



KECSKEMÉTI FŐISKOLA
GAMF KAR
ANYAGTECHNOLÓGIA TANSZÉK
6000 KECSKEMÉT, IZSÁKI ÚT 10.



**Alakemlékező ötvözetek tanulmányozása és fázisátalakulásaik vizsgálata DSC és DMTA
mérőberendezésekkel**

TDK dolgozat

Pályázó neve: Kis Dávid István

Pályázó évfolyama: 2010 (G10)

Témavezető: Dugár Zsolt, tanszéki mérnök

Kecskemét, 2012

Tartalomjegyzék

1	Bevezetés	4
1.1	Intelligens anyagok.....	4
1.2	Alakmemória	5
2	A martenzites fázisátalakulás.....	6
2.1	A martenzites átalakulás jellemzői	6
2.2	A martenzites átalakulás termodinamikája.....	8
2.2.1	A termodinamika I. főtétele és az entalpia	9
2.2.2	A termodinamika II. főtétele és az entrópia	9
2.2.3	A szabadentalpia-különbség és a martenzites átalakulás	10
2.3	Átalakulási hőmérsékletek.....	11
2.4	Átalakulási hőmérsékletek becslése Ni-Ti ötvözeteknél	13
2.4.1	Termoanalitikai módszerek	13
2.4.2	A DSC működési elve	13
2.4.3	A DSC fajtái	15
2.4.4	DMTA mérés.....	19
2.5	A martenzites átalakulás kinetikája	27
2.6	Kristályszerkezet	28
2.7	Hiszterézis	29
3	Ni-Ti ötvözetek mechanikus és funkcionális tulajdonságai.....	30
3.1	Az alakemlékező effektus.....	31
3.2	A szuperelasztikus effektus	33
4	SMA ötvözetek alkalmazása, az SMA alapú aktuátorok	34
4.1	Alakemlékező ötvözetből készült szerkezetek előnyei	37
4.2	SMA aktuátor alkalmazása kézfej protézis készítéséhez	38
5	Mérési eredmények	41
5.1	CuAlNi ötvözet átalakulási hőmérsékleteinek alakulása egymást követő fűtési és hűtési ciklusok során(38. ábra).....	41

5.2	CuAlNiMnFe ötvözet átalakulási hőmérsékleteinek vizsgálata DMTA és DSC méréssel (39. ábra).....	42
5.3	CuAlNi ötvözet vizsgálata változó hevítési-hűtési sebességekkel	44
6	Konklúzió.....	46
7	Irodalomjegyzék	47
8	Ábrajegyzék	49

1 Bevezetés

Dolgozatom célja az alakemlékező ötvözetek különleges tulajdonságainak bemutatása, melynek keretében mérés technikai szempontból feszegetem a polimertechnológia terén már bizonyított DMTA berendezés alkalmazhatóságát alakemlékező fémötvözetek vizsgálata esetén. A berendezés alkalmasságának bizonyítása a fémötvözetek terén azért fontos, mert egy méréssel több információ nyerhető az ötvözetek fázisátalakulásairól, mint bármelyik eddig igazolt mérési technikával. Hosszú távú célom továbbá matematikailag igazolni a dolgozatom mérési eredményeit.

Emellett kitérek az alakemlékező ötvözetek egy érdekes felhasználási területére is. Azt kutatom alkalmasak-e mesterséges izomként való beépítésre protézisekbe. Ezt szemléltetendő, legyártok egy saját tervezésű kézfejprotézist, melyben a mozgató elemek alakemlékező ötvözetből készült rugók.

1.1 *Intelligens anyagok*

Intelligens anyagoknak azokat a funkcionális anyagokat nevezzük, amelyek a közvetlen környezetük fizikai vagy kémiai állapotának egy vagy több jellemzőjét érzékelik, e jeleket feldolgozzák, majd pedig ezekre, állapotuk jelentős megváltoztatásával, gyors és egyértelmű választ adnak.

Az érzékelő funkció hajtóereje az anyag és környezete közötti egyensúly, ami lehet kémiai, mechanikai vagy termodinamikai. A környezeti paraméterek változása szükségszerűen az egyensúlyi állapot megváltozását idézi elő. Az újonnan kialakuló egyensúlyi állapotban pedig az anyag más tulajdonságokkal rendelkezik.

Fontos szempont a változást előidéző hatás és az erre történő reakció kapcsolata. Intelligens anyagok esetén a környezeti hatás kis változására is igen nagyfokú tulajdonságbeli változás következik be, azaz a válasz mértéke nem arányos, hanem jóval nagyobb az inger nagyságánál.

További ismerv a megfordíthatóság, azaz a változást kiváltó hatás megszűnte után az eredeti állapotnak kell visszaállni. A gyors reakcióidő alkalmazástechnikai követelmény.

Az anyagok feldolgozhatóságuk alapján lehetnek kemény és lágy anyagok. A lágy anyagok jelentős eltérése a keményektől a mechanikai hatásokkal szembeni kis tehetetlenség. Ezért ide tartoznak a folyadékok, rugalmas műanyagok, biológiai anyagaink többsége, és a gélek.

Az alakmemóriával rendelkező anyagok az intelligens kemény anyagok önálló csoportját alkotják. Ide tartoznak az emlékező fémek, műanyagok, kerámiák. [1] [2]

1.2 Alakmemória

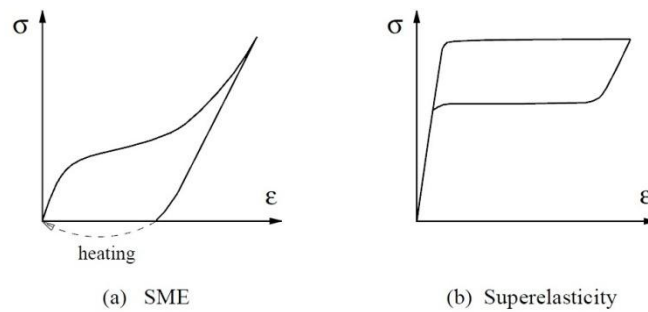
Az alakmemóriával rendelkező anyagok képlékeny deformációja során egy ideiglenes alakot hozhatunk létre, ahonnan képesek visszanyerni előzetesen meghatározott alakjukat egy külső környezeti paraméter hatására.

A legelterjedtebben az emlékező fémeket és műanyagokat alkalmazzák. Az alakemlékező fémek nagy előnye a polimerekkel szemben az újrahasznosíthatóság. Ezért olyan jelentős az alakemlékező fémek kutatása.

Az alakemlékezés képessége abban rejlik, hogy amennyiben az emlékező fém formáját egy kritikus hőmérséklet felett hozzuk létre, arra az alacsonyabb hőmérsékleteken létrejött deformációk ellenére is emlékezni fog a kritikus hőmérséklet újbóli elérése után.

Az egyik legismertebb alakemlékező fém a Nitinol. Az 1960-as évek elején az Egyesült Államok Haditengerészeti Lőszer Laboratóriumában (U.S. Naval Ordnance Laboratory) fedezték fel az alakemlékező effektust Nikkel-Titán ötvözetben, ami áttörés volt az alakemlékező anyagok körében. Így az anyagot Nitinolnak nevezték el (Nickel-Titanium Naval Ordnance Laboratory). Alkalmazása számos újszerű lehetőséget rejteget a különleges funkcionális tulajdonságainak köszönhetően, szemben a konvencionális fémekkel.

Az alakemlékező ötvözetek (shape memory alloys - SMA) több speciális funkcióról ismeretesek. Alacsony hőmérsékleten az SMA látszólag plasztikusan deformálható, de ez a maradó alakváltozás megszűnik a hőmérséklet emelésével. Magas hőmérsékleten jelentős deformáció után is képes az ötvözet visszanyerni eredeti alakját a terhelés megszűnése után. Ezt nevezzük szuperelasztikus effektusnak. [2] [3] [4] [6]



1. ábra Alakemlékező effektus (Shape Memory Effect) (a), szuperelasztikus effektus (superelasticity) (b) [6]

2 A martenzites fázisátalakulás

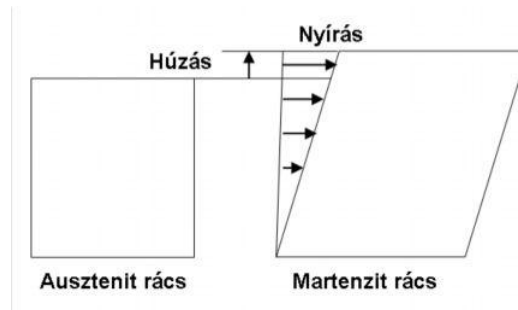
2.1 A martenzites átalakulás jellemzői

Az alakemlékező effektus a martenzites fázisátalakuláshoz köthető. A folyamat a nevét Adolf Martens után kapta. Egy elsőrendű szerkezeti fázisátalakulásról van szó, ahol a magas hőmérsékletű fázis diffúzió nélkül megy át az alacsony hőmérsékletű fázisba koncentrációváltozás nélkül. Utóbbit szülőfázisként is emlegetik. A folyamat gyakran éles határfelületű lemezes vagy lencse alakú krisztallitok képződéséhez vezet. [4]

