schmid în cazul de față 3 și mai ales 4 - pe seama celorlalte variante. Continuând tensionarea se poate obține, eventual, o singură variantă de martensită, 4.

Între variantele de plăci de martensită se pot forma mai multe asocieri, determinând diverse morfologii ale martensitei termoelastice. Câteva exemple sunt prezentate în Fig.3.3. Se observă că fiecare morfologie conține un număr tipic - în cazul de față între 2 și 12 - de variante caracteristice de martensită, notate cu A-D. Trebuie reținut că morfologia din Fig.3.3(g) corespundei fazei R din Ti-Ni (care se produce printr-o transformare premartensitică).



Fig.3.3. Principalele morfologii ale martensitelor termoelastice: a) lance; b) pană; c) furculiță; d) zig-zag; e) diamant; f) triunghiular, cu 3 variante; g) cubic cu 12 variante [14].

3.1.2. Aspecte microstructurale ale martensitei termoelastice

În Fig.3.4 este redată comportarea unei plăci de martensită termoelastică dintr-un AMF Cu-Zn-Al la întâlnirea unui obstacol sub forma unor particule de precipitat.



Fig.3.4. Comportarea unei plăci de martensită din Cu-Zn-Al, la întâlnirea unui precipitat: (a) ilustrarea nervurii centrale N la puterea de mărire 800:1; (b) detaliu cu particulele de precipitat și cu defectele de împachetare de pe jumătatea inferioară a plăcii, la 2000:1 [15]

Placa de martensită este de tip lance, ca în Fig.3.3(b) și are o nervură centrală, N, care se observă clar în Fig.3.4(a). în detaliul mărit la 2000:1, din Fig.3.4(b), se observă că placa a întâlnit un precipitat și din acest motiv a favorizat germinarea unor plăci secundare, fine, dispuse la 300 față de nervura centrală. Totodată în jumătatea de jos a plăcii de martensită se remarcă defectele de împachetare sub forma unor linii paralele. Din cauza acestora, se consideră că, pe lângă martensitele cu macle interne (tipice AMF Ni-Ti și Cu-Al-Ni), există și martensite cu defecte interne, care sunt tipice AMF Cu-Zn-Al [16].

O și mai bună observare a defectelor de împachetare este oferită de Fig.3.5, fotografiată la puterea de mărire de 625:1, pe un AMF Cu-Al-Ni turnat. în partea de sus a figurii, în special pe banda albă de martensită, se observă o serie de linii mai întunecate, dintre care câteva traversează mai multe benzi odată. Este de remarcat că în micrografie coexistă plăcile și benzile de martensită dar defectele de împachetare sunt concentrate mai ales pe benzi.



Fig.3.5. Defecte de împachetare în benzile de martensită cu macle interne dintr-un AMF Cu-Al-Ni, turnat, 625:1.

Plăcile nu prezintă nervura centrală, structura lor fiind mai apropiată de morfologia de tip diamant, decât de tipurile "lance sau pană".

Prin urmare acomodarea martensitei în matricea austenitică se poate face atât prin formarea de macle cât și prin crearea de defecte.

Prezența benzilor este o consecință a dezvoltării exagerate a uneia dintre variantele unui grup. Un astfel de exemplu este oferit de Fig.3.6, unde se prezintă o martensită tip diamant dintr-un AMF Cu-Al-Ni.



Fig.3.6. Distribuția grupurilor de plăci de martensită tip diamant întrun grăunte de austenită. Dezvoltarea exagerată a variantei C, din grupul II-II, a dus la transformarea ei în bandă.

Pe suprafața grăuntelui de austenită, s-au dezvoltat numai 2 tipuri de grupuri de variante de martensită. Cele două grupuri au fost identificate prin axele lor principale - notate cu K_1 - K_1 , în Fig.3.1 - și anume I-I și II-II. Cele 4 variante de plăci de martensită s-au notat cu A-D ca și în Fig.3.1. Se observă că, datorită dezvoltării preferențiale a variantei notată C din grupul II - II, această variantă s-a transformat în benzi de martensită, care predomină pe suprafața grupului. În felul acesta, se formează benzile de martensită termoelastică.

3.2. Aparatură și materiale

Se utilizează microscoape metalografice optice, cu posibilitatea studiului în câmp întunecat, precum și probe metalografice, din AMF Cu-Al-Ni și Cu-Zn-Al, pregătite, care conțin martensită.

3.3. Modul de lucru

Se analizează microscopic probele pregătite, mai întâi în câmp luminos și apoi în câmp întunecat. Microstructurile observate se desenează apoi, sub formă de micrografii. Pe micrografii se va căuta să se identifice diverse morfologii de martensită - lance, pană sau diamant - precum și numărul grupurilor care alcătuiesc microstructura. În final, acolo unde este cazul, se vor marca variantele de plăci de martensită (ale diferitor grupuri auto-acomodante) care s-au transformat în benzi.

4. INFLUENȚA ISTORIEI TERMICE ASUPRA MICROSTRUCTURII ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI

4.1. Considerații teoretice generale

S-a observat că, prin modificarea "istoriei" termice a unui aliaj, se produc importante schimbări structurale, sesizabile atât prin analiză structurală directă (difracție de raze X sau microscopie metalografică optică) cât și prin metode auxiliare (încercarea la tracțiune).

Un prim exemplu este ilustrat de Fig.4.1, unde s-au prezentat difractogramele simplificate ale unui AMF Cu-Zn-Al, atât în starea inițială (A₀) - obținută după forjare la 750°C și răcire în aer - cât și după aplicarea unor tratamente termice de revenire la 100°C, 200°C, ... 500°C (A₁, A₂, A₅) cu menținere 5 minute și răcire în aer. Pe difractograme s-au notat următoarele faze (cărora le corespund maxime specifice de difracție) [17]: α , cu planele de reflexie (111) și (200); β_2 faza austenitică, cu planul (110) și β'_2 , faza martensitică cu mai multe plane de reflexie.



Fig. 4.1.Modificarea difractogramelor simplificate ale unui AMF Cu-Zn-Al, prin aplicarea tratamentului termic de revenire [17].

Din Fig.4.1, se observă că, în urma revenirii, structura AMF suferă importante modificări calitative.

O evaluare aproximativă a modificărilor cantitative ale structurii fazice (obținută prin planimetrarea picurilor din Fig.4.1) este prezentată de Tab.4.1. Se observă că proba inițială, A_0 diferă foarte mult de proba A_5 , care a fost supusă unui tratament termic de revenire la 500°C.

Proba A_0 A_1 A_2 A_3 A_4 A_5 Faza 72 48 α 32 37 28 20 52 β_2 31 13 65 62 - β_2 37 50 7 18 28 -

Tab.2.1. Cantități fazice procentuale aproximative conform Fig.4.1[18].

Același aspect este relevat, prin analiză metalografică, de Fig.4.2. Microstructura probei A₀, din Fig.4.2(a) prezintă martensita β_2 care nu există în microstructura probei A₅, din Fig.4.2(b).

Deoarece modificarea istoriei termice duce la schimbarea structurii probelor, este de așteptat să se producă și o variație a comportamentului probelor respective, atunci când sunt supuse la anumite solicitări.



Fig.4.2. Micrografii ale unui AMF Cu-Zn-Al: a) stare inițială, A₀; b) stare revenită la 500°C, A₅.

În acest sens, se prezintă Fig.4.3 care ilustrează curbele de încărcare la tracțiune ale primelor 5 probe, $(A_0, A_1, ..., A_4)$ din Fig.4.1.


Fig.4.3. Modificarea comportamentului la tracțiune, a acelorași probe din Fig.4.1, în urma aplicării tratamentului termic de revenire [19].

În concluzie, este evident că, prin modificarea istoriei termice a unui AMF Cu-Zn-Al, se produc schimbări, în comportamentul aliajului, cauzate de variația structurii fazice.

4.2. Aparatură și materiale

Se utilizează microscoape metalografice și setul de probe pregătite, de AMF Cu-Zn-Al, a căror istorie termică este ilustrată în Fig.4.4. Se observă că, pe lângă proba inițială, (A_0) și cea revenită la 500°C (A_5) există 6 probe cărora li s-au aplicat câte o călire, o normalizare și o recoacere la 800°C, rezultând probele B₀, C₀ și respectiv D₀. Apoi acestea au fost supuse revenirii la 500°C, cu răcire în aer, obținându-se probele B₅, C₅ și respectiv D₅.



Fig.4.4. Ilustrare schematică a istoriei termice a probelor analizate.

4.3. Mod de lucru

După ce se copie diagrama simplificată a tratamentelor termice aplicate, din Fig.4.4, se analizează microscopic cele 8 probe - pregătite metalografic, în mod corespunzător - și se desenează micrografiile reprezentative ale acestora. în final, se menționează istoria termică a fiecărei probe. (De exemplu pentru proba C_5 : $A_0 \rightarrow C_0 \rightarrow C_5$).

5. LAMINAREA LA CALD A ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI

5.1. Considerații teoretice generale

Cele mai bune caracteristici legate de fenomenele de memoria formei s-au obținut pe AMF cu grosimi mai mici sau egale cu 1 mm [20].

Pentru a obține aceste grosimi pe aliaje policristaline, este necesar să se aplice o deformație plastică de reducere a secțiunii. În acest scop, se folosește de obicei forjarea - ca operație premergătoare secțiunea finală a elementului cu memoria formei fiind obținută în special prin tragere [21] sau laminare [22].

Deoarece marea majoritate a AMF sunt puternic influențate de istoria mecanică, este important să fie evitate efectele ecruisării, induse de tragerea sau de laminarea la rece (care măresc considerabil riscul fisurării). O soluție ar putea fi oferită de recoacerile intermediare, însă în toate situațiile deformarea plastică la rece va duce la apariția unei martensite induse prin tensiune.

Din acest motiv, se practică deformarea plastică la cald cea mai des utilizată metodă fiind laminarea. În plus, dacă laminarea este cumulată cu călirea, se pot obține AMF cu martensită orientată, ceea ce contribuie la îmbunătățirea comportamentului de memoria formei [23].

5.2. Aparatură și materiale

Instalația experimentală de laminare la cald este redată în Fig.5.1. într-o vedere principală, Fig.5.1(a), o vedere din stânga,

20

Fig.5.1(b) și o vedere de sus, Fig.5.1(c). Instalația utilizează atât curent trifazat cât și bifazat.

Circuitul trifazat pornește de la contactorul (1) și include conductorul de alimentare (2), panoul de comandă a motoreductorului (3), conductorul de legătură (7) și motoreductorul (8). Motoreductorul este legat, printr-un cuplaj cu bolțuri elastice (13), de arborele inferior (14) al cajei de laminare (10). Pe capătul opus al acestui arbore este montată o roată dințată de la care mișcarea este preluată prin transmisia flexibilă cu roți dințate (15) și transferată la arborele superior (16), cu un raport de 1:1. Fiind vorba de 3 angrenaje cilindrice consecutive, cei doi cilindri ai cajei, montați pe arborele inferior și respectiv superior, au sensuri opuse de rotație și sunt amândoi "motori".



Fig.5.1.Instalație experimentală de laminare la cald: (a) vedere principală; (b) vedere din stânga; (c) vedere de sus; 1-contactor 380 V; 2-conductor alimentare; 3-panou comandă motoreductor; 4-buton START; 5-buton STOP; 6-buton ÎNAPOI; 7-conductor; 8-motoreductor; 9-cuptor cu bare de silită; 10-cajă; 11-suport; 12-cadru sudat; 13-cuplaj cu bolțuri; 14-arbore inferior; 15-transmisie flexibilă cu roți dințate; 16arbore superior; 17-șuruburi de reglare logometru; 18-panou comandă cuptor; 19-buton pornire cuptor; 20-auto-transformator; 21-tub de alumină; 22-termocuplu; 23-logometru; 24-tijă de împingere; 25-cuvă de călire; 26-popic reglabil [18]. Cilindri de laminare pot fi observați în Fig.5.2(b). Ei sunt confecționați dintr-un oțel aliat pentru scule de deformare plastică la cald, au tăblie netedă, lungime de 120 mm și diametrul exterior de 100 mm. Pentru preîntâmpinarea îngroșării benzii laminate în zona centrală, datorită deformării plastice a cilindrilor, aceștia au un "bombament" de 0,05 mm pe mijlocul axei.

Circuitul bifazat alimentează panoul de comandă (18) al cuptorului cu bare de silită (9) amperajul curentului fiind fixat prin auto-transformatorul (20), la valoarea inițială de 9 A.

Panoul de comandă al motoreductorului, motoreductorul, caja de laminare, cuptorul cu bare de silită precum și cuva de călire (25) sunt fixate pe suportul (11) care este o tablă cu grosimea de 5 mm. Aceasta este sudată de cadrul (12) de care este prins și panoul de comandă al cuptorului.

Instalația conține un tub de alumină (21) pe care se sprijină teaca termocuplului (22) și este dotată cu o tijă de împingere (24).

Pentru desfășurarea lucrării se folosesc probe forjate de AMF Cu-Zn-Al și un set de spioni, pentru verificarea distanței dintre cilindri.