Martenzites átalakulás csak akkor megy végbe, ha elég gyors a hűtés ahhoz, hogy ne legyen lehetséges diffúzió hajtotta egyensúlyi fázisok kialakulása. Így edzés során a hirtelen lehűtött ausztenit metastabil állapotba kerül, mivel egyensúlyi átalakulások nem képesek lejátszódni idő híján. Az ausztenitben oldott ötvözőelemek a gyors hűtés miatt beszorulnak a rácsba, így a martenzit fázis összetétele azonos lesz az ausztenitével. Diffúziómentes átalakulás esetén új fázis csak atommozgással képes létrejönni, ahol az elmozdulás mértéke a rácsparaméternél kisebb, így nem okozva szerkezeti változást. [3] [4]

Az átalakulás során kialakuló ausztenit-martenzit határfelületen (habitus sík) lévő atomok egyszerre foglalják el új helyüket a rácsban. Ez a leggyorsabb útja a martenzites szerkezet kialakulásának. Ahogy a határfelület halad, úgy folyamatosan alakul át az ausztenit rács martenzit ráccsá. Az átalakulás során az atomoknak a rácsparaméternél kisebb távolságra kell elmozdulniuk. Minél közelebb esik egymáshoz az ausztenit és a martenzit rács szerkezete, annál kisebb mértékben mozognak el az atomok, tehát annál könnyebben és gyorsabban megy végbe átalakulás. A folyamatot kooperatív atommozgásnak nevezik. [4]

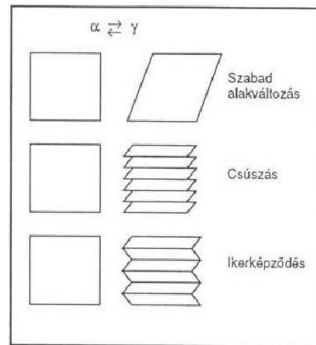
A két rács különböző szerkezetéből adódik az alakváltozás. Összetevői: egy nyírási és egy húzási deformáció, melyek az ausztenit és martenzit rács típusától függenek. Minél közelebb van a két rács szerkezete egymáshoz, annál kisebb az alakváltozás mértéke.



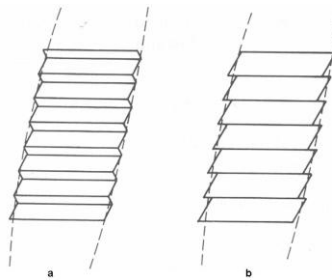
2. ábra Az ausztenit és martenzit fázisok közti alakváltozás [4]

A martenzit fázis az ausztenit fázis deformációjával jöhet létre, ami makroszkópikus deformációhoz vezet. Egy sík felületű mintán a felületet elérő martenzit csíra akár szabad szemmel is látható felületi reliefek kialakulásához vezet. A reliefen felismerhető a deformációt leépítő mechanizmus jellege. [4]

A martenzit csírák az ausztenit mátrixban keletkeznek, így a csírákat körülveszi az ausztenit. Az átalakulás során fellépő deformáció az ausztenit mátrixban mechanikai feszültséget ébreszt mind az ausztenit, mind a martenzit fázisban. A martenzit csíra növekedésével járó feszültségeknek le kell épülnie, mivel az megakadályozná az átalakulást. Az egyik lehetséges leépítő mechanizmus a diszlokációs csúszás, a másik ikerkristályok képződésével valósul meg. A diszlokációs csúszás értéke rácsparaméternyi, így nem okoz szerkezeti változást (rácsállandónyi nyírás). Ikerkristályok képződésével szintén nincs szerkezeti változás és a feszültségek is leépülnek. Ezek a deformációs változások szubszerkezetet hoznak létre a tűkön belül. [4]



3. ábra A mechanikai feszültség diszlokációs csúszással vagy ikerképződéssel való leépülése



4. ábra A martenzit tűk szubszerkezete: ikerkristályok (a), diszlokációs síkok (b) [4]

Ezen mechanizmusok miatt a martenzit fázis kristályhibákat tartalmaz. Diszlokációs csúszás esetén a martenzit tűk szélein megnövekedett diszlokáció sűrűséget észlelhetünk. Ha a feszültségek ikerkristályok képződésével épültek le, rétegződési hibákat észlelhetünk. Ezek mellett jelentős számú vakancia is kialakulhat. [4]

A martenzit és a szülőfázis között szoros kristálytani kapcsolat van. Mivel az atomok szomszédjai az átalakulás során nem változnak, az ausztenit és a martenzit rács közötti kapcsolat reprodukálható. Az ausztenit és a martenzit fázis egymással párhuzamos síkjain a legszorosabb a kristálytani kapcsolat, ezért ezek mentén a leggyorsabb az átalakulás. Vagyis, az átalakulás bizonyos kristálytani síkok mentén történik. Az ausztenit-martenzit határfelület a habitus sík, ami valójában nem sík, hanem diszlokációkkal és ikerkristály-határokkal szabdalts felület. Ezen a határfelületen a két fázis között koherencia van. A koherencia mértéke nagyobb, ha az ausztenit rendezett rácsú szilárd oldat. Ennek köszönhetően a határfelület – vagyis az átalakulás is - közel hangsebességgel képes haladni. [4]

2.2 A martenzites átalakulás termodinamikája

A martenzites átalakulás kinetikájának későbbi vizsgálatához szükség van néhány hőtani alapismeret lefektetéséhez.

2.2.1 A termodinamika I. főtétele és az entalpia

A termodinamika I. főtétele szerint egy zárt rendszer belső energiájának megváltozása egyenlő a rendszernek átadott hő és a rendszeren végzett munka összegével.

$$dU = dQ + dW$$

$$dU = dQ - p dV$$

ahol U: belső energia, Q: közölt hő, p: nyomás, V: térfogat, p dV: térfogati munka.

Állandó nyomáson lejátszódó folyamatok - amikor a rendszer szabadon tágulhat - tárgyalására vezették be az entalpia fogalmát.

$$H = U + pV, \text{ ahol } H: \text{entalpia} \quad \text{Mivel } dH = dQ + V dp^1, \text{ így } dQ = dH - V dp.$$

Vagyis az állandó nyomáson közölt hő ($V dp = 0$) egyenlő az entalpia megváltozásával, teljes egészében az entalpiát növeli.

$$dQ = dH \quad [10] \quad [13]$$

2.2.2 A termodinamika II. főtétele és az entrópia

Az I. főtétele nem ad magyarázatot arra, hogy a folyamatok önmaguktól melyik irányba mennek végbe. Erre a kérdésre a II. főtétele ad választ. A Clausius-tétel (1850) alapján hő önmagától nem megy át hidegebb testről melegebbre. Illetve a Thomson-elv (1851) szerint nem lehet mechanikai munkát előállítani a környezetből elvont hőből.

A II. főtétele értelmezésére vezették be az entrópia fogalmát (hőhányados):

$$dS = dQ / T$$

Az entrópia az entalpiához hasonlóan állapotjelző mennyiség. Clausius szerint önmaguktól lejátszódó folyamatok esetén (II. főtétele):

$$dS_{\text{total}} = dS + dS' \geq 0, \text{ ahol } dS \text{ a rendszer, } dS' \text{ a környezet entrópiaváltozása}$$

(egyensúlyi folyamat esetén: $dS_{\text{total}} = 0$, spontán folyamat esetén: $dS_{\text{total}} > 0$)

Az entrópia bizonyos értelemben a részecskék rendezetlenségének mérőszáma. Ezek alapján a folyamatok akkor játszódhatnak le önmaguktól, ha a változás a rendszer rendezetlenségét növeli.

Más szavakkal egy rendszernek és környezetének entrópiája a spontán folyamatok eredményeként mindig nő.

A szabadentalpia (Gibbs-féle szabadenergia) az a mennyiség, ami megadja, hogy egy reakció önmagától lejátszódó folyamat-e, vagy sem.

¹ $dH = dU + d(pV) = dU + p dV + V dp = \delta Q + V dp$

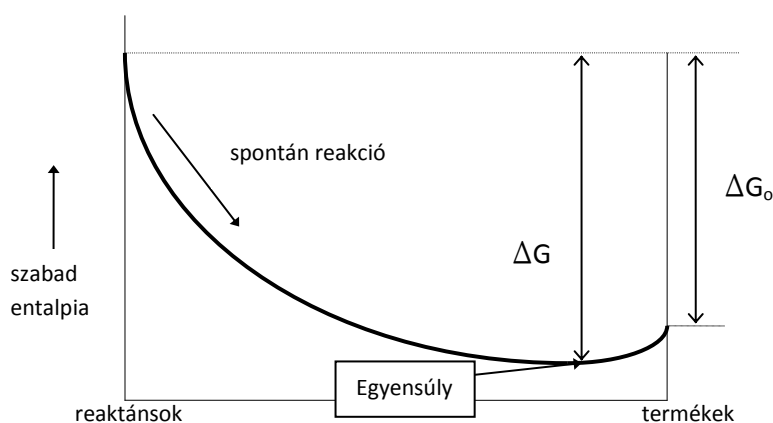
$$G=H-TS$$

Előjeléből következtethetünk a reakció irányára. Negatív előjel esetén spontán megy végbe a folyamat. Értéke minél nagyobb, annál hevesebben játszódik le a folyamat.

Mivel állapotjelző mennyiség, egy anyag két állapota között létezik egy jól definiálható szabadentalpia-különbség, ami számolható és mérhető.

$$\Delta G(p,T) = G_{\text{vég}}(p,T) - G_{\text{kezd.}}(p,T)$$

Mérni mindig csak szabadentalpia-különbséget tudunk. [10] [13] [14]



5. ábra A szabad entalpia változása [14]

2.2.3 A szabadentalpia-különbség és a martenzites átalakulás

Az ausztenit-martenzit átalakulás csak úgy jöhet létre ha a martenzit szabadentalpiája alacsonyabb mint az ausztenit szabadentalpiája. $G^M - G^A = \Delta G^{A \rightarrow M} < 0$. Ehhez azonban szükség van egy bizonyos mértékű túlhűlésre (super cooling), mivel az átalakulásnak vannak nem kémiai energiaszükségletei is (ezek a következők: a martenzit csíra felületi energiája - E_s , rugalmas torzulási energia - E_e , képlékeny alakváltozás energiája - E_p , disszipatív energia - E_d) Ezért a hajtóerőnek - a két fázis szabadentalpia-különbségének - fedeznie kell az átalakulással járó nem kémiai energiaszükségletet is. Így a hajtóerőnek nagyobbnak kell lennie, mint a nem kémiai energiaszükséglet. A martenzit csíra keletkezésekor fellépő teljes energiaváltozás:

$\Delta G^{A \rightarrow M} = E_c + E_s + E_e + E_p + E_d$, ahol E_c a kémiai tag, ez adja a szabadentalpia-különbség "többségét" az egyenletben. [4] [6]

² A martenzit-ausztenit határfelület mozgásából származó súrlódási energia.

2.3 *Átalakulási hőmérsékletek*

Az átalakulási hőmérsékleteken változik meg az ötvözet szerkezete a magas hőmérsékletű ausztenites szerkezetről az alacsony hőmérsékletű martenzitesre, illetve fordítva.

- Ms: „martensite start” hőmérséklet, amin megindul a ausztenit-martenzites átalakulás
- Mf: „martensite finish” hőmérséklet, amin a ausztenit-martenzites átalakulás befejeződik
- As: „austenite start” hőmérséklet, amin martenzit-ausztenites átalakulás megindul
- Af: „austenite finish” hőmérséklet, amin a martenzit-ausztenites átalakulás befejeződik

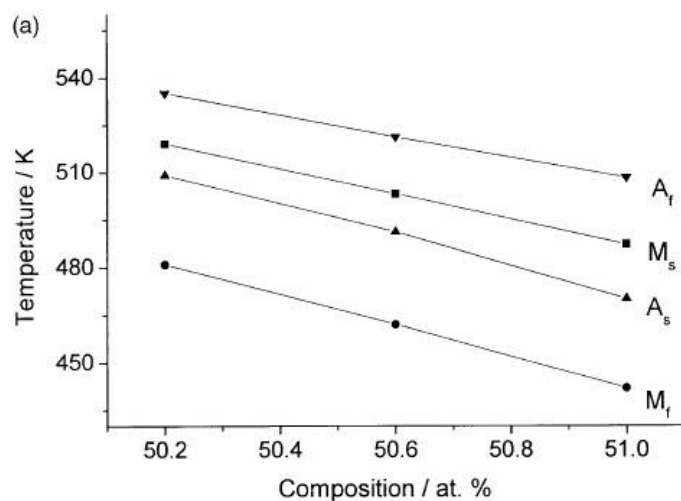
Az átalakulási hőmérsékletek értelmezésére vizsgáljuk meg az ausztenit-martenzit és a martenzit-ausztenit irányú átalakulásokat.

Vegyünk alapul egy átmeneti hőmérsékletet, ahol az SMA mintánk teljesen martenzites. As hőmérsékletre hevítve azt, megindul a martenzites rács ausztenitessé válása. Amint elérjük az Af hőmérsékletet a teljes minta ausztenites lesz.

Most vegyük azt a hőmérsékletet, ahol az SMA minta teljesen ausztenites. Ms hőmérsékletre hűtve megjelennek a martenzit kristályok. Amikor elérjük Mf-et, a minta teljesen martenzitessé válik.

Az ábra az átalakulási hőmérsékleteket szemlélteti, és azok kapcsolatát a martenzit fázis jelenlétével.

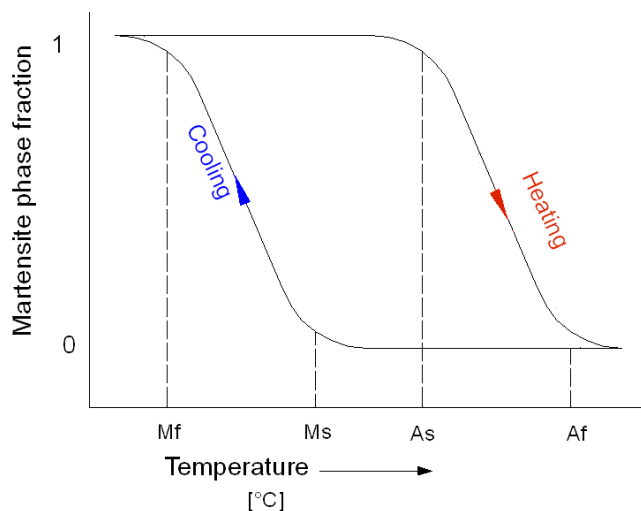
Nitinol esetén a Ni és Ti mennyisége az ötvözetben jelentősen befolyásolja az átalakulási hőmérsékleteket. Bármely ötvöző akár 1%-os változása is akár 100 °C-kal tolhatja el az Af hőmérsékletet. Ezért fontos az ötvözők mennyiségének pontos beállítása.



6. ábra Három különböző TiNiPd ötvözet átalakulási hőmérsékletei a Ti-tartalom függvényében

Látható, hogy az M_f hőmérséklet kb. 40 K-nel alacsonyabb 0,8%-kal több Ti-t tartalmazó ötvözet esetén [22]

A kereskedelmi forgalomban kapható Ni-Ti ötvözetek A_f hőmérséklete 100 °C és -20 °C között változik. Az ötvözetek A_f hőmérséklettűrése ± 3 °C és ± 5 °C között alakul. Általában körülbelül 15°C-20°C-kal alacsonyabb mint A_f , míg M_f 15°C-20°C-kal alacsonyabb mint M_s . [3]



7. ábra Fázisátalakulási hőmérsékletek alakemlékező ötvözeteknél [3]

2.4 *Átalakulási hőmérsékletek becslése Ni-Ti ötvözeteknél*

2.4.1 Termoanalitikai módszerek

Számos módszer létezik az alakemlékező ötvözetek átmeneti hőmérsékletének mérésére. A termoanalitikai módszerek csoportjába azon módszerek tartoznak, amelyek a minta jellemzőjének megváltozását követik a hőmérséklet és az idő függvényében. A minta hőmérséklete mindeközben programozottan változik és a mintát körülvevő gázatmoszféra is szabályozható.

Alapvetően azoknak a kémiai folyamatoknak a tanulmányozását teszik lehetővé, amelyek melegítéssel/hűtéssel függenek össze, pl. fázisváltozások. Továbbá a termoanalitikai műszerekkel történő mérés nagy mértékben automatizálható.

Az egyik leggyakrabban szóba kerülő mérőberendezés ezen a téren a DSC (Differential Scanning Calorimeter) másképpen a differenciális pásztázó kaloriméter. Röviden azt az elektromos teljesítményt méri ami ahhoz kell, hogy a mintát és egy referencia anyagot azonos hőmérsékleten tartsuk. A DSC gyors és precíz módszert biztosít az átalakulási hőmérsékletek meghatározására minimális mennyiségű minta használatával.