5.3. Mod de lucru

Tehnologia de laminare la cald, se caracterizează prin încălzirea controlată a aliajului, prelucrarea imediată a acestuia de către cilindri (cu evitarea oricăror pierderi de căldură) și călirea instantanee la ieșirea din cajă. În continuare sunt prezentate etapele tehnologiei de laminare, care începe și se termină cu aspectele surprinse în Fig.5.2 care include și elementele 7-26 din Fig.5.1.

4 4

5.3.1. Alimentarea cu semifabricat

După ce s-a conectat circuitul bifazat, s-a reglat temperatura de încălzire la 800° C – cu ajutorul logometrului (23) – și s-a pornit cuptorul cu bare de silită, de la butonul (19), se așteaptă atingerea temperaturii prescrise. Acest moment este marcat prin oprirea automată a alimentării cuptorului de către logometru. Din acest moment, se poate introduce semifabricatul.



Fig.5.2. Aspecte ale tehnologiei de laminare la cald: a) introducerea tijei de împingere în tubul de alumină, pentru deplasarea probei; b) ieșirea probei dintre cilindri [18]. 7,26-elemente componente cu aceeași semnificație ca în Fig.5.1;27-probă laminată;28-colier;29cilindru superior; 30-cilindru inferior;31-priză la 220V;32-apă pentru

Apoi, semifabricatul este introdus în tubul de alumină (21) și împins până la jumătatea tubului, cu ajutorul tijei (24), ca în Fig.5.2(a). Dacă în timpul împingerii semifabricatul s-a rotit, astfel încât suprafața sa nu mai este în plan orizontal, se învârte tubul de alumină (21) până când proba revine la poziția orizontală.

5.3.2. Menținerea

Semifabricatul, ajuns în mijlocul tubului de alumină, se menține în această poziție (la 800°C) timp de 5 minute.

5.3.3. Laminarea și călirea

După ce s-a declanșat alimentarea circuitului trifazat – de la contactorul (1) – și s-a pornit motoreductorul – de la butonul (4) – se împinge semifabricatul, cu ajutorul tijei, până la contactul cu cilindrii de laminare (29) și (30). Momentul ieșirii probei laminate dintre cei doi cilindri (în mișcare) este surprins în Fig.5.2(b). Se observă că proba (27) urmează să intre în apa rece (32) din cuva (25). Reglarea poziției cuvei de călire se asigură de la popicul (26). Oprirea motoreductorului este comandată prin butonul (5).

După fiecare trecere, distanța dintre cilindrii de laminare este redusă, prin strângerea șuruburilor de reglare (17). Dacă semifabricatul se blochează, motoreductorul (8) este oprit de la butonul (5) și apoi sensul rotației sale este inversat, de la butonul (6).

În general, distanța dintre cilindri se reduce, la fiecare trecere, cu câte aproximativ 0,8 mm, ceea ce corespunde unei rotații de cca. 1200 a șuruburilor de reglare (17). Laminarea se continuă până la obținerea unei grosimi de 0,5 mm. La sfârșit, se verifică prezența efectului simplu de memoria formei – pe proba laminată - se menționează numărul de treceri și se determină gradul de reducere a secțiunii, cu relația:

$$\varphi = \frac{g_i - g_f}{g_i} \cdot 100 \tag{5.1}$$

în care:

g_i – grosimea inițială a semifabricatului forjat iar

g_f – grosimea finală a probei laminate.

6. EDUCAREA LA ÎNCOVOIERE A ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI, LAMINATE

6.1. Considerații teoretice generale

Educarea este un tratament termomecanic prin care un AMF este forțat să parcurgă un anumit traseu, în spațiul temperatură-tensiunedeformație, până când dobândește efect de memoria formei în dublu sens (EMFDS). EMFDS presupune redobândirea spontană atât a formei calde cât și a celei reci, prin încălzire, respectiv răcire. În plus, un AMF educat "își amintește toate formele intermediare, caracteristice temperaturilor atinse în timpul răcirii sau încălzirii [8].

Educarea se poate face [8]: prin supradeformare în stare martensitică, prin cicluri de memoria formei, prin efect pseudoelastic, prin ciclare combinată sau sub tensiune constantă.

În toate variantele și procedurile de educare, condiția necesară obținerii EMFDS este formarea martensitei orientată preferențial, direct din procesul de răcire [18].

EMFDS astfel obținut se numește "extrinsec" sau "în sistem" – dacă este generat de tensiuni externe (care influențează creșterea preferențială a martensitei) și "intrinsec" dacă se produce în absența oricărei acțiuni mecanice [22].

Educarea la încovoiere sub sarcină este o metodă eficace de obținere a EMFDS în sistem. După aceasta, sarcina se îndepărtează și aliajul educat efectuează cicluri de EMFDS intrinsec. În felul acesta se pot obține activatori electrici cu memoria formei [24].

4 -

6.2. Aparatură și materiale

Se utilizează probe laminate care sunt educate și studiate cu ajutorul unei instalații experimentale, numită deflectometru [8]. Din punct de vedere constructiv, deflectometrul se compune dintr-un ansamblu mecanic și o instalație electrică.

Ansamblul mecanic al deflectometrului, se compune dintr-un suport (pentru solidarizarea probei și a sistemului de încălzire cu ventilatorul utilizat pentru răcire și pentru asigurarea rotației independente a probei); o coloană (pentru orientarea și fixarea suportului) și un ansamblu ghidare traductor (care asigură poziționarea corectă a traductorului de deplasare). Elementele ansamblului mecanic sunt fixate pe o placă de bază din textolit. Suportul se poate roti liber pe coloană, într-o poziție de educare și o poziție de ciclare (centrată pe axa ansamblului ghidare traductor). Cele două poziții sunt decalate la 900.

Instalația electrică se compune dintr-un sistem de măsurare a deplasării (include două traductoare inductive diferențiale); un sistem de măsurare a temperaturii (cu o diodă de siliciu montată în conducție) și un sistem de alimentare a acestora (cu 2 stabilizatoare integrate).

Principiul de funcționare a deflectometrului, în regim automatizat, este schematizat în Fig.6.1. Proba (1) a fost educată la încovoiere, deci prezintă EMFDS. Proba este prinsă în menghina din textolit (2). Pe probă s-a așezat dioda termică (5), peste care s-a introdus teaca de teflon (3) și l-a înfășurat rezistența electrică de Kantal (4).



Fig.6.1. Ilustrarea principiului de funcționare a deflectometrului: 1 – probă; 2- menghină; 3 – teflon; 4 – rezistență electrică; 5 – diodă termică;6 – ventilator;7 – suport;8 – ferită;9 – limitator de deplasare.

La încălzirea probei, de către rezistența electrică, capătul ei liber tinde să se ridice și se deplasează spre stânga. La atingerea unuia dintre limitatorii de deplasare (9), încălzirea este oprită și începe răcirea cu aer, efectuată de ventilatorul (6). Capătul probei coboară deplasânduse spre dreapta, până la atingerea celuilalt limitator (9). Variațiile de temperatură ale probei sunt măsurate cu dioda termică (5) iar deplasarea capătului liber cu traductorul de deplasare, controlat prin feritele (8), înglobate în suportul de textolit (7). Cu ajutorul celor două semnale – temperatură (T) și deplasare (D) – se trasează, pe un inscriptor, curbe de variație care au fost numite deflectograme.

6.3. Modul de lucru

Montajul experimental utilizat pentru trasarea deflectogramelor este redat în Fig.6.2. Aceasta include o vedere principală Fig.6.2(a), o vedere din dreapta Fig.6.2(b) și o vedere din dreapta-sus.

6.3.1. Educarea la încovoiere

Proba (1) se fixează în sistemul de prindere (2) și se introduce în teaca de teflon, peste care s-a răsucit rezistența electrică de Kantal. De capătul liber al probei se atașează un sistem de fixare, de care se agață două greutăți egale.



Fig.6.2.Montaj experimental pentru trasarea deflectogramelor: (a) vedere principală;(b) vedere di dreapta;(c) vedere din dreapta sus:1-probă;2-sistem de prindere probă;3contrapiuliță;4-placă de aluminiu;5-port-traductor;6-cablu alimentare rezistență;7-cablu conectare diodă termică;8-indicator temperatură;9-ferită;10-cablu conectare traductor de deplasare;11-indicator de deplasare;12-buton reglare la 0 a deplasării;13-suport;14priză de alimentare a încălzirii probei;15-conductor de alimentare a circuitului de încălzire;16-cablu alimentare cu tensiune constantă;17-banană de alimentare cu tensiune constantă;18-sursă stabilizată de tensiune;19-capac instalație electrică;20-priză de transmitere a semnalului la inscriptor;21-buton de pornire a inscriptorului; 22trasator;23-buton de coborâre a trasatorului;24-deflectogramă; 25-manetă pornire sursă stabilizată;26-ventilator;27-priză 220V;28-selector

Pentru educare, selectorul (28) trebuie comutat în poziția manual (M). Încălzirea este alimentată prin tragerea manetei (25) și este comandată prin apăsarea butonului cu care este dotat selectorul. În total, se poate obține o sarcină de 300g. După 20-30 de cicluri, se constată că deplasarea capătului liber al probei s-a stabilizat.

Observație: Educarea se face fără dioda termică, deoarece este de așteptat ca temperatura să crească peste 200°C (temperatura maximă de funcționare a diodei).

6.3.2. Trasarea deflectogramelor

Se desprinde sarcina, se introduce dioda termică și se atașează, de capătul liber al probei, o placă de aluminiu (4). Dacă, la educare, proba s-a distorsionat, sistemul de prindere (2) se poate roti până când muchia plăcii de aluminiu ajunge în plan orizontal. La atingerea poziției dorite, sistemul se blochează cu contrapiulița (3).

Se rotește tot suportul (13) – cu tot cu probă și ventilator – până se așează de-a lungul axei ansamblului port-traductor.

Apoi, combinând deplasarea și rotirea port-traductorului (5) cu coborârea-urcarea suportului pe coloană, se poziționează placa de aluminiu între ramurile port-traductorului, în așa fel încât să nu atingă feritele (9) dar să le ecraneze complet una față de alta. Această poziționare trebuie, în plus, să asigure și contactul dintre placa de aluminiu și limitatorul inferior de deplasare.

Se conectează selectorul (28) pe poziția automat (A) și se pornește sursa stabilizată de tensiune (18). În acest moment, proba este încălzită iar temperatura ei poate fi urmărită la galvanometrul (8). Capătul lamelei se ridică și odată cu el se ridică și placa de aluminiu până când ia contact cu limitatorul superior de deplasare. Atunci este pornit automat ventilatorul (26) care produce coborârea capătului liber al probei. Deplasarea acestuia, atât la urcare cât și la coborâre, se poate urmări cu galvanometrul (11).

Semnalele temperaturii și deplasării sunt aduse la priza (20) de care se conectează inscriptorul. Se apasă butonul (23), de coborâre a trasatorului (22) pe hârtie. Se pornește inscriptorul, de la butonul (21).

Deflectograma este trasată automat. Dacă se dorește obținerea acesteia în timpul răcirii în aer liber, se decuplează ventilatorul, de la priza (27).

Oprirea experimentului presupune ridicarea trasatorului de la butonul (23); oprirea inscriptorului de la butonul (21); deconectarea sursei de alimentare (18), prin apăsarea manetei (25) – dar numai în timpul răcirii - și în fine deconectarea deflectometrului de la rețea (după ce placa de aluminiu a atins limitatorul inferior oprind funcționarea ventilatorului).

6.3.3. Studiul deflectogramelor

Deflectogramele înregistrate de inscriptor au forma unor bucle închise, deplasare-temperatură. O astfel de deflectogramă s-a prezentat în Fig.6.3. Se observă că, prin deconectarea ventilatorului, s-a obținut (cu linie întreruptă) o curbă de răcire în aer liber care duce la apariția unei deformații permanente de cca. 0,1 mm, pe axa deplasării.

Așa cum se arată în Fig.6.3, pe deflectograme se determină grafic punctele critice de transformare.



Fig.6.3. Determinarea punctelor critice de transformare cu ajutorul deflectogramei, la probele educate.

Se observă că acestea sunt definite ca puncte de schimbare a pantei de încăzire sau răcire. Valorile obținute s-au trecut în Fig.6.3, pentru exemplul dat.

Utilizând același procedeu, se determină punctele critice, rezultate prin educare, pe deflectograma trasată efectiv, în cadrul lucrării.

Observație: Punctele critice ale probelor educate s-au notat cu indice prim pentru a le deosebi de temperaturile specifice materialului inițial, care nu a suferit nici o acțiune mecanică sau termică.

7. CURBE DE RUPERE ȘI BUCLE PSEUDOELASTICE LA TRACȚIUNE, ALE ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI

7.1. Considerații teoretice generale

Atunci când sunt solicitate la tracțiune, AMF pseudoelastice, au o comportare caracteristică, atât în timpul încărcării cât și la descărcare. Aspectele tipice încărcării sunt evidențiate cu ajutorul curbelor de rupere iar particularitățile descărcării sunt studiate cu buclele pseudoelastice.

7.1.1. Curbe de rupere ale AMF

Curbele de rupere la tracțiune ale AMF pseudoelastice au fost clasificate în trei grupe:

(i) cu curgere inițială, cauzată de fenomenul de demaclare [25];

(ii) cu superelasticitate simplă [26]; și

(iii) cu superelasticitate cu curgere dublă [27].

Curgerea inițială este cauzată de demaclarea martensitei termoelastice, ca urmare a reorientării variantelor de martensită sub efectul tensiunii aplicate. O curbă tipică de rupere la tracțiune, prezentând fenomenul de curgere inițială, este ilustrată în Fig.7.1. Se observă că materialul s-a deformat elastic la început, până în punctul A, după care s-a produs reorientarea martensitei, însoțită de o creștere treptată a modulului longitudinal de elasticitate. Se observă, de asemenea, că ruperea s-a produs în punctul P, la o tensiune de 411 MPa și o alungire relativă totală de 2,07%. Prezența curgerii inițiale, fără nici un alt fenomen însoțitor, este o caracteristică a pseudoelasticității de maclare (pseudomaclare) [3].

F0



Fig.7.1. Curbă de rupere la tracțiune a unui AMF Cu-Zn-Al forjat, prezentând curgere inițială [25]

În cazul în care, pe porțiunea de încărcare a curbei de tracțiune, apar unul sau două paliere, se pot defini fenomenele de superelasticitate simplă sau respectiv cu curgere dublă (cu condiția apariției acelorași paliere și pe porțiunile de descărcare a curbelor respective) [8].

Superelasticitatea simplă se caracterizează prin prezența unei transformări martensitice indusă prin tensiune, care se produce la încărcare. Două curbe de rupere la tracțiune, cu superelasticitate simplă, sunt ilustrate în Fig.7.2. Curba din Fig.7.2(a) s-a obținut pe o epruvetă din Cu-Al-Ni care a suferit o revenire medie (300° C/5 min/apă) și una joasă (100° C/5 min/aer) [26]. Tensiunea medie a palierului este σ î = 14 MPa fiind mult mai mică decât tensiunea de rupere, σ r = 271 MPa. Cea de a doua curbă, din Fig,7.2(b), s-a obținut pe același aliaj Cu-Zn-Al ca și în Fig.7.1 – care a suferit o revenire (400° C/5 min/aer) [25]. Este de remarcat că ambele curbe s-au putut trasa numai după tratament termic. Însă, chiar și după tratament termic, AMF Cu-Zn-Al, și-a păstrat curgerea inițială.

E 2



Fig. 7.2. Curbe de rupere la tracțiune, prezentând superelasticitate simplă (a) pentru Cu-Al-Ni supus unei reveniri medii (300°C/5 min/apă) și uneia joase (100°C/5 min/aer); (b) pentru Cu-Zn-Al forjat și revenit (400°C/5 min/aer) [25],[26].

Superelasticitatea cu curgere dublă a fost observată atât la AMF Cu-Zn-Al cât și la AMF Cu-Al-Ni. O curbă tipică de rupere la tracțiune, prezentând curgere dublă, este redată în Fig.7.3, pentru un AMF Cu-Al-Ni.

F 4



Fig. 7.3. Curba de rupere la tracțiune, prezentând superelasticitate cu curgere dublă, în cazul unui AMF Cu-Al-Ni [27].

Tensiunile celor două paliere de încărcare sunt $\sigma_{i1} = 75$ MPa și $\sigma_{i2} = 103$ MPa și corespund la două transformări martensitice induse prin tensiune. Martensita indusă prin tensiune care se obțin pe cel de-al doilea palier, se deformează elastic între 103 și 245 MPa (care reprezintă limita de elasticitate, σ_e). Ruperea s-a produs la o tensiune de 384 MPa și o alungire de 2% [27].

În urma unui ciclu de încărcare-descărcare la tracțiune a AMF, se obține o buclă pseudoelastică.

7.1.2. Bucle pseudoelastice ale AMF

În funcție de absența sau prezența palierelor pe porțiunea de descărcare, se definesc buclele de pseudomaclare sau respectiv buclele superelastice.

Buclele de pseudomaclare se caracterizează prin prezența curgerii, atât la începutul încărcării cât și la sfârșitul descărcării. Un exemplu de buclă de pseudomaclare este prezentat în Fig.7.4. Acest

rezultat s-a obținut cu o epruvetă din același AMF Cu-Zn-Al, ca și cel din Fig.7.1 și 7.2(b). După forjare, aliajul a fost supus unui tratament termic complex, compus dintr-o normalizare (800°C/5 ore/aer) și o revenire joasă (200°C/5 min/aer). Prezența curgerii de la sfârșitul descărcării, în vecinătatea punctului B, sugerează că, la sfârșitul solicitării, aliajul se comportă ca și cum variantele de martensită "s-ar remacla", revenind la orientarea inițială, dinaintea încărcării [18].



Fig. 7.4. Buclă de pseudomaclare, obținută cu un AMF Cu-Zn-Al forjat, normalizat (800°C/5 ore/aer) și o revenire joasă (200°C/5 min/aer) [18].

Buclele superelastice pot prezenta, ca și curbele de rupere, superelasticitate simplă sau dublă. Două astfel de bucle superelastice sunt prezentate în Fig.7.5. Bucla superelastică din Fig.7.5(a) este cu superelasticitate simplă și s-a obținut cu un AMF Cu-Zn-Al care a suferit o revenire medie (300°C/5 min/aer). În concordanță cu curba de rupere din Fig.7.3, bucla superelastică din Fig.7.5(b) este tot cu curgere dublă, fiind obținută pe același AMF Cu-Al-Ni.



Fig.7.5. Bucle superelastice tipice AMF policristaline: a) superelasticitate simplă la Cu-Zn-Al după revenire (300°C/5 min/aer); b) superelasticitate cu curgere dublă la Cu-Al-Ni [28,29].

Pentru studiul buclelor pseudoelastice, atât cu pseudomaclare cât și cu superelasticitate, s-au introdus o serie de parametri de pseudoelasticitate (PSE) [8]. În funcție de natura lor, parametrii de PSE au fost împărțiți în [30]:

- deformaționali: tensiunea palierului de încărcare (σ_i);tensiunea palierului de descărcare (σ_d); alungirea relativă totală (ϵ_t); alungirea relativă recuperabilă ($\epsilon_{rec} = \epsilon_t - \epsilon_p$);

- energetici: energia consumată într-un ciclu de încărcaredescărcare (E₁); energia eliberată la descărcare (E₂); randamentul de înmagazinare a energiei [$\eta = E_2/(E_1E_2) \cdot 100$]. Energia totală consumată numai la încărcare, este E_1E_2 .

Se poate observa că o parte dintre parametrii deformaționali de PSE – și anume alungirile relative – au fost notați pe Fig.7.4 și 7.5, care prezintă bucle de pseudomaclare. Pentru definirea parametrilor de PSE, se prezintă bucla schematică de pseudoelasticitate din Fig.7.6. Pe figură este ilustrat modul de determinare a tensiunilor palierelor de încărcare și de descărcare (σ_i și respectiv σ_d) precum și semnificația parametrilor energetici E_1 și E_2 .

Observații:

1) În Fig.7.6 se observă că energia consumată, (numită și histerezis mecanic) conține o parte blocată (hașurată mai fin) și o parte disipată sub formă de căldură, datorită frecării interne [14].

2) Un material pseudoelastic este cu atât mai performant cu cât are un randament de înmagazinare a energiei și o alungire totală mai ridicate.



Fig. 7.6. Curbă schematică, de definire a parametrilor PSE [8,14].

7.2. Aparatură și materiale

Se utilizează probe lamelare din AMF și mașina de încercat la tracțiune de tip Heckert FPZ 100/1, prezentată în Fig.7.7.

Pentru măsurarea lamelelor se folosesc: un şubler şi un micrometru de exterior.



Fig.7.7. Maşina de încercat la tracțiune de tip Heckert FPZ 100/1

7.3. Mod de lucru

Se măsoară, cu micrometrul, lățimea (b_o) și grosimea (g_o) a probelor lamelare. Cu șublerul, se măsoară lungimea inițială de prindere între bacuri (l_o) care se marchează prin zgâriere ușoară. Se determină secțiunea inițială:

$$S_o = b_o \cdot g_o; \qquad [mm^2] \qquad (7.1)$$

Se stabilește viteza de avans (VT), a traversei inferioare a mașinii de încercat la tracțiune, din

$$\varepsilon = \frac{V_T}{60 \cdot l_o}$$

Se obține:

 $V_{\rm T} = 60 \cdot l_{\rm o} \cdot \varepsilon; \quad [\rm mm/min] \qquad (7.2)$

în care viteza de alungire relativă se consideră $\varepsilon = 10^{-5} \cdot s^{-1}$. După aplicarea relației (7.2), de la panoul mașinii se selectează cea mai apropiată valoare a vitezei de avans, față de cea calculată.

Se calculează forța maximă (F_{max}) a încercării, stabilidu-se o tensiune maximă (F_{max}) de 200 MPa, din:

$$F_{max} = F_{max} \cdot S_o; \qquad [N] \qquad (7.3)$$

F0

Observație: $1 \text{ MPa} = 1 \text{ N/mm}^2$.

Proba măsurată este supusă unui ciclu pseudoelastic de încărcare-descărcare. Apoi, prin planimetrarea diagramei înregistrată de mașina de tracțiune, se determină energia consumată la încărcare (E₁ + . E₂, ca aria de sub curba de încărcare) și energia eliberată la descărcare (E₂, ca aria de sub curba de descărcare) conform Fig.7.6.

Se determină randamentul de înmagazinare a energiei:

$$\eta = E_2 / (E_1 E_2) \cdot 100 \tag{7.4}$$

8. VARIAȚIA HISTEREZISULUI ÎN TIMPUL CICLĂRII

8.1. Considerații teoretice generale

S-a constatat că în timpul educării aliajelor cu memoria formei (AMF) pe orice traseu repetat din spațiul tensiune - deformație temperatură, se obține în cele din urmă o buclă închisă [14,22]. Momentul închiderii buclei coincide cu încheierea educării și apariția efectului de memoria formei în dublu sens (EMFDS), [8]. Dacă ciclarea va fi continuată, se consideră că deformația permanentă nu va mai crește, față de valoarea atinsă în momentul închiderii buclei.

Prin urmare, odată cu obținerea EMFDS, AMF ar trebui să poată fi ciclate (mecanic, termic sau termomecanic) fără ca traseul lor să mai sufere vreo altă modificare față de modificările survenite în timpul educării.

Cu toate acestea, experimentele, care presupun ciclări relativ îndelungate, au arătat că bucla închisă se modifică în sensul scăderii ariei sale.

Cu alte cuvinte, prin ciclare histerezisul (atât mecanic cât și termic) scade [21].

8.1.1. Reducerea histerezisului prin ciclare mecanică

Un exemplu de reducere a frecării interne (histerezisul mecanic) este ilustrat în Fig.8.1. Prin intermediul curbelor de tracțiune la temperatura ambiantă, se poate urmări reducerea energiei datorate frecării interne, pe parcursul a 5 cicluri de încărcare-descărcare. Tensiunea maximă admisă este de 280 MPa. Într-al cincilea ciclu s-a obținut o buclă închisă. Prin calcularea ariilor de sub fiecare curbă de

încărcare și de descărcare se determină energia totală consumată la încărcare (E_1+E_2) și respectiv energia eliberată la descărcare (E_2).

Cu aceste valori, se pot determina energia disipată pe parcursul unui ciclu de încărcare-descărcare (E₁, care reprezintă histerezisul mecanic)



Fig.8.1. Evoluția buclelor pseudoelastice în timpul ciclării mecanice, până la educare [30].

și randamentul de înmagazinare a energiei $[\eta = E_2/(E_1+E_2)\cdot 100]$. Evoluția acestor 2 parametri energetici de PSE, pe parcursul celor cinci cicluri de încărcare-descărcare din Fig.8.1, este ilustrată în Fig.8.2.



Fig.8.2. Variațiile randamentului de înmagazinare a energiei (□) şi a histerezisului mecanic (E1) în funcție de numărul de cicluri (N), corespunzătoare buclelor pseudoelastice din Fig.8.1 [30].

Rezultatele arată că, de la primul la al cincilea cilcu, randamentul a crescut continuu (de la cca.67, la aprox.87%) iar histerezisul mecanic a scăzut continuu (energia specifică, disipată în fiecare ciclu, variind de la cca.47, la aprox.14 MJ/m3) [30].

8.1.2. Reducerea histerezisului în timpul ciclurilor de EMFDS.

În Fig.8.3, sunt prezentate curbele de variație ale deplasării capătului liber al unei lamele din AMF, care a fost educată la încovoiere, în funcție de temperatură (deflectograme). Acestea au fost înregistrate pe deflectometrul din laborator, la fiecare cinci cicluri. Se observă că aria deflectogramelor scade în timpul ciclării. În paralel, deflectogramele devin mai înclinate iar curbura de la capete crește.

~ ^

Prin planimetrarea deflectogramelor, se determină aria lor, direct proporțională cu histerezisul transformării. Această arie – ca și la buclele pseudoelastice – este o măsură a frecării interne.



Fig.8.3. Evoluția deflectogramelor în timpul ciclării prin EMFDS [30].
Variația histerezisului, în timpul ciclării prin EMFDS, este redată în
Fig.8.4. Se observă că, după 35 de cicluri de EMFDS, histerezisul
deflectogramelor a scăzut cu cca. 33%.