A másik ismert berendezés a DTA (Differential Temperature Analiser). A módszer a minta és a referencia anyag közötti hőmérséklet-különbséget követi a felfűtés/hűtés hatására. Endoterm reakciók hatására a minta hőmérséklete elmarad a referencia anyagétól, míg exoterm reakció esetén ez fordítva van. [7] [9]

2.4.2 A DSC működési elve

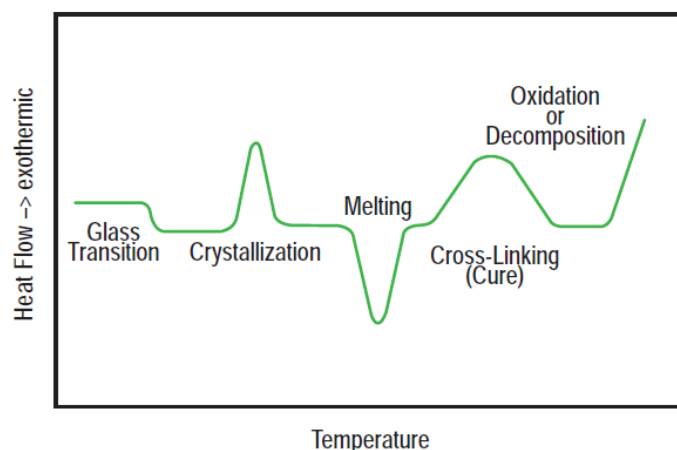
Működésének alapja, hogy különböző anyagok a hőmérséklet függvényében különböző halmazállapotokban vagy kristályszerkezetekben találhatók. A hőmérséklet változtatásával elérhetjük azt a pontot, ahol az adott anyag kémiai formája, kristályszerkezete vagy halmazállapota megváltozik. Ezt az átalakulást leggyakrabban hőjelenség kíséri. Detektálva az átalakulás hőmérsékletét illetve az eközben felszabaduló hőmennyiséget, azonosíthatjuk az anyag kémiai szerkezetét, amennyiben az észlelt hőeffektusokat ismert, tiszta kémiai anyagoknál (referencia anyag) mért hőjelenségekkel összevetjük.

A mérés során két anyag termikus tulajdonságait hasonlítjuk össze. A berendezés egy szabályozható módon fűthető kemencéből és az ebbe helyezett két mintatartóból áll. Mindkét mintatartóban egy-egy termoelem található melyek feszültségéből következtethetünk a mintatar-

tók hőmérsékletére. Az egyik mintatartóba általában a hő hatására nem változó anyagot (inert³), pl. alumínium-oxidot helyezünk, a másikba a mérendő minta kerül. A kemencét fűtve és mérve a mérendő és az inert mintába befolyó hőmennyiséget megállapíthatjuk, hogy milyen átalakulási hőeffektusok lépnek fel a felfűtés során. Ábrázolva a minta hőmérsékletét az inert anyag hőmérsékletének függvényében megkapjuk a minta DSC görbét.

A termodinamika I. főtétele szerint az állandó nyomáson közölt hő egyenlő az entalpia megváltozásával. Ez alapján az entalpiát növelő folyamatokat (pl. olvadás, párolgás) endoterm, az entalpiát csökkentőket (pl. kristályosodás, vulkanizálódás) exoterm reakcióknak nevezzük. Mivel az entalpia mérése bonyolult feladat, a DSC mérés során a minta és a referencia anyag közötti hőáramlás-különbséget mérjük a hőmérsékletprogram során (fűtés, hűtés, izoterm mérés).

Az y tengelyen a hőáram olvasható le. A DSC görbe negatív csúcsai hőelnyelő, endoterm folyamatra utalnak, míg a pozitív csúcsok hőfejlesztő, azaz exotermre. Az x tengely mentén az átalakulási hőmérséklet olvasható le. A csúcsok magassága az átalakulás sebességével áll összefüggésben, míg a csúcsok alatti terület megegyezik az átalakulási hővel. [8] [10] [21]



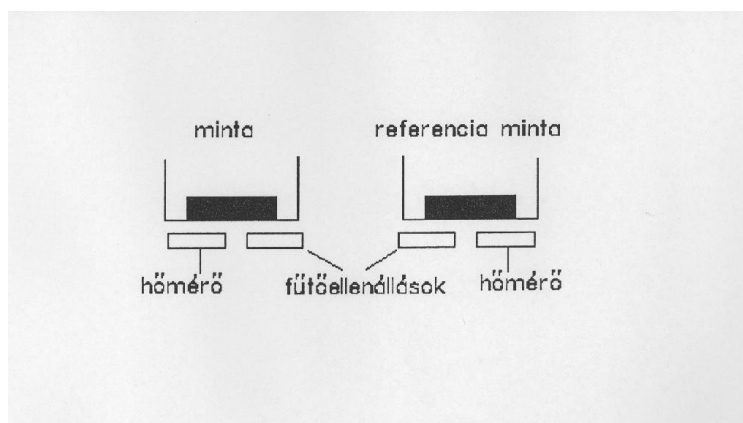
8. ábra Egy polimer elvi DSC görbéje [9]

³ Az adott körülmények között kémiai reakcióba nem lépő anyag.

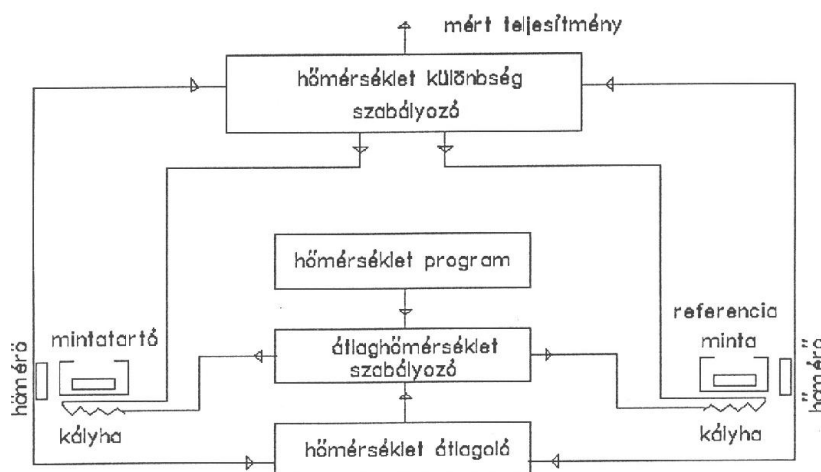
2.4.3 A DSC fajtái

2.4.3.1 Teljesítménykompenzációs DSC

A mérendő- és a referenciaminta egy-egy alulról fűthető platina mintatartóban helyezkedik el az ábrán látható módon. A fűtést biztosító két kályha hőmérsékletének szabályozására egy kétkörös visszacsatoló rendszer szolgál. Az első kör úgy vezérli a két kályha fűtőteljesítményének átlagát, hogy a két minta hőmérsékletét mérő ellenálláshőmérők átlaghőmérséklete a programhőmérsékletnek megfelelően, a beállítható fűtési sebességgel lineárisan változzon. A másik visszacsatoló kör a két hőmérő hőmérsékletkülönbségével arányos W teljesítménnyel az átlagteljesítményhez képest pozitív ill. negatív irányba eltolja a kályhák fűtőteljesítményét. Ezzel a negatív visszacsatolással a két minta közti hőmérsékletkülönbség csökken. Ezt az eljárást teljesítménykompenzációs (*power compensation*) DSC-nek nevezik.



9. ábra Teljesítménykompenzációs DSC mintatartók sematikus rajza [11]

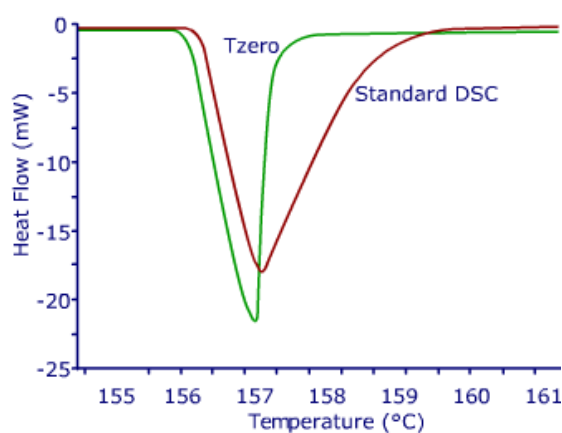


10. ábra A teljesítménykompenzációs DSC visszacsatoló rendszere [11]

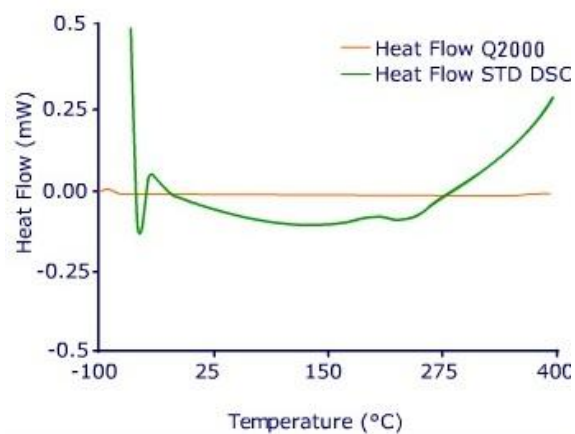
2.4.3.2 "Heat flow", azaz hőfluxusos DSC

A kialakuló hőmérsékletkülönbség csökkentésére egy másik módszer is használatos. Ez a hagyományos DTA továbbfejlesztett változatának tekinthető. Itt a két mintát ugyanabba a szabályozott hőmérsékletű kályhába helyezik. A hőmérsékletkülönbség csökkentését, úgy oldják meg, hogy a két mintát összekötik egy jó hővezetővel. Az ilyen berendezést szokás "heat flow" DSC-nek nevezni. Megjegyezzük, hogy kialakulását az elektronika gyors fejlődése tette lehetővé, mivel kisebb termofeszültségek is jól mérhetővé váltak.