Fig.8.4. Variația histerezisului în timpul ciclării prin EMFDS, conform Fig.8.3.

8.2. Aparatură și materiale

Se folosesc rezultatele de la educarea prin încovoiere a AMF și buclele pseudoelastice la tracțiune, obținute pe deflectometru și respectiv mașina de încercat la tracțiune. Pentru planimetrarea deflectogramelor și a buclelor pseudoelastice se utilizează un planimetru "daro REISS".

8.3. Mod de lucru

Se aleg deflectogramele ciclurilor: 1, 5, 10..., 35, care se planimetrează, pentru a se determina histerezisul procentual, al fiecăreia, considerându-se 100% valoarea pentru primul ciclu. Cu valorile obținute, se trasează variația histerezisului, în timpul ciclării prin EMFDS, ca în Fig.8.4.

Buclele pseudoelastice, ale primelor 10 cicluri de încărcaredescărcare la tracțiune, sunt planimetrate pentru a se determina valorile relative ale histerezisului mecanic (energia disipată E_1), în raport cu prima buclă. Cu valorile obținute se trasează o diagramă de variație a energiei disipate, definită procentual în raport cu primul ciclu.

În final, se menționează, atât la ciclarea mecanică cât și la ciclarea prin EMFDS, valoarea procentuală cu care s-a redus histerezisul – față de 100% cât s-a considerat în primul ciclu – și numărul de cicluri în care s-a produs această reducere.

9. STUDIUL EFECTULUI DE MEMORIA FORMEI CU REVENIRE REȚINUTĂ

9.1. Considerații teoretice generale

Fenomenul de revenire reținută constă din Împiedicarea redobândirii formei calde, prin efect simplu de memoria formei (EMF), din cauza unei constrângeri exterioare [8]. Prin revenire reținută, un element cu memorie, deformat la rece, este Împiedicat să revină la forma caldă și din acest motiv, el generează o tensiune, prin Încălzire.

Modalitatea cea mai operativă de evidențiere a fenomenului de revenire reținută necesită utilizarea unei mașini de Încercat la tracțiune. După terminarea unei probe, traversa mașinii este blocată și probei i se aplică o Încălzire. La atingerea temperaturii critice (A'_s), proba va tinde să se contracte, generând o forță (tensiune) de Întindere. Mașina va înregistra în mod automat, această variație a forței în timp.

9.1.1. Revenire reținută, la încovoiere triplă

Pentru a putea măsura forța generată prin revenire reținută , folosind traductorul mașinii de încercat la tracțiune , s-a folosit o formă caldă obținută prin "încovoiere triplă". Cele trei etape parcurse de probă, în timpul experimentului de evidențiere a EMF cu revenire reținută prin Încovoiere triplă, sunt prezentate În Fig.9.1.



Fig.9.1. Evidențierea EMF cu revenire reținută, prin Încovoiere triplă, a fost Însoțită de dezvoltarea unei forțe de 6,5 N, la un AMF Cu-Al-Ni [29].

Forța de 6,5 N a fost dezvoltată În 11 secunde, timp În care proba (având forma rece) a fost Încălzită cu un arzător mobil până la 130°C [29].

9.1.2. Revenire reținută, la tracțiune

Un exemplu de variație a tensiunii de întindere în timpul dezvoltării EMF cu revenire reținută (cu activare termică), este redat În Fig.9.2. Proba de AMF Cu-Al-Ni a fost alungită pe mașina de tracțiune până în punctul a în care s-a atins o alungire de 1,4% și o tensiune de 214 MPa. Blocând traversa mașinii, alungirea de 1,4% s-a menținut constantă în continuare, când s-au aplicat două încălziri Q_1 și Q_2 (cu un arzător mobil) succedate de câte o răcire În aer.



Fig.9.2. Diagramă schematică cumulată pentru evidențierea EMF cu revenire reținută la tracțiune (cu activare termică), în timpul celor două Încălziri, Q_1 și Q_2 , la un AMF Cu-Al-Ni [31].

Se observă că atât Înaintea cât și după momentul dezvoltării EMF (cu linie groasă), predomină dilatarea termică (cu linie Întreruptă). Acest lucru arată că În timpul Încălzirii se produce o echilibrare continuă Între dilatare termică (care induce alungire, deci reducerea tensiunii) și EMF (care favorizează contracția, deci creșterea tensiunii). După o răcire În aer (de) se aplică a doua Încălzire(Q2) În timpul căreia - pe porțiunea f_g - este generată o tensiune de 128,6 MPa [31].

O comportare asemănătoare, în ceea ce privește EMF cu revenire reținută la tracțiune, s-a obținut prin activarea electrică a încălzirii. Variația rezultantă a tensiunii de întindere, în funcție de timp, este ilustrată În Fig.9.3. În acest caz, epruveta a fost o lamelă din AMF Cu-Zn-Al, iar răcirea s-a efectuat În două faze: (i) În aer (de) și (ii) cu apă (ef). În Fig.9.3 este redată numai o parte din diagrama cumulată, ilustrată În Fig.9.2. în cazul de față, traversa a fost blocată după atingerea unei alungiri relative $\varepsilon_{max(a)} \approx$ cu 0,92% și a unei tensiuni $\sigma_{max(a)} \approx$ 97 MPa (În punctul a).



Fig.9.3. Variația tensiunii la Întindere În timpul unui ciclu de Încălzire prin activare electrică și răcire În două etape, cu evidențierea EMF cu revenire reținută la tracțiune [32].

Încălzirea prin activare electrică permite un control mult mai riguros al temperaturii (față de activarea termică). Din acest motiv, tensiunea atinsă la sfârșitul ciclului (în f) este identică cu cea de la început (în a). Prin urmare, comportamentul este stabil [32].

9.2. Aparatură și materiale

Se utilizează probe lamelare din AMF și mașina de încercat la tracțiune Heckert FPZ 100/1 (prezentată în lucrarea nr.7). La aceasta se adaugă sistemul de activare termică, schematizat în Fig.9.4 (care include și valorile tensiunii electrice măsurate în primar, U_p și în secundar, U_s , atât în prezența cât și în absența sarcinii).

70



Fig.9.4. Schema sistemului de activare electrică și valorile caracteristice ale tensiunii electrice. Proba se conectează la conductorii a și b: 1-reostat; 2-auto-transformator; 3-transformator de curent alternativ [32].

Sistemul de activare electrică conține un transformator de curent alternativ (3) și un auto-transformator (2) la care se adaugă un reostat (1). în felul acesta, s-a obținut un curent de cca. 100A (pentru încălzirea probei) și s-a putut proteja rețeaua de alimentare electrică, față de un astfel de curent.

9.3. Mod de lucru

Principiul montajului experimental, utilizat pentru studiul EMF cu revenire reținută la tracțiune, obținut prin activare electrică, este ilustrat în Fig.9.5.


Fig.9.5. Principiul montajului de evidențiere a EMF cu revenire reținută la tracțiune, prin activare electrică : 1-probă; 2-menghină fixă; 3-izolator; 4-menghină mobilă; 5,6-conductori electrici; 7-termocuplu [32].

Proba (1) se prinde, Între menghina fixă (2) și cea mobilă (4), Împreună cu conductorii electrici (5) și (6) - aceiași cu cei de la ieșirea sistemului de activare electrică (a și b) din Fig.9.4. Prinderea este făcută astfel încât să se evite contactul dintre probă și menghina fixă, prin intermediul izolatorilor (3). La mijlocul probei se fixează (cu o sârmă răsucită) termocuplul (7). Pentru ca tensiunea termoelectromotoare a termocuplului să nu fie influențată de curentul ridicat, furnizat de sistemul de activare electrică, vârful termocuplului este lipit de probă cu o pastă specială care are doar conductivitate termică, nu și electrică.

După alegerea vitezei de alungire relativă (ϵ) se Începe experimentul, după principiul prezentat în capitolul 9.1.2:

70

 Se porneşte traversa mobilă care se blochează după atingerea alungirii şi tensiunii dorite. Cu cât alungirea va fi mai mare cu atât mai mare va fi EMF cu revenire reținută.

2) Se pornește activarea electrică, limitând încălzirea pe cât posibil la domeniul de producere a EMF (pe care tensiunea crește). Prin urmare, încălzirea va fi întreruptă imediat ce se observă cea de-a doua tendință de scădere a tensiunii de întindere (pe porțiunea cd, din Fig.9.3).

3) Se aplică cele două etape de răcire (în aer și în apă).

4) Se urmărește variația temperaturii probei, În corelație cu variația tensiunii de Întindere, În funcție de timp (înregistrată automat de mașina de Încercat la tracțiune). Asfel se vor determina temperaturile de Început (A'_s) și de sfârșit (A'_f) de generare a EMF prin revenire reținută (corespunzătoare punctelor b și respectiv c, din Fig.9.3).

10. ELABORAREA ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI Cu-Al-Ni

10.1. Considerații teoretice generale

Elaborarea este prima etapă din procesul de obținere a A.M.F. Procedeele de elaborarea se diferențiază în funcție de tipul, structura și proprietățile aliajului. Aceste procedee pot fi împărțite în două categorii: elaborarea A.M.F. policristaline și elaborarea A.M.F. monocristaline [8,33]. În esență însă, la elaborarea A.M.F. există trei scopuri comune: obținerea unor compoziții chimice cu precizie ridicată, un conținut cât mai scăzut de impurități și obținerea unei structuri metalice prestabilite. [2]

Variantele tehnologice de elaborare a A.M.F. utilizate de firmele producătoare consacrate – Krupp, Mercedes, Philips, Raychem (S.U.A.), Toky (Japonia), Tréfimetaux (Franța) [8,34] au la bază elaborarea în cuptoare de înaltă și medie frecvență cu atmosferă inertă sau depresurizată. Particularitățile și detaliile tehnice ale acestor tehnologii sunt secrete de fabricație și în general nu sunt date publicității. Sunt bine cunoscute însă rezultatele cercetărilor asupra proprietăților și structurii aliajelor cu memoria formei.

Aliajul cu memoria formei Cu-Al-Ni face parte din clasa A.M.F. pe bază de cupru alături de Cu-Zn, Cu-Al, Cu-Sn, Cu-Zn-Al, Cu-Al-Mn, Cu-Al-Be. Dintre aceste numeroase aliaje, deocamdată doar Cu-Al-Ni și Cu-Zn-Al sunt considerate de importanță industrială [14]. Proprietățile A.M.F. Cu-Al-Ni sunt sensibile la concentrația elementelor de aliere. Cu-Al-Ni este un derivat al aliajului Cu-Al a cărui diagramă de echilibru este dată în Fig.10.1. Aici se observă că regiunea fazei β

74

(structură C.V.C.) se situează în jurul compoziției de 12% m Al în domeniul temperaturilor ridicate.

Faza β stabilă la temperatură înaltă, la echilibru se transformă eutectoid la 565°C în fază α maleabilă și fază γ_2 foarte fragilă [35]. Călirea aliajului cu compoziție eutectoidă (11,8%(m) sau 24%(at),Al), efectuată din regiunea de stabilitate a fazei β , suprimă transformarea eutectoidă și faza β suferă mai întâi o transformare de tip ordine– dezordine trecând în faza β_1 ordonată (vezi Fig.10.1 regiunea cu linie întreruptă) și apoi la temperatura M_s corespunzătoare - marcată pe diagrama din Fig.10.1 cu linie punctată - se transformă în martensită. Martensita obținută în acest proces diferă în funcție de concentrația de Al a aliajului.



Fig. 10. 1. Diagramă de fază pentru aliajul binar Cu-Al.
Linia punctată arată variația temperaturii Ms.
Cu linie întreruptă sunt marcate domeniile, cu fazele
corespunzătoare, apărute la răcirea rapidă. [11,14].

70

Pe diagrama din Fig.10.1 sunt marcate cu linie întreruptă 5 domenii unde există trei tipuri de martensită distribuite după cum urmează: $\beta', \beta' + \beta'_1, \beta'_1, \beta'_1 + \gamma'_1 și \gamma'_1$. Transformarea fazei β în fază β_1 ordonată cu structuri de tip DO₃ sau Fe₃Al; se produce la concentrații mai mari de 11% Al. Transformarea ordine-dezordine are loc inevitabil la răcire rapidă și faza martensitică formată moștenește structura ordonată a fazei β_1 din care provine. [11]

În aliajul binar Cu-Al pentru obținerea unei temperaturi M_s convenabile pentru aplicații, apropiată de temperatura ambiantă, este necesară o concentrație de 14% Al valoare la care este practic imposibil de a obține faza β fără prezența fazei γ_2 foarte fragilă, care nu se transformă martensitic și face aliajul fragil și deci inutilizabil. Alierea cu Ni reduce difuzia atomilor de Cu și Al, deplasează domeniul β spre concentrații mai ridicate de Al fără a modifica semnificativ Ms și produce o stabilitate mai mare a fazei β în Cu-Al-Ni decât în Cu-Al [14]. Concentrația eutectoidă se mărește la 13,2% Al pentru 4% Ni, temperatura M_s corespunzătoare fiind de 150°C [35]. Fig.10.2 prezintă o secțiune transversală prin diagrama ternară Cu-Al-Ni, efectuată la o concentrație de 3%(m)Ni. Peste 5% Al efectul alierii cu nichel este negativ din cauza apariției precipitatelor foarte fragile de Ni-Al [14].