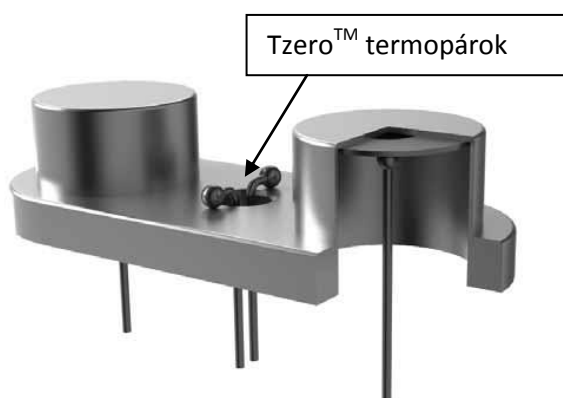
Előnye a megbízható mérési eredmények, és a könnyű kezelhetőség. Ezt tovább javítja a korszerű Tzero™ technológia, ami pontosabb eredményeket ad a hőáram mérésekor. A technológia lényege a Tzero™ cellában található Tzero™ szenzor. A szenzor a korábbiaknál több mérést végez, felismeri és kompenzálja az ellenállás illetve kapacitás egyensúlyában történő változásokat. Ugyanis ezek a változások rossz irányba befolyásolják az hőáram alapvonalának stabilitását és felbontását. Így végeredményül pontosabb értékeket kapunk a mintából illetve a mintába áramló hő alakulásáról. [11] [9]



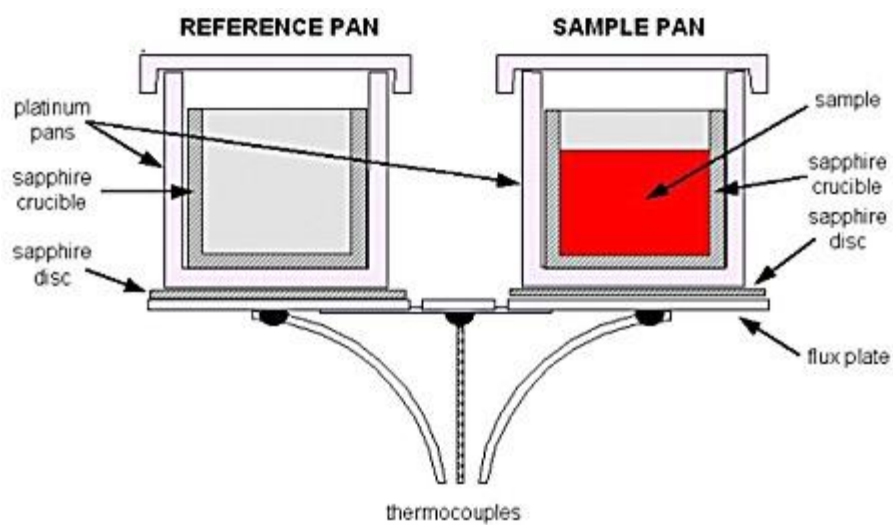
11. ábra Az alapvonal felbontása standard DSC és Tzero™ DSC technológia esetén [9]



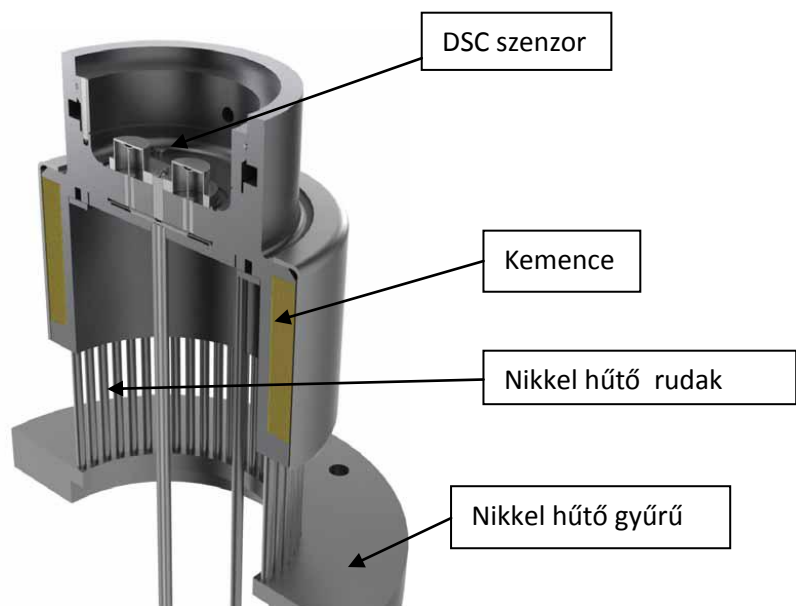
12. ábra Az alapvonal sokkal laposabb a Tzero™-val felszerelt Q2000 típusú DSC-vel (TA instruments) való mérésnél [9]



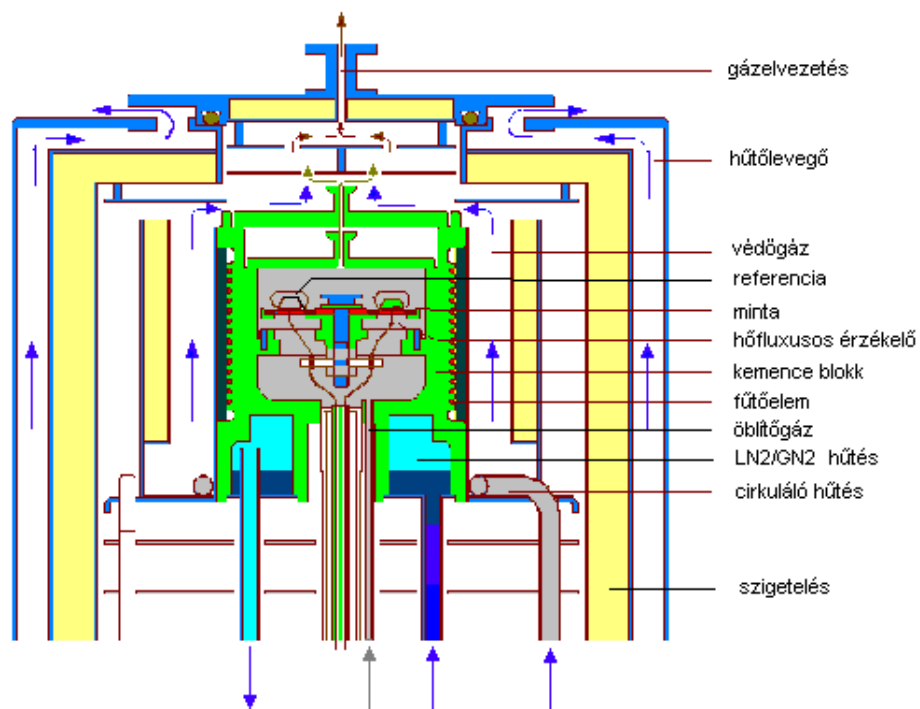
13. ábra Tzero™ szenzorral ellátott DSC kamrája [9]



14. ábra Heat flow típusú DSC kamra sematikus rajza [12]

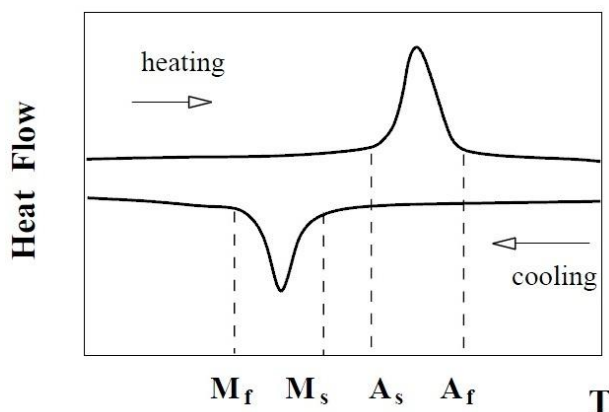


15. ábra Heat flow típusú DSC (Q2000, TA instruments) [9]



16. ábra Egy Netsch 204 típusú DSC berendezés sematikus vázlatja [15]

2.4.3.3 A DSC grafikon kiértékelése



17. ábra Sematikus DSC görbe [6]

A görbén a hőáramláson alapuló endoterm és exoterm folyamatok figyelhetők meg. A negatív csúcsok endoterm, míg a pozitív csúcsok exoterm folyamatokat jelölnek. A csúcsok magassága az átalakulás kinetikájával van összefüggésben, míg a csúcsok alatti terület megegyezik az átalakulási hővel.

Az endoterm csúcsok ausztenites átalakulást jelölnek, míg az exotermek martenziteset. Az egyes átalakulások kezdő- és véghőmérsékletei az alapvonal és a csúcsból húzott érintő metszéspontjával határozható meg.

2.4.4 DMTA mérés

A DMA az angol Dynamic Mechanical Thermal Analysis (DMTA) szavakból képzett rövidítés. Egyes szakirodalmakban használatos a DMRT (Dynamic Mechanical Rheological Testing) kifejezés is, mivel ennek a termikus analitikus módszernek a reológia tudományához is van kötődése. (A továbbiakban a DMTA rövidítést fogom használni.)

A DMTA (dinamikus mechanikus termikus analizátor) talán napjaink legsokoldalúbb mérőberendezése a termikus analízis terén. Nincs másik hasonló mérőberendezés, ami több információt szolgáltatna egy mintadarabról egyetlen teszt alkalmával. Emellett direkt kapcsolatot teremt az anyag kémiai felépítése és mechanikus viselkedése között. A különféle anyagokkal a fajtájuktól, fizikai állapotuktól és formájuktól függetlenül lehet méréseket végezni DMTA módszerrel.

A DMTA módszerrel és speciális számítógépes szoftverrel az is megjósolható, hogy hogyan viselkedik az adott anyag bizonyos körülmények között akár éves távlatokban is. [16]

2.4.4.1 A reológia és a viszkoelaszticitás

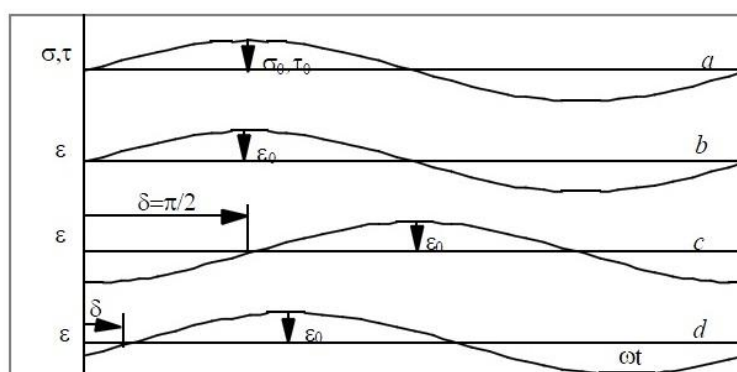
Ahhoz, hogy pontosan értsük és értékelni tudjuk a DMTA mérés eredményeit, szükség van az elméleti háttérre. A reológia tudománya tanulmányozza az anyagok deformációját és folyási tulajdonságait figyelembe véve azok elasztikusságát és viszkozitását.

Az elasztikusság az anyagnak az a tulajdonsága, amivel tárolni képes a deformáció energiáját. Értelmezhető az anyag olyan kapacitásaként, amivel vissza képes szerezni az eredeti alakját a deformáció után. A viszkozusság pedig az anyag folyással szembeni ellenállását fejezi ki.

Azokat az anyagokat, amelyek vagy elasztikusan, vagy viszkozusan, vagy e kettőt vegyítve reagálnak egy terhelésre, viszkoelasztikus viselkedésűnek tekintünk. Ennek értelmében a viszkoelasztikus anyagokat a deformáció szempontjából olyan összetett rendszernek tekintjük, amelyben a szilárd rugalmas anyagra és a folyadéokra jellemző tulajdonságok kombinálódnak.

Ideálisan rugalmas testet deformálva a teljes befektetett munka potenciális energiává alakul, ami a terhelés megszüntetése után visszaalakul kinetikus energiává, és a test visszanyeri eredeti alakját és méretét. Ideális folyadékoknál a befektetett munka teljes egésze hővé alakul, így a terhelés megszűnése után nem nyerik vissza eredeti alakjukat és méretüket. Az ideálisan rugalmas testek viselkedését Hooke-, az ideális folyadékokét Newton törvény írja le.

Színuszos terhelést adva egy ideálisan rugalmas testre, a deformáció lefutása megegyezik a terhelésével. Ugyanilyen terhelés esetén az ideális folyadékban fáziskésés jelenik meg.



18. ábra Periodikus terhelés hatására kialakult deformáció (a) ideálisan rugalmas test (b) ideális folyadék (c) polimerek (viszkoelasztikus anyagok) esetén (d) [17]

A magyarázat a következő:

A newtoni folyástörvény szerint:

$\tau = \eta \frac{d\gamma}{dt}$, ahol τ a nyírófeszültség, η a viszkozitás, $\frac{d\gamma}{dt}$ a nyírósebesség.

Szinuszosan változó feszültségnél:

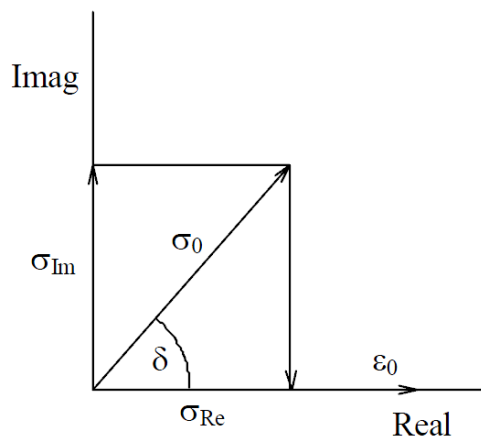
$\tau = \tau_0 \sin(\omega t)$, ahol τ_0 a terhelés amplitúdója, ω a körfrekvencia ($\omega = 2\pi/T$).

A t értékét a newtoni folyástörvény képletébe helyettesítve, majd integrálás és átrendezés után adódik, hogy

$$\gamma = \frac{\tau_0}{\eta\omega} \sin(\omega t - \frac{\pi}{2})$$

vagyis a deformáció $\pi/2$ értékkel marad el a feszültségtől.

Mivel a feszültség és deformáció nincs fázisban egymással, szükség van a fáziskésés (δ vagy $\tan\delta$) bevezetésére. Ehhez vezetjük be a komplex rugalmassági modulus fogalmát az elektrotechnikából ismeretes váltakozó áramköröknél használt komplex mennyiségekhez hasonlóan. (Komplex rugalmassági modulus a Hooke-törvény értelmezésében : $|E^*| = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0}$.)



19. ábra A feszültség vektor felbontása valós és képzetes (imaginárius) részekre [17]

Ez azt jelenti, hogy a feszültséget egy a deformációhoz képest δ szöggel elforgatott vektornak tekintjük. A valós tengelyen a deformációval fázisban lévő (s_{Re}), az imaginárius tengelyen a $\pi/2$ értékkel elforgatott komponense van (s_{Im}).

$$E_{Re} = \frac{\sigma_{Re}}{\epsilon_0} = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} \cos \delta = |E^*| \cos \delta$$

$$E_{Im} = \frac{\sigma_{Im}}{\varepsilon_0} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \sin \delta = |E^*| \sin \delta$$

$$\tan \delta = \frac{E_{Re}}{E_{Im}} = \frac{|E^*| \sin \delta}{|E^*| \cos \delta}$$

E_{Re} : a dinamikus /tárolási modulus, a rugalmassági modulus valós (Reális) része. A viszkoelasztikus anyagok merevségét prezentálja, a rugalmasan tárolt (visszanyerhető) energiával arányos. Szokásos jelölése: E'

E_{Im} : a veszteségi modulus, a rugalmassági modulus képzetes (Imaginárius) része. Ez a deformált testben hővé alakuló (nem visszanyerhető) energiával arányos. Szokásos jelölése: E''

tand: a veszteségi tényező, ami az egy ciklusban hővé alakult, és a tárolt energiának hányadosának felel meg. Dimenzió nélküli mennyiség.

A komplex rugalmassági modulus a rugalmassági modulus és a veszteségi modulus segítségével:

$$E^* = E' + iE''$$

Összefoglalva, ideális testek (elasztikus anyagok) esetén a deformáció fázisban van a terhelés amplitúdójával. Így δ értéke 0° és a komplex rugalmassági modulus a tárolási modulussal egyenlő ($E^*=E'$, mivel $\cos 0^\circ=1$ és $\sin 0^\circ=0$). Ideális folyadékok (viszkózus anyagok) esetén δ értéke 90° ($\pi/2$), így a komplex rugalmassági modulus a veszteségi modulus értékével egyezik ($E^*=E''$, mivel $\sin 90^\circ=1$ és $\cos 90^\circ=0$). Valós esetekben viszkoelasztikus anyagokat vizsgálunk, ahol δ értéke 0° és 90° között helyezkedik el. Ha tand értéke magas, akkor az anyag inkább viszkózus, ha alacsony, akkor inkább elasztikus viselkedésű (18. ábra/ δ függvény). [16] [17]

2.4.4.2 A DMTA berendezés működése

DMTA berendezéssel jellemezhetjük a legfontosabb funkcionális tulajdonságokat, mint a rugalmassági modulus és a csillapítási képességhez kapcsolódó veszteségi tényező. A legtöbb DMTA mérés során adott frekvencia és állandó terhelés amplitúdó mellett változtatjuk a hőmérsékletet.