Fig. 10.2. Secțiune a diagramei ternare Cu-Al-Ni, pentru concentrația de 3%(m)Ni [11].

Influența nichelului asupra structurii fazice a aliajului Cu-Al-Ni se poate observa în diagrama din Fig.10.3 care reprezintă o secțiune prin diagrama ternară la o concentrație fixă de 14%(m)Al. Întrucât aliajele utilizate pentru aplicații au compoziția Cu-(13-14)%Al-4%Ni cu M_s de 200°C pentru 13%Al și 50°C pentru 14%Al, structura de echilibru a acestor aliaje poate fi prezentată folosind diagrama din Fig.10.3. [36].



Fig. 10.3. Secțiune verticală, la 14%Al, prin diagrama ternară Cu-Al-Ni [36].

Conform secțiunii verticale (la 14%Al) prin diagrama ternară Cu-Al-Ni, din Fig.10.3, structura de echilibru a acestor aliaje cuprinde [36]: faza α (CuNi, CFC, a = 0,3614 nm) [37]; faza β_1 (Cu₃Al, DO3, CVC ordonat a = 0,584 nm) [38] și faza γ_2 (Cu₉Al₄, cub complex, a = 0,869 nm) [39].

La călirea acestor aliaje se obține martensita γ'_1 , cu ordine de împachetare 2H și celulă elementară ortorombică (a =0,439 nm, b = 0,5342 nm și c = 0,4224 nm). Plăcile de martensită γ'_1 sunt "acomodate prin maclare" și din acest motiv martensita prezintă macle interne de tip <121> γ'_1 . Sub efectul tensiunii aplicate, în aliajele Cu-Al-Ni martensitice se produc două transformări martensitice succesive, prin care iau naștere: martensita β'_1 (18R, monoclinică, a = 0,443 nm, b =

70

0,533 nm, c = 1,279 nm, d = 95,60 și martensita α'_1 (6R, monoclinică, a = 0,4503 nm, b = 0,5239 nm, c = 0,45 nm, β = 108,80 [40]. Structura martensitică cu martensită γ'_1 și β'_1 poate fi obținută și direct din turnare prin solidificare rapidă în cochilă metalică [41] sau în anumite condiții chiar în amestec de formare [42].

După cum s-a arătat principalii factori metalurgici care influențează structura aliajelor cu memorie Cu-Al-Ni sunt: compoziția chimică, condițiile de solidificare, tratamentul termic și tratamentul termo-mecanic. Stabilirea compoziției chimice este prima etapă ce trebuie parcursă în vederea elaborării unui aliaj cu memoria formei. De regulă compoziția chimică se alege în funcție de valoarea M_s dorită. Pentru calcularea compoziției chimice corespunzătoare unui M_s dat se pot folosi relații empirice [8]:

$$M_s = 2020 - 45\%(Ni) - 134\%(Al), [°C]$$
 (10.1)

În prezent cercetările sunt axate pe îmbunătățirea proprietăților aliajului Cu-Al-Ni prin aliere cu elemente chimice ce pot mări în principal deformabilitatea aliajului.

Sunt cunoscute aliaje cu memoria formei din sistemul Cu-Al-Ni aliate cu Mn și Ti numite CANTIM, Compozițiile lor și valoarea temperaturii M_s sunt date în Tabelul 10.1 [35].

Tabelul 10.1. Compoziția chimică și valoarea temperaturii de transformare a unor aliaje cu memoria formei Cu-Al-Ni-Mn-Ti [8].

Denumirea	Al	Ni	Mn	Ti	Cu	Ms
aliajului	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(°C)
CANTIM - 175	11,85	4,92	1,87	1,04	80,32	172
CANTIM - 125	11,88	5,06	2,01	1,01	80,04	126
CANTIM – 75	12,40	5,08	2,02	1,00	79,50	74

În această lucrare de laborator se studiază obținerea unui aliaj Cu-Al-Ni aliat cu 0,5% Fe, știut fiind că fierul precum și alte elemente cum ar fi: B, Ce, Co, Ti, V, Zr, prin finisarea granulației cristaline favorizează punerea în formă a A.M.F. pe bază de cupru [35,8,43].

10.2. Aparatură și materiale

Elaborarea se efectuează folosind un cuptor cu încălzire prin inducție cu creuzet marca "VEM Inducal Gollingen" cu capacitatea de 20 kg, puterea de 30 kw și frecvența de lucru 8000 Hz (Fig.10.4).



Fig. 10.4. Cuptorul cu încălzire prin inducție cu creuzet de medie frecvență.

Creuzetul cuptorului este modificat conform Fig.10.5. pentru a asigura o topire rapidă și a diminua interacțiunea chimică între creuzet și aliaj pe parcursul elaborării.

Cunoașterea și utilizarea cuptorului electric cu încălzire prin inducție în procesul tehnologic de elaborare a aliajelor este o temă complexă care nu poate fi tratată în spațiul prezentei lucrări. Această temă face obiectul unei alte lucrări de laborator ce se consideră a fi realizată în momentul efectuării lucrării de față.



Fig. 10.5. Secțiune prin creuzetul cuptorului cu încălzire prin inducție: 1-inductor; 2-creuzetul acid al cuptorului; 3-nisip cuarțos; 4-creuzet din grafit.

Pentru desfășurarea lucrării mai sunt necesare următoarele materiale scule dispozitive și aparate:

- cupru electrolitic, CuE, STAS 270/1-74;
- aluminiu, Al 99,7, STAS 201/2-71;
- fondant de protecţie (30%CaFe₂ 30%Na₂CO₃ 20%Na₂B₄O₇ 20%NaCl) [44];
 - mangal;
 - prealiaje: Cu₃₀Al₇₀, Cu₉₀Fe₁₀, Cu₈₀Ni₂₀;
 - oale de turnare;

forme metalice, pentru turnarea epruvetelor cu dimensiuni:
 200x4x6 mm şi 200x18x2 mm;

 formă metalică pentru proba destinată determinării compoziției prin analiză spectrală;

- microscop metalografic;

- aparatură și reactivi metalografici pentru pregătirea probelor;
- balanță de laborator;

- pirometru optic.

10.3. Mod de lucru

Se va elabora un aliaj cu memorie Cu-Al-Ni-Fe. La fiecare lucrare efectuată cu studenții se va modifica compoziția chimică cu excepția fierului ce va fi constant de 0,5%.

Se vor determina folosind relația (1) un număr de cinci compoziții diferite care duc la obținerea aceluiași punct critic Ms, stabilit de conducătorul lucrării. De fiecare dată procentul de Ni ce se ia în calcul va fi cu 0,5% mai mic deoarece se ține seama de alierea cu fier. Cele cinci compoziții vor fi interpretate utilizând datele din considerațiile teoretice generale și de la curs. În final se va adopta una din cele cinci compoziții și se va face calculul încărcăturii metalice pentru obținerea acelei compoziții.

10.3.1. Calculul încărcăturii metalice

Se face calculul încărcăturii pentru 100 Kg baie metalică utilizând următorul algoritm.

00

Cantitatea elementelor chimice din încărcătură $\langle E \rangle$, [$\Box g$].

$$\left\langle E\right\rangle = \frac{\left[E\right] \cdot 100}{\left(100 - a_E\right)} \tag{10.2}$$

unde:

$$\label{eq:expectation} \begin{split} & [E] \mbox{--reprezentă procentul de element E din compoziția finală.} \\ & a_E \mbox{--arderea elementului E în \%.} \end{split}$$

Se dă: $a_{Cu} = 0,5\%$, $a_{Al} = 1\%$, $a_{Ni} = 1\%$, $a_{Fe} = 0,5\%$,

Masa totală a elementelor de aliere din încărcătură $\langle M \rangle$, [g].

$$\left\langle M\right\rangle = \sum_{i=1}^{n} \left\langle E\right\rangle_{i} \tag{10.3}$$

unde:

n – numărul elementelor chimice ale aliajului; în cazul aliajului Cu-Al-Ni-Fe, n = 5.

Masa fiecărui prealiaj în parte din încărcătură, M_{CuxEy}, [Kg].

$$M_{Cu_x E_y} = \frac{100 \cdot \langle E \rangle}{y} \tag{10.4}$$

unde:

CuxEy simbolizează prealiajul; exemplu Cu30Al70.

y – procentul elementului chimic E din prealiajul CuxEy.

 M_{CuxEy} - Masa cuprului adusă de fiecare prealiaj în parte în încărcătură, Cu_{PE}, [g].

$$Cu_{PE} = \frac{M_{Cu_x E_y} \cdot X}{100}$$
(10.5)

00

unde:

 Cu_{PE} - masa cuprului adusă în încărcătură de prealiajul ce conține elementul E;

X - procentul de cupru din prealiajul Cu_xE_y.

 M_{CuxEy} - Masa cuprului electrolitic ce trebuie introdus în încărcătură, MCu, [g].

$$M_{Cu} = \langle Cu \rangle - \left(\sum Cu_{PE} \right) \tag{10.6}$$

Unde:

 $-\Sigma Cu_{PE}$ este masa totală a cuprului adus de prealiaje în încărcătură.

- Masa totală a componentelor metalice din încărcătură necesare pentru obținerea unei cantități de 100 Kg de baie metalică;

$$\langle M' \rangle = \sum_{i=1}^{n} M i_{Cu_x E_y} + M_{Cu}$$
 (10.7)

unde:

n - numărul prealiajelor introduse în încărcătură.

 Mi_{CuxEy} - masa fiecărui prealiaj din încărcătură calculată cu relația (4).

Eroarea bilanțului de materiale din încărcătură, ε, [%].

$$\varepsilon = \frac{\langle M \rangle - \langle M' \rangle}{\max(\langle M \rangle, \langle M' \rangle)}$$
(10.8)

 $\epsilon \le 0,5 \%$

În cadrul lucrării se va elabora o cantitate Q, [g] de aliaj, cantitate ce reprezintă baia metalică ce se va obține. Cantitatea Q se va preciza de conducătorul lucrării în funcție de baza materială existentă la momentul respectiv, starea creuzetului etc.

Pentru a obține masele componentelor necesare elaborării unei cantități Q de aliaj, valorile obținute pentru 100 g se vor înmulți cu coeficientul K = Q/100.

10.3.2. Fluxul tehnologic

Materialele calculate se cântăresc, pregătindu-se prin debitare la ghilotină sau fierăstrăul mecanic.

Se curăță creuzetul cuptorului de eventualele resturi de material sau zgură rămase de la topirile anterioare.

Se controlează funcționarea instalației de absorbție a gazelor de deasupra cuptorului.

Se stampează, se usucă și se vopsesc cu vopsea refractară, oalele de turnare.

Se pregătesc formele pentru turnarea epruvetelor.

Se deschide circuitul de răcire al cuptorului și dacă presiunea apei de răcire are tendință de scădere sau presiunea este scăzută nu se conectează instalația electrică a cuptorului la rețea.

Dacă presiunea este normală se conectează la rețea instalația ce deservește cuptorul cu inducție prin comutarea unei pârghii.

În continuare conducătorul de lucrare va efectua toate comenzile electrice pentru încălzirea creuzetului din grafit cu un regim termic moderat.

Când creuzetul de grafit atinge temperatura de 600-700°C se încarcă în creuzet întreaga cantitate de cupru electrolitic cântărită, se acoperă cu un strat de mangal și se conduce regimul termic al cuptorului cu o viteză adecvată de încălzire până la topirea cuprului.

După formarea băii metalice se înlătura zgura în proporție de minim 90% și se formează o nouă zgură prin adăugarea fondantului sub formă de amestec cu compoziția dată în subcapitolul 10.2.

La temperatura de 1150-1200°C se introduce prealiajul Cu-Ni20.

După omogenizarea băii și înlăturarea zgurei se formează o nouă zgură cu fondant în proporție de 2% din baia lichidă și se introduce simultan prealiajul cu aluminiu și cel cu fier. Prealiajele se introduc preîncălzite la cca. 100°C.

۰-

După omogenizarea băii se execută turnarea la temperatura de 1150-1200°C.

Oala de turnare va fi nouă, uscată și preîncălzită la temperatura de 500-600°C.

Cochila metalică pentru turnarea probelor va avea în momentul turnării temperatura de 600-650°C.

10.3.3. Pregătirea probelor și studiul aliajului elaborat

După răcirea cochilei metalice se extrag probele prin deschiderea cochilei. În Fig.10.6 este dat desenul probelor turnate după extragerea din cochilă.



Fig. 10.6. Desenul probelor turnate cu rețeaua de turnare.

Se observă în desen și rețeaua de turnare care este solidară cu probele propriu-zise. Rețeaua de turnare se va înlătura prin tăiere cu disc abraziv. Cele două benzi cu dimensiunile de 200x18x2 mm se vor separa de cele 3 bare de 200x4x6 mm, prin tăiere la ghilotină. Din benzile separate se execută probe cu dimensiunile 100x8x2mm. Dintr-o bară se prelevează o probă cu dimensiunile 10x4x6 mm. Această probă se va pregăti și ataca cu soluție de 30% NH3. Analiza probei pe microscopul optic trebuie să releve o structură martensitică cu macle interne (vezi Fig.10.7) [45].



Fig. 10.7. Microstructura aliajului Cu-13,7%Al-3,65%Ni-0,6%Fe-0,1%Sn, în stare turnată.

Verificarea efectului simplu de memoria formei a aliajului elaborat se face la revenire liberă după unul din cele trei exemple date în Fig.10.8.



Fig. 10.8. Reprezentarea schematică a deformațiilor produse prin efect de memoria formei [45].
a - încovoiere la rece a "formei calde" drepte
b - deflecție la rece a "formei calde" încovoiate
c - îndreptarea la rece a "formei calde" tensionate.

S-a notat cu A - "forma caldă" imprimată la T = 400°C în stare austenitică, B - "forma rece" realizată prin deformare la T = 20°C, în stare martensitică iar cu C forma la care revine aliajul prin efect de memoria formei.

11. ELABORAREA ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI Cu-Zn-Al

10.1. Considerații teoretice generale

Aliajele cu memoria formei Cu-Zn-Al sunt aliaje ce derivă din alamele obișnuite a căror diagramă de echilibru este reprezentată în Fig.11.1. Se observă că faza β stabilă la temperatură înaltă, trebuie menținută prin călire violentă pentru a obține transformarea martensitică.



Fig. 10.1. Diagramă de echilibru Cu-Zn arătând zona de stabilitate a fazei β [35].

Compoziția chimică a A.M.F. Cu-Zn-Al se stabilește ținând seama de diagrama de echilibru și de variația punctelor critice cu concentrația elementelor de aliere. Astfel pentru aliajul binar Cu-Zn o temperatură $M_s = 0^{\circ}$ C se obține la o concentrație de 38,5 % (at)Zn și o temperatură $M_s = -100^{\circ}$ C se obține pentru 40 % (at)Zn. După cum se vede în Fig.11.1 în această gamă de concentrații faza β nu este stabilă decât într-un mic domeniu de temperatură ridicată între 850-900°C. Deci este necesar să se facă o răcire cu viteză foarte mare încât faza β să

00

fie reținută până la temperatura ambiantă și să aibă loc transformarea martensitică și respectiv efectul de memoria formei.

După cum se vede în Fig.11.2 alierea cu aluminiu modifică diagrama de echilibru făcând călirea mai puțin dificilă decât la alamele bifazice. Pentru aceeași temperatură de transformare $M_s=0^{\circ}C$ din Fig.11.2 se observă că punctul P ce marchează limita $\beta \rightarrow \alpha \pm \beta$ se situează la 870°C pentru 2%Al, la 700°C pentru 4%Al, și la 650°C pentru 6%Al [35].



De aici reiese că alierea cu aluminiu reduce viteza de călire a alamelor, transformarea martensitică fiind mai ușor de obținut. Pe lângă acest efect aluminiu crește rezistența la coroziune, rezistența mecanică

~~

și plasticitatea [46]. Plasticitatea este importantă deoarece ea este hotărâtoare pentru punerea în formă la fabricarea elementelor cu memoria formei. În stare martensitică aliajul este puțin maleabil și atunci este necesar să se facă punerea în formă la temperaturi ridicate de cca. 600-700°C în domeniul fazei β. În cazul unor forme complexe sau chiar și în cazul unui simplu arc elicoidal punerea în formă este dificil de realizat la această temperatură. O altă metodă constă în efectuarea unui tratament de recoacere – de exemplu la 500°C pentru un aliaj Cu-Zn-Al cu 4% Al - în urma căruia se va obține o structură formată din 50% fază α și 50% fază β (vezi Fig.11.2 c). Faza α este usor deformabilă, faza β de asemenea astfel încât amestecul $\alpha + \beta$ face ca aliajul să poată fi prelucrat ușor prin deformare plastică la temperatura ambiantă. Deci la această temperatură poate fi creată "forma caldă" care va fi memorată. Dar pentru aceasta este necesar ca elementul creat (cu structură $\alpha + \beta$) să fie încălzit în domeniul β și apoi supus tratamentului termic de călire, proces care se va desfășura fără modificarea formei geometrice, rolul său fiind de a induce martensită de călire în elementul aflat în aceeași formă ca în momentul inițial când aliajul avea structură $\alpha + \beta$.

A.M.F. Cu-Zn-Al uzuale au un M_s cuprins între –200°C și +100°C [8]. Compoziția chimică se alege în funcție de valoarea M_s dorită și între limitele: 62-72%Cu, 14-30%Zn, 4-8%Al. Alierea cu 4-8%Al asigură formarea martensitei de tip 9R ceea ce conferă transformării o bună reversibilitate cu un histerezis de 5-15%C. La concentrații de Al mai mari de 8% martensita devine 2H și reversibilitatea transformării este mai slabă. De asemenea este de avut în vedere și că peste 5% Al punerea în formă la temperatura ambiantă este practic imposibilă [14].

<u>^</u>4

Temperaturile M_s inferioare se obțin la compoziții de 25-30% Zn, 4% Al, iar cele superioare la concentrații de 14-19% Zn, 8% Al [35]. Există relații empirice ce pot fi utilizate pentru stabilirea compoziției aliajului ce se proiectează [8].

$$M_s = 2212-66,9[1,355(\% at.Al)(\% at.Zn)], \ ^{\circ}C$$
 (11.1)

 $A_s = 2177-58,79 (\%m Zn) 149,64(\%m Al), \circ C$ (11.2)

După cum se observă aluminiu influențează mai puternic punctele critice de transformare, decât zincul. Trebuie menționat că în afară de concentrația elementelor de aliere o importanță deosebită asupra punctelor critice de transformare a A.M.F. pe bază de cupru și a comportării în aplicații, o are tehnologia de elaborare, deformare plastică și tratament termic [47,48]. Astfel aliajele de uz comercial au concentrații diferite, în funcție de firma producătoare. Dintre acestea cele mai cunoscute sunt:

- Trefimétaux: Cu-26,1%Zn – 4% Al, cu Ms = 24° C [34]

- Delta Metals Research Ltd: Cu - 25%Zn - 9%Al, cu Ms =

33°C [49] și Cu-14,6%(at)Zn-16,1(at)Al, cu M_s=67°C [12].

Se cunosc de asemenea, aliaje Cu-Zn-Al comerciale aliate cu unul sau chiar două elemente. Acestea sunt aliaje Cu-Zn-Al-x sau Cu-Zn-Al-Mn-x unde x = B,Ce,Co,Fe,Ti,V,Zr, [8], la care manganul sau elementul x a fost adăugat în scopul finisării structurii și îmbunătățirii plasticității și proprietăților mecanice.

Scopul acestei lucrări este de a introduce studenții în aspectele tehnologice specifice elaborării A.M.F. Cu-Zn-Al.

11.2. Aparatură și materiale

Pentru elaborare se utilizează un cuptor electric cu încălzire prin inducție de medie frecvență (8Khz) cu creuzet din grafit pregătit conform descrierii din lucrarea 10 subcapitolul 10.2.

Următoarele materiale se vor folosi la elaborare ca încărcătură metalică:

- cupru electrolitic (min.99,95%Cu,STAS 270/1-88);

- zinc electrolitic (min.99,5%Zn, STAS 646-88);

- prealiaj CuAl40 cu temperatura de topire 648°C.

Materiale tehnologice

- flux de acoperire (25%NaCO₃, 65%SiO₂, 10%NaCl);

- mangal cu granulație 20...40 mm STAS 1532-71.

La turnare se utilizează oale de turnare cu căptușeala nouă și forme metalice preîncălzite. mai sunt necesare: un pirometru pentru determinarea temperaturii, o balanță tehnică pentru dozarea încărcăturii și un microscop optic pentru studiul aliajului elaborat.

11.3. Mod de lucru

11.3.1. Stabilirea compoziției chimice

Conducătorul lucrării precizează temperatura critică AS a aliajului ce se va elabora. Studenții vor calcula folosind relația (11.2) cinci compoziții diferite ale unor A.M.F. Cu-Zn-Al care să posede același AS dat. În acest calcul se va avea în vedere ca procentajul elementelor Zn și Al să fie în domeniul uzual (vezi subcap.11.1). Se vor comenta cele cinci compoziții din punct de vedere al proprietăților conferite aliajelor (inclusiv proprietățile tehnologice), și se va adopta una din compoziții argumentând alegerea făcută. Pot fi utilizate pentru analiza compozițiilor, datele din subcapitolul 11.2 precum și cele de la curs.

11.3.2. Calculul și pregătirea încărcăturii

Calculul încărcăturii metalice se face pentru obținerea compoziției adoptate utilizând algoritmul de calcul dat la lucrarea anterioară. Pentru arderea zincului pe durata elaborării se va utiliza valoarea $a_{Zn}=1,8\%$.

Materialele metalice se debitează prin tăiere sau spargere la dimensiuni convenabile șarjării cu dimensiuni de gabarit de maxim 20x20 mm, astfel încât la încărcare să nu depăşească marginea creuzetului.

Mangalul se va sparge astfel încât să aibă o granulație de cca. 5 mm. Fluxul va fi uscat în etuvă la 100-150°C.

11.3.3. Elaborarea

Respectând instrucțiunile de funcționare a cuptorului electric cu inducție de medie frecvență se va încălzi creuzetul din grafit fără încărcătură până la temperatura de 800-900°C. Este de preferat să fie nou creuzetul. În nici un caz nu este permis să se utilizeze un creuzet în care s-a elaborat alt tip de aliaj. De asemenea nu se vor folosi creuzetele uzate cu zone mai subțiri de 5 mm.

În creuzetul încălzit se încarcă mangal în proporție de 0,3% din greutatea totală a încărcăturii metalice după care se adaugă 80% din cuprul electrolitic în prealabil dozat.

După formarea băii metalice se introduce prealiajul Cu-Al împreună cu restul de cupru și se intensifică regimul termic pentru omogenizarea băii, dar pe o durată scurtă de cca. 2-3 min. și se va avea grijă ca temperatura băii să nu depășească 1150°C. Apoi se înlătură zgura și se formează una nouă cu 0,5% mangal și 2% flux. Protejarea băii metalice este foarte importantă pentru a se evita impurificarea cu incluziuni nemetalice solide sau gazoase precum și pentru a reduce pierderile datorate fenomenelor de oxidare și evaporare.

O importanță deosebită cu implicații asupra calității aliajului, o are interacțiunea băii metalice cu oxigenul, vaporii de apă sau bioxidul de carbun din atmosfera cuptorului.

Cuprul topit reacționează cu vaporii de apă pe baza reacției:

$$2[Cu] + \{H_2O\} \Leftrightarrow [Cu_2O] + [H2]$$
(11.1)

în urma căreia hidrogenul se dizolvă în metalul topit și poate genera sufluri în piesele turnate.

Oxidarea cuprului este posibilă și în prezența CO2 și SO2:

$$2[Cu]+\{CO_2\} \Leftrightarrow [Cu_2O]+[CO]$$
(11.2)
$$\{SO_2\}+6[Cu] \Leftrightarrow [Cu_2S]+2[Cu_2O]$$

05

reacțiile sunt reversibile dar în condițiile de concentrație, temperatură și presiune de la elaborare se desfășoară de la stânga la dreapta. Oxizii de cupru formați pot fi reduși de zinc, având loc o scădere a conținutului de zinc din aliaj.

Aluminiul de asemenea reacționează la elaborare cu vaporii de apă, oxigenul și bioxidul de carbon conform reacțiilor:

 $4[A1] + 3\{O_2\} = 2[A1_2O_3]$ (11.3)

$$2[Al]+3\{H_2O\} = [Al_2O_3]+3[H_2]$$
(11.4)

$$2[Al]+3\{CO_2\} = [Al_2O_3]+3[CO]$$
(11.5)

Trioxidul de aluminiu diminuează considerabil efectul de memoria formei constituind obstacole în deplasarea limitei glisile austenită martensită.

Pentru a evita impurificarea băii metalice datorită reacțiilor prezentate topirea componentelor încărcăturii trebuie să se producă cu viteză foarte mare, mai ales atunci când nu există atmosferă inertă deasupra băii metalice.

După topirea prealiajului Cu-Al și omogenizarea băii se introduce zincul se omogenizează și eventual se prelevează probe pentru determinarea rapidă a compoziției aliajului, în vederea introducerii materialelor de corecție.

Înainte de evacuarea șarjei se practică dezoxidarea aliajului, ridicând temperatura băii metalice cca. 5 min la 1100-1150°C până la apariția vaporilor albi de zinc. În acest fel, odată cu supraîncălzirea are loc și eliminarea hidrogenului. După această operație se decuplează generatorul de medie frecvență (se oprește încălzirea) se evacuează zgura și se execută evacuarea șarjei în oale de turnare preîncălzite la 400-500°C. Turnarea se face în forme metalice supraîncălzite la 600-700°C; aceleași forme pentru prelevarea probelor ca și la lucrarea 10.

11.3.4. Interpretarea rezultatelor

Pe parcursul elaborării studenții vor consemna ordinea de încărcare a componentelor, masa și modul de pregătire a acestora, temperaturile măsurate, compoziția chimică - înainte de corecție și după corecție - în cazul în care există și un aparat de analiză rapidă. Se cântărește cantitatea de aliaj obținută și se calculează indicele de scoatere.