Mind a statikus, mind a dinamikus terhelés lehet:

- erőhatás jellegű (pl. a próbatestben ébredő feszültség)

- deformáció jellegű (pl. a próbatest lehajlása, megnyúlása).

A kiválasztott statikus és dinamikus erőt vagy feszültséget, illetve a próbatest deformációjának amplitúdóját a DMTA készülék a mérés során állandó értéken tartja.

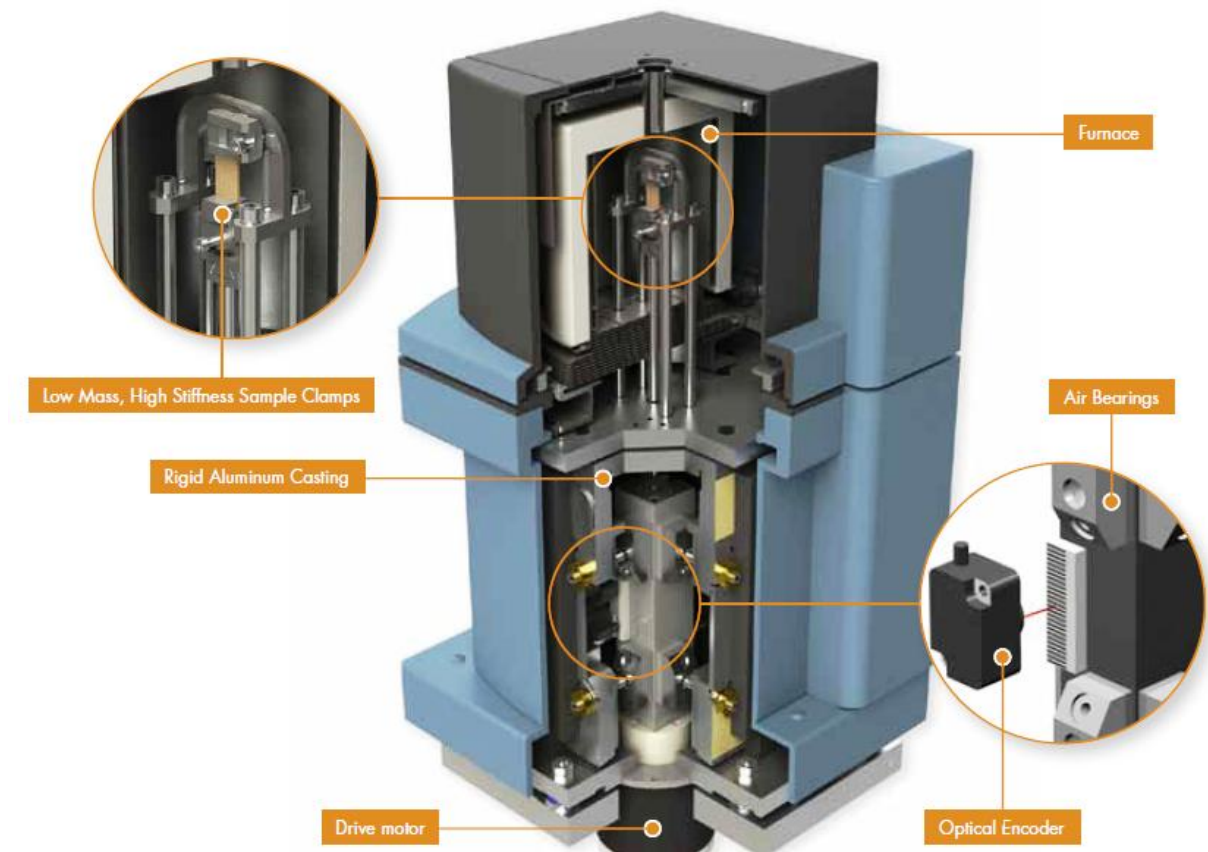
Azok a vizsgálatok, ahol mégis a terhelés amplitúdó változik, vagy ahol összetett frekvenciát alkalmaznak, további információkkal képes szolgálni.

A vizsgálat során a mechanikai tulajdonságokat befolyásoló öt alapvető tényező:

- a terhelés időtartama
- hőmérséklete
- frekvenciája
- feszültség
- deformáció

Vizsgálatunk során a mintára ható feszültséget és annak frekvenciáját konstans értéken tartottuk. A minta hőmérsékletét meghatározott módon (adott K/min-es sebességgel) változtattuk, és mértük a kialakult deformációt. Ezekből és a minta geometriai adataiból (a készülékállandók ismeretében) a polimer mechanikai jellemzői számíthatók.

A méréseket egy korszerű Q800-as típusú (TA instruments) DMTA berendezésen végeztük. A berendezés lényege a széles körben variálható próbatest mérőfejek (feltétek), amelyekkel húzó, hajlító, nyomó vagy nyíró vizsgálatokat végezhetünk. A próbatesttel végzett mérést egy védőgázzal (nitrogén) kitöltött kemencében végeztük. [7] [9] [18] [19]



20. ábra A Q800-as típusú berendezés szerkezete (TA instruments) [9]

A feltétek lehetnek:

Kettős/egyes konzolos feltét

A próbatest mindkét végén be van fogva és vagy középen hajlítják (kettős konzol), vagy az egyik végén (egyes konzol). A konzolos hajlítás jó megoldás általános mérésekre elasztomerek esetén.

Három ponton hajlító feltét

A próbatest alá van támasztva mindkét végén és a hajlító erő középen éri. Ez a módszer a "legtisztább" mivel a rögzítés hatásaival nem kell számolni a deformáció során. A feltét alacsony súrlódási együtthatójú görgős csapágyakat használ a nagyobb precízió érdekében.

Nyíró feltét

Két egyforma méretű és anyagú próbatestet helyezünk egy-egy fix és egy mozgó tányér közé. Ez az eszköz ideális gélek, ragasztók és nagy viszkozitású gyanták esetén.

Nyomó feltét

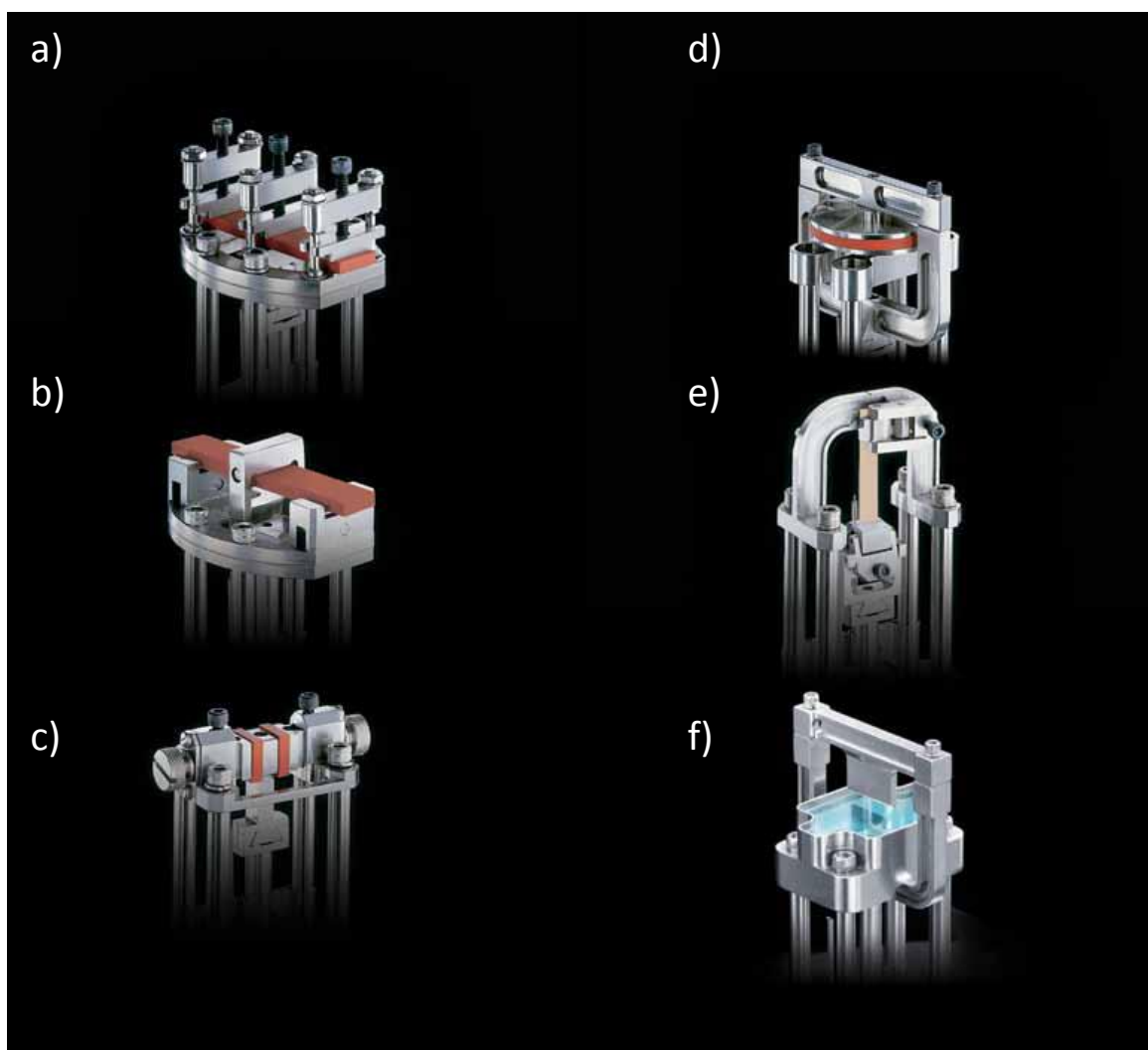
A próbatestet egy fix lapos felületre helyezzük és egy oszcilláló lappal fejtünk ki rá erőt. Alkalmas például habokkal és elasztomerekkel végzett mérésekre.