În final se analizează structura aliajului obținut și se verifică efectul simplu de memorie pe probe lamelare conform modului de lucru de la lucrarea 10.

Datele obținute vor fi analizate și comparate cu cele cunoscute de la A.M.F. Cu-Zn-Al și Cu-Al-Ni.

12. DETERMINAREA PUNCTELOR CRITICE DE TRANSFORMARE ALE ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI PRIN METODA VARIAȚIEI REZISTEN}EI ELECTRICE CU TEMPERATURA (R-T)

12.1. Considerații teoretice generale

Studiul variației R-T s-a dovedit o tehnică de bază în urmărirea transformării martensitice a AMF în prezența sau absența deformației.

Metoda de determinare în absența deformației a fost elaborată pentru prima dată de către Allgier și este descrisă în teza sa de doctorat [50].Această metodă este o metodă convențională cu curent continuu și control al temperaturii efectuat prin scufundarea ansamblului probăsistem de fixare într-o baie de fluid dimetil siliciu ("silicone" sf-96).

Există și o metodă pentru determinarea variației R-T în prezența deformației, simultan cu observarea in situ a structurii [23]. Cele mai utilizate metode pentru a măsura ciclurile de transformare sunt: metoda R-T și în unele aliaje de Fe, metoda saturației magnetice [51].

În principiu pentru trasarea curbei de variație R-T este necesar să se dispună de un aparat pentru măsurarea rezistenței electrice și de un mijloc de încălzire și răcire a probei ce permite controlul și înregistrarea temperaturii. Măsurarea rezistenței electrice a unei probe se face prin aplicarea unui curent de intensitate cunoscută, dat de un generator de curent constant și măsurarea tensiunii la bornele fixate pe capetele probei, deducându-se astfel rezistența electrică a eșantionului. O metodă mai precisă pentru determinarea rezistenței electrice este "metoda celor patru puncte" care reduce erorile și asigură o mai bună precizie [14]. În Fig.12.1(a) se dă schematic montajul probei și punctele de măsurare a

~~

tensiunii U și curentului i. Montajul permite eliminarea erorii date de rezistența punctelor de contact prin faptul că trecerea curentului se face între două puncte extreme iar tensiunea se măsoară între două puncte mediane.



Fig. 12. 1. Schemă explicativă pentru măsurarea rezistenței electrice a AMF [14]: a) montajul probei și punctele de măsurare la utilizarea "metodei celor patru puncte"; b) utilizarea unui curent alternativ pentru anularea erorilor date de efectul de termocuplu.

O altă eroare poate să apară datorită diferenței de temperatură ce poate exista între punctele de măsurare a tensiunii U. Gradientul de temperatură ce se creează produce apariția unei tensiuni suplimentare prin efect de termocuplu astfel încât nu se mai măsoară U = Ri ci U = Ri-Ut (unde Ut este tensiunea creată prin efect de termocuplu). Pentru eliminarea acestei erori se utilizează un curent i alternativ Fig.12.1(b) și se măsoară tensiunea pe fiecare alternanță.

Dacă se consideră următoarele relații:

 $I = I_1 = i U_1 = R_i + U_t (12.1)$ $I = I_2 = -i U2 = -Ri Ut$

~~

Atunci se deduce:

$$R = \frac{U_1 - U_2}{I_1 - I_2} = \frac{2R_i}{2i} = \frac{U}{i}$$
(12.2)

Deci în cazul în care se utilizează în loc de curent continuu un curent alternativ tensiunea produsă prin efect de termocuplu nu mai intervine în determinarea rezistenței probei și este suficient, pentru determinarea valorii R, să se măsoare tensiunea U a curentului alternativ i aplicat.

Transformarea martensitică în AMF pe bază de cupru este însoțită de o variație a rezistenței electrice de cca 25%, rezistivitatea electrică specifică fazei martensitice fiind superioară celei a fazei austenitice. Se obține astfel în coordonate R-T, la încălzire și răcire, o curbă închisă care este utilizată pentru identificarea punctelor critice de transformare: M_s , M_f , A_s , A_f (Fig.12.2).



Fig.12.2. Curbă tipică de variație R-T într-un AMF., Cu-23 at%Al-7 at%Mn [47]

Deoarece determinarea precisă a sfârșitului porțiunii liniare caracteristică domeniului de existență a unei singure faze nu se poate face, atunci se utilizează în general metoda intersecției tangentelor pentru determinarea punctelor de transformare (vezi Fig.12.2).

O altă modalitate de a preciza poziția punctelor de transformare pe curba de histerezis ia în considerație valorile rezistivității austenitei și martensitei în ipoteza aplicării legii amestecurilor în cazul când aliajul conține doar fazele M și A [51]. Considerând fM cantitatea de fază martensitică din aliaj și fA cantitatea de austenită se poate scrie:

$$f_A + f_M = 1$$
 (12.3)

Rezistivitatea aliajului p poate fi exprimată prin relația:

$$\rho = \rho_{\rm M} \cdot f_{\rm M} + \rho_{\rm A} \cdot f A \tag{12.4}$$

sau utilizând relația (12.3) rezultă:

$$\rho = \rho_{M}(1 - f_{A}) + A \cdot f_{A} = \rho_{M} - (\rho_{M} - \rho_{A}) \cdot f_{A}$$
(12.5)

Notând (ρ_{M} - ρ_{A}) = $\Delta \rho_{MA}$ se obține:

$$\rho = \rho_{M} \cdot \Delta \rho_{MA} \cdot fA = \rho M \cdot \Delta \rho_{MA} + \Delta \rho_{MA} \cdot f_{M}$$
(12.6)

În Fig.12.3 se dă o schemă explicativă pentru determinarea temperaturilor caracteristice luând în considerare rezistivitatea electrică (ρ) și fracțiunea de fază M și A în funcție de temperatură [51].



Fig. 12.3. Schemă explicativă pentru determinarea temperaturilor As, Af, Ms, Mf, considerând variația rezistenței electrice (□) și fracțiunea de fază martensitică (M) și austenitică (A) în funcție de temperatură [14] Utilizarea regulii amestecurilor prezintă o aproximație rezonabilă în ipoteza aranjării paralele a cristalelor de austenită în microstructura eterogenă.

Configurația curbei R-T depinde în mare măsură și de o serie de factori tehnologici ce intervin în etapele de elaborare, tratament termo-mecanic sau deformare plastică. Așa încât aliaje cu compoziții identice pot avea curbe R-T și respectiv puncte de transformare mult diferite. Spre exemplu în Fig.12.4 sunt date măsurători efectuate pe același aliaj ce a suferit diferite grade de deformare plastică \Box . Modificările se explică prin apariția în material a unor defecte de rețea și transformări de fază induse de deformație [51].



Fig.12.4. Influența gradului de deformare plastică □, asupra curbelor de rezistivitate electrică pentru Cu-22,2 Zn-11 Al (%at).[51].

Numărul de cicluri termice influențează de asemenea configurația curbelor de rezistivitate (Fig.12.5 a).

Aliajele NiTi în general au o evoluție deosebită a rezistenței electrice cu temperatura, fiind dificilă interpretarea rezultatelor. Un exemplu este dat în Fig.12.5 b unde se observă influența unei transformări premartensitice – transformarea de fază R (TR) – asupra configurației curbei R-T.



Fig. 12.5. Curbe de variație R-T la AMF NiTi [14]. a – influența ciclurilor termice (1 primul ciclu, 2 după 6 cicluri, 3 după mai mult de 100 de cicluri) b – modificarea produsă prin efect premartensitic pentru un aliaj Ti₅₀Ni₄₂Fe₃.

Prezenta lucrare practică tratează caracterizarea a două tipuri de AMF, CuZnAl și CuAlNi, prin măsurarea variației rezistenței electrice cu temperatura.

12.2. Aparatură și materiale

Datorită faptului că AMF pe bază de Cu au rezistivități electrice foarte mici 8,5 - 9,7 $\mu\Omega$ ·cm pentru CuZnAl și 11-13 μ Ω ·cm pentru CuAlNi [8], aparatul pentru măsurarea rezistenței este un micro-ohmetru digital, ce afișează valori ale rezistenței electrice cuprinse între 1 $\mu\Omega$ - 2 $\mu\Omega$.·Schema de principiu este prezentată în Fig.12.6 [48].



Fig. 12.6. Schema de principiu a micro-ohmetrului experimental utilizat la determinarea curbelor R-T. [48].
1-generator de curent continuu, constant; 2-amplificator 100x;
3-convertizor temperatură tensiune; 4 - sursă de alimentare;
5 - milivoltmetru; 6 - display.

Încălzirea probei se face prin intermediul unei rezistențe bobinate pe un suport ceramic, alimentată de la o sursă de curent continuu cu tensiune reglabilă (0 - 40 V). În Fig.12.7 se dă o fotografie a micro-ohmetrului digital având montată proba a cărei rezistență se măsoară și rezistența de încălzire.



Fig. 12.7. Fotografia micro-ohmetrului digital cu proba din aliaj cu memorie montată împreună cu rezistența de încălzire.

Răcirea probei se face în aer și în curent de CO2. Temperatura se măsoară pe suprafața probei folosind un termocuplu cu eroare de \pm 1°C și inerție termică de maxim de 5°C/s.

Curbele R-T se pot obține fie în urma obținerii coordonatelor R-T prin citire simultană a valorilor rezistenței și temperaturii fie prin utilizarea unui inscriptor x-y care va utiliza tensiunea dată de termocuplu și respectiv micro-ohmetru.

12.3. Mod de lucru

Se pregătesc două probe din AMF CuZnAl și CuAlNi cu dimensiunile de 60x2x1 mm. Capetele probelor vor fi lustruite și degresate pentru îndepărtarea oxizilor și asigurarea unui bun contact electric.

Se cuplează la rețea micro-ohmetrul descris anterior, înainte cu 10 min. de începerea măsurătorilor. Pornirea aparatului se face apăsând tasta ON/OFF din panoul frontal. Se fixează proba, ce în prealabil a fost introdusă în tubul ceramic al rezistenței de încălzire, folosindu-se în acest scop sistemul de prindere șurub-piuliță.

Se prinde pe suprafața probei sudura termocuplului.

Citirea valorii rezistenței la temperatura ambiantă se face după ce aceasta se va stabiliza (cca.10 s).

Se face încălzirea probei prin alimentarea rezistenței bobinate de la o sursă de tensiune variabilă.

Se citesc valorile rezistenței electrice și temperaturii în mod simultan din 5 în 5°C și se notează datele într-un tabel.

După atingerea temperaturii maxime dorite se decuplează rezistența electrică și se face citirea valorilor în condiții de răcire în aer.

Se trasează pe hârtie milimetrică graficele R-T pentru cele două probe CuZnAl și CuAlNi.

Pe aceleași probe pot fi trasate curbe R-T folosind diverse viteze de încălzire-răcire. Mărirea vitezei de încălzire făcându-se mărind tensiunea de alimentare a rezistenței bobinate iar mărirea vitezei de răcire prin insuflare de CO_2 pe suprafața probei.

În Fig.12.8 și 12.9 sunt date curbele R-T ale aliajului Cu-19,6Zn-4,1Al%(m), trasate pentru două viteze de încălzire-răcire: 15°C/min. și 30°C/min. Valorile rezistenței electrice și ale temperaturii s-au măsurat din 5 în 5°C, între 15-60°C și din grad în grad peste 60°C.



Fig. 12.8. a) Curbă R-T pentru AMF Cu-19,6Zn-4,1Al%(m) la o viteză de încălzire-răcire de 15°C/min. [42].
b) Curbă R-T pentru AMF Cu-19,6Zn-4,1Al%(m) - aceeaşi probă ca cea utilizată la trasarea curbei din Fig.12.8 - trasată la o viteză de încălzire-răcire de 30°C/min. [42].

În ambele figuri s-au obținut bucle închise deci transformarea martensitică este reversibilă iar dublarea vitezei de încălzire-răcire nu a produs variații esențiale ale punctelor critice. Se remarcă totuși o creștere a histerezisului de transformare la viteze mai mari.

Dacă se dorește trasarea graficelor în coordonate p-T atunci se convertesc valorile rezistenței electrice în rezistivitate electrică în modul următor:
Știind lungimea probei între bornele de contact, l în [m] și secțiunea probei S în [m2] se calculează:

$$K = \frac{l}{S}$$
 [m-1] (12.7)

 $\rho = \operatorname{RxK}\left[\Omega/m\right]$

Graficele obținute se utilizează la determinarea punctelor critice prin metoda tangentelor prezentate la subcapitolul 12.1. Se calculează histerezisul transformării folosind relația:

$$DH_{\rm T} = \frac{M_{\rm s} - M_{\rm f}}{2} - \frac{A_{\rm f} - A_{\rm s}}{2}$$
(12.8)

În final se analizează influența vitezei de încălzire-răcire asupra curbelor R-T și de asemenea se compară măsurătorile făcute pe AMF CuZnAl cu cele pe AMF CuAlNi.

BIBLIOGRAFIE

1. Sinha, A.K., Ferrous Physical Metallurgy, Butterworth Publishers, 1989, ISBN 0-409-90139-3

2. Perkins, J. (editor), **Shape Memory Effects in Alloys**, Plenum Press, New York – London, 1975, ISBN 0-306-30891-6

3. Călugăru G., Bujoreanu L.G., Stanciu S., Hopulele I., Căliman R., Turcu O.L., și Apachiței I., **Memoria formei. Fenomene și aplicații în știința materialelor,** Editura "Plumb", Bacău, 1995, ISBN 973-9150-50-0.

4. Bujoreanu, L.G., Stanciu, S., Craus, L.M. și Dia, V. - *Studiul* unui AMF experimental, de tip Cu-Zn-Al. Analiza metalografică optică și difractometrică a efectelor produse de tratamentul termic primar (I), **Metalurgia 48** (1996) **nr.8-9**, ISSN 0461-9579, **pag. 84-91**.

5. Otsuka, K., Sakamoto, H. and Shimizu, K., *Succesive Stress-Induced Martenstic Transformations and Associated Transformation Pseudoelasticity*, Acta Metallurgica 27(1979), ISSN 0001-6160, pag. 585-601

6. Bujoreanu, L.G.; Stanciu, S. și Dia, V. - *Curbe de rupere și bucle superelastice la tracțiune caracteristice unor aliaje cu memoria formei pe baza de cupru*, **Simpozionul științific TEHNOMUS, Ediția a VIII-a**, 26-27 mai, 1995, Universitatea "Ștefan cel Mare" Suceava, Ingineria materialelor, tehnologii neconvenționale, **pag. 101-109**

7. Bujoreanu L.G., Dima A. and Stanciu S. - Double Yield Superelastic Curve and Crystallographic Mechanism of Stress-Induced Martensitic Deformations in an Experimental Cu-Al-Ni-Fe Shape Memory Alloy, **TSTM-2**, **Optimum Technologies**, **Technologic Systems and Materials in the Machine Building Field**, Romanian Academy Branch of Iaşi, Bacău, 1996, ISSN 1224-7499, **pag 168÷176**.

8. Duerig, T.W., Melton, K.N., Stöckel, D. and Wayman, C.M., (editori), **Engineering Aspects of Shape Memory Alloys**, Butterworth-Heinemann, London-Boston-Singapore-Toronto-Wellington, 1990, ISBN 0-750-61009-3

9. Stanciu, S., Bujoreanu L.G., Călugăru G. and Dia V. -Analysis of the Capacity to Produce Work in Shape Memory Alloys, Metal '96, Proceedings to the 5th International Metallurgical Symposium, 14-16 May 1996, Ostrava, Republica Cehă, pag. 159-163.

10. Golestaneh, A.A., Energetic Shape Recovery Associated with Martensitic Transformation in Shape Memory Alloys, Acta metall. 28 (1980), pag. 1427-1436 11. Fremond, M. and Miyazaki, S., **Shape Memory Alloys** CISM Courses and Lectures, Springer Wien-New York, 1996, ISBN 3-211-82804-4

12. Adachi, K., Perkins, J. and Wayman, C.M., *Type II Twins* in Self-Accomodating Martensite Plate Variants in a Cu-Zn-Al Shape Memory Alloy, Acta metall 34,(1986), pag. 2471-2485

13. Saburi, T., Wayman, C.M., Takata, K. and Nenno, S., *The Shape Memory Mechanism in 18R Martensitic Alloys*, Acta metall **28**,(1980),pag.15-23

14. Patoor, E. et Berveiller, M., **Technologies des alliages a** mémoire de forme. Comportement mécanique et mise en oeuvre, Hermes, Paris, 1994, ISBN 2-86601-426-X

15. Bujoreanu, L.G., Stanciu, S.; Craus, L.M. și Dia V., -Studiul unui AMF experimental de tip Cu-Zn-Al. Analiza metalografică optică, difractometrică și la tracțiune a efectelor produse de tratamentul termic secundar (II), Metalurgia 49 (1997) nr.1, pag. 99 -107.

16. Chakravorty, S. and Wayman, C.M., *Electron Microscopy* of Internally Faulted Cu-Zn-Al Martensite, Acta metall 25,(1977), , pag. 989-1000.

17. Bujoreanu, L.G., Craus, L.M., Stanciu, S.; and Dia V., -*Tempering Effects in a Shape Memory Alloyed Experimental Brass*, **Metalurgia (English version) vol. 2** (1997) **no.1**, **pag. 5-10**.

18. Bujoreanu, L.G., **Tehnologie și utilaje de obținere a unor aliaje cu memoria formei (teză de doctorat),** Universitatea Tehnică "Gh.Asachi" Iași, 1997

19. Bujoreanu, L.G., Stanciu, S. Păduraru C., Teofan Lavinia și Dia, V. - Dependența parametrilor de pseudoelasticitate din istoria mecanică și termică a unei alame experimentale cu memoria formei, Metalurgia 48 (1996), nr.8-9, pag. 59-66.

20. Dubois, B., *Les aciers a mémoire de forme: espoir réalité,* **Traitment termique 234,** (1990), ISSN 0041-0950, **pag. 27-34**

21. Miyazaki, S., Igo, I. and Otsuka, K., *Efects of Thermal Cycling on the Transformation Temperatures of Ti-Ni Alloys*, Acta metall 34,(1986), pag. 2045-2051

22. Exner, V. and Schumacher, V. (editori), Advanced Materials and Processes, Informationsgesellschaff Verlag, 1990, ISBN 3-88355-161-8

23. Huang Yuan-Ti and Ho Ming-Ko, *A Study of Preferred* Orientation of Martensite and Shape Change During Phase Transformation in Cu-Al-Ni-Mn, Acta Metallurgica et Materialia 40 (1992), pag. 495-499 24. Bulancea, V., Bujoreanu, L.G., Dima, A., Stanciu, S., Moldoveanu, V. și Temneanu, M., *Metodă pentru producerea și educarea activatorilor electrici dintr-un aliaj Cu-Zn-Al cu memoria formei*, Cercetări metalurgice și de noi materiale, vol.V, (1997), No.4, ISSN 1221-5503, pag. 12-24

25. Bujoreanu, L.G.; Stanciu, S. and Hopulele I. - *Training by Pseudoelastic Cycling of a Shape Memory Alloyed Experimental Brass-I. Stress Effects*, **Buletinul Institutului Politehnic Iaşi, Tomul XL(XLIV)**,Fasc.1-2, **Secția IX**, Știința și ingineria materialelor, 1994, **pag. 83-89**

26. Dia, V., Bujoreanu, L.G. și Stanciu, S. - Pseudoelasticitate de transformare și de maclare într-un aliaj cu memoria formei de tip Cu-Al-Ni, Cercetări metalurgice și de noi materiale, vol.III, (1995), No.1, pag. 47÷54.

27. Bujoreanu, L., Stanciu, S. și Dia, V. - Comportament elastic al unui aliaj Cu-Al-Ni, cu memoria formei, Metalurgia 46 (1995), nr. 9, pag. 12-17.

28. Bujoreanu, L.G.; Stanciu, S. și Dia, V. - Analiza buclelor de pseudomaclare obținute prin ciclarea mecanică a unor aliaje cu memoria formei, Simpozionul științific TEHNOMUS Ediția a-VIIIa, 26-27 mai, 1995, Universitatea "Ștefan cel Mare" Suceava, volumul IV, Ingineria materialelor și tehnologii neconvenționale, pag. 92-100.

29. Bujoreanu, L., Stanciu, S. și Dia, V. - *Efectul vitezei de deformare asupra pseudoelasticitații de transformare la aliajele cu memoria formei*, **Metalurgia 46** (1994), nr. 10, pag. 38-46.

30. Bujoreanu, L.G. - Variation of Pseudoelasticity Parameters During Mechanical Cycling of a Shape Memory Alloyed Experimental Brass, Conferința internațională de comunicări științifice "Tehnologii moderne in construcția de mașini <<TMCM'96>>" Vol. II, Tehnologii de deformare plastica la rece,Iași,24-25 mai 1996, ISBN9975-910-00-9, pag.161-169.

31. Bujoreanu, L.G.; Stanciu, S.; Hopulele, I. and Dia, V. - *The Balance Between Thermal Expansion and Shape Memory Effect in a Tensioned Cu-Al-Ni* - *Type Alloy, Subjected to Constrained Recovery*, **Metal'96, Proceedings to the 5th International Metallurgical Symposium,** 14-16 May 1996, Ostrava, Republica Cehă, **pag. 152-158.**

32. Bujoreanu, L.G.; Stanciu, S and Stoica, M. - Analysis of the Shape Memory Behaviour for a Cu-Zn-Al Experimental Alloy, Buletinul Institutului Politehnic Iaşi, Tomul XL(XLIV), Fasc. 1-2, vol.I, Secția IX, Stiința și ingineria materialelor, 1994, pag. 74-82 33. Kennon, N.F. and Dunne, D.P., Shape Strains Associated with Thermally-Induced and Stress-Induced Martensite in a Cu-Al-Ni Shape Memory Alloy, Acta metall 30, (1982), pag. 429-435

34. Contardo, L. and Guenin, G., *Training and Two-Way* Memory Effect in Cu-Zn-Al Alloy, Acta metall 38, (1990), pag. 1257-1272

35. Guenin, G., *Mémoire de forme et alliages cuivreux*, **Trait. Therm. 234**, (1990), **pag. 21-26**

36. Villars, P., Prince, A. and Okamoto, H., Handbook of Ternary Alloy Phase Diagrams vol.3, ASM International, 1995, ISBN 0-87170-528-1, pag. 3297-3317

37. Eckerlin, P. and Kandler, H. - LANDOLT BÖRNSTEIN -Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology, vol.6, Structure Data of Elements and Intermetallic Phases, Springer Verlag Berlin, Heidelberg, New York, 1971, pag. 227-230

38. Swann, P.R. and Warlimont, H., *The Electron Metallography and Crystallography of Copper-Aluminium Martensites*, Acta metall 11, (1963), pag. 511-527

39. Pearson, W.B., A Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals and Alloys vol.4, (Raynor, G.V., editor), International Series of Monographs on Metal Physics and Phisical Metallurgy, pag. 327-343

40. Stanciu, S., Bujoreanu, L.G., Craus M.L., Dia, V. și Răileanu, I., *Cercetării experimentale privind efectul deformării plastice asupra martensitei* γ'_1 *din aliajele cu memoria formei, -* în curs de publicare în **Metalurgia 50**, (1998)

41. Stanciu, S., Bujoreanu, L.G., and Dia, V., *Metallographic* Study of the Influence of Chemical Composition on the Structure of Shape Memory Bronzes, în Buletinul Institutului Politehnic din Iași, Tomul XL(XLIV), Fasc.1-2, vol. I, Secția IX, știința și ingineria materialelor, 1994, pag.165-172

42. Stanciu, S., Bujoreanu, L.G. and Andrei, E. *Experiments* for Obtaining Some Elements from a Cu-Al-Ni Memory Alloy, by Means of Castings, Buletinul Institutului Politehnic din Iaşi, Tomul XLII(XLVI), Fasc.3-4, vol. I, Secția IX, Știința și ingineria materialelor, 1996, pag.421-427

43. Ienciu, M., Moldovan, P., Panait, N., Groza Ioana, Buzatu, M., Marinescu Daniela, **Elaborarea și turnarea aliajelor neferoase**, Editura Didactică și Pedagogică București, 1982

44. Stanciu, S., si Bujoreanu, L.G., *Aliaj Cu-Al-Ni-Fe-Sn cu* memoria formei si procedeu de obținere a acestui aliaj, **Brevet de invenție nr. 111855/B₁, BOPI nr.2, 1997**

45. Stanciu, S., Bujoreanu L.G., Călugăru G. și Dia V. -Cercetări experimentale privind obținerea aliajelor Cu-Al-Ni-Fe-Sn cu efect de memoria formei, **Metalurgia 46** (1994), **nr. 11-12, pag. 5-8**.

46. Șontea, S., Vlădoi, M., Zaharia, N., Metale și aliaje neferoase de turnătorie, Scrisul Românesc, Craiova, 1981

47. Kato, H., Dutkiewicz, J. and Miura, S., Superelasticity and Shape Memory Effect in Cu-23 at%Al-7 at%Mn Alloy Single Crystals, Acta metall. mater. 42 (1994), pag.1359-1365

48. Stanciu, S., Bujoreanu L.G. and Călugăru G.. - Analysis of the Variation of Electrical Resistance During the Martensitic Transformation in Cu-Based Shape Memory Alloys, Buletinul Institutului Politehnic Iași, Tomul XL(XLIV), Fasc. 1-2, vol.I, Secția IX, Știința și ingineria materialelor, 1994, pag.172-175

49. Patoor, E., Eberhardt, A. et Berveiller, M., Potentiel pséudoélastique et plasticité de transformation martensique dans les mono et polycristaux métalliques, Acta metall 35,(1987), pag. 2779-2789

50. Wang, F.E., Desavage, B.F. and Buehler, W.J., *The Irreversible Critical Range in the TiNi Transition*, Journal of Applied Phics, 39, (1968), pag.2166-2175

51. Euken, S. (editor), - **Progress in Shape Memory Alloys**, DGM Informationsgesellschaft Verlag, 1992, ISBN 3-88355-178-3