Húzó feltét

A mintadarabot egy fix és mozgatható fogóba rögzítjük. Számtalan mérés esetén használják miközben statikus terhelést adnak a próbatestnek.

Merülő feltét

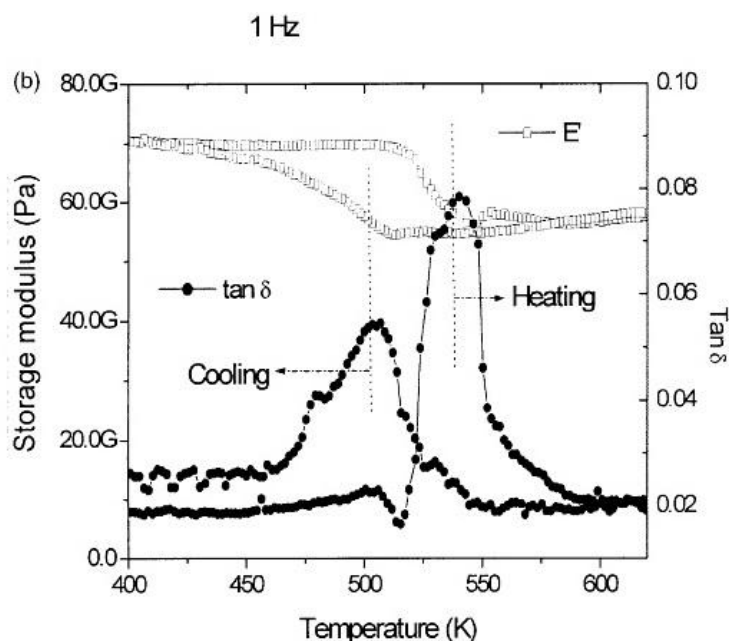
Húzó-, nyomó- és három ponton hajlító feltétek esetén alkalmazható merülő beállítás. A feltét segítségével vizsgálódhatunk folyékony közegben 80 °C-ig. [9]



21. ábra A Q800-as DMA készülékhez kapható feltétek: Kettős/egyes konzolos feltét (a) , Három ponton hajlító feltét (b) , Nyíró feltét (c) , Nyomó feltét (d) , Húzó feltét (e) , Merülő feltét (f) [9]

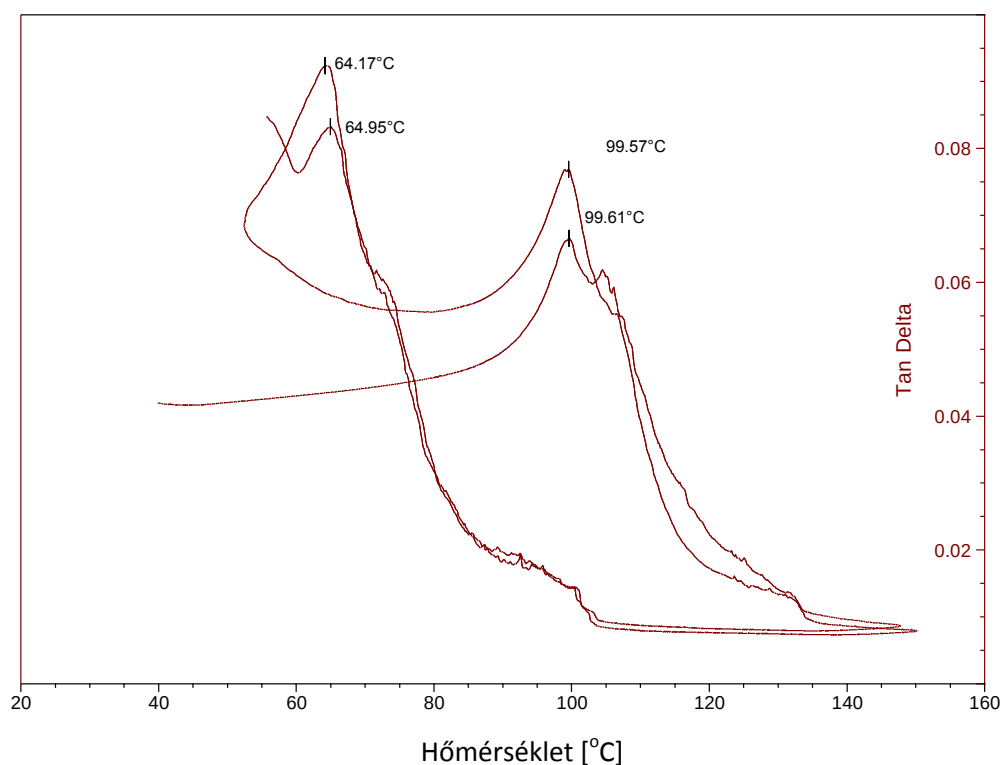
2.4.4.3 A DMA grafikon kiértékelése

A kiértékelés módját egy TiNiPd háromalkotós alakemlékező ötvözet DMA görbéjén szemléltetem.



22. ábra Ti₅₁Pd₃₀Ni₁₉ ötvözet DMA görbéje [22]

A grafikonon a bal oldali tengelyen a tárolási és a veszteségi modulus, a jobb oldali tengelyen pedig a tand értékei olvashatók le a hőmérséklet függvényében. Látható, hogy melegítés során a tárolási modulus értéke 515 K környékén hirtelen csökkenésnek indul (As), amivel összhangban a tand értéke a korábban említett összefüggésnek megfelelően növekedni kezd. A növekedés a tárolási modulus csökkenéséig tart (~545 K), majd visszatér a korábbi érték (Af). A hűtés során E' változása 520 K környékén következik be (Ms), és növekedésnek indul. Ekkor ismét megugrik tand értéke, majd a tárolási modulus változásának végével beáll egy valamelyest állandó értékre (Mf). A tand csúcsa mindig valamilyen változást jelöl. A melegítés során az ausztenites, míg hűtésnél a martenzites fázisátalakulást.



23. ábra CuAlNi alakemlékező ötvözet DMTA vizsgálata során kivehető átalakulási hőmérsékletek

2.5 A martenzites átalakulás kinetikája

A martenzites átalakulás kinetikájának tárgyalását gyakorlati tapasztalatokra építik. A martenzites átalakulás kinetikájában két csoport létezik: a nem termoelasztikus martenzites átalakulások és a termoelasztikus martenzites átalakulások csoportja. [4]

2.5.1.1 Nem termoelasztikus martenzites átalakulások

A martenzit kristályok végső méretének elérése után új martenzit kristályok keletkeznek. Ennek oka, hogy a növekvő martenzit csíra körül kialakuló feszültségek az ausztenit mátrixban elérik az anyag folyáshatárát. Így képlékeny alakváltozást szenved a habitus sík, és megszűnik a koherens határfelület. Megnő a martenzit kristály növekedéséhez szükséges energiaigény, ezért az átalakulás újabb csíra keletkezésével folytatódik. [4]

2.5.1.2 Termoelasztikus martenzites átalakulások

Ez az átalakulás jellemző az alakemlékező ötvözetekre. A martenzit kristályok arányosan növekednek a hőmérséklet csökkentésével. Az új csírák keletkezése mellett a meglévő martenzit kristályok is tovább növekednek. Jóval kisebb feszültségek keletkeznek az ausztenit

mátrixban, és nem jön létre képlékeny alakváltozás az ausztenit-martenzit határfelületen (elhanyagolhatóan kicsi). Továbbá a koherens határfelület meglétével kicsi az átalakulást kísérő felületi energia is. Így a szabadentalpia-változás egyenlete a következőképp alakul:

$$\text{Így } \Delta G^{A \rightarrow M} = E_c + E_e + E_d$$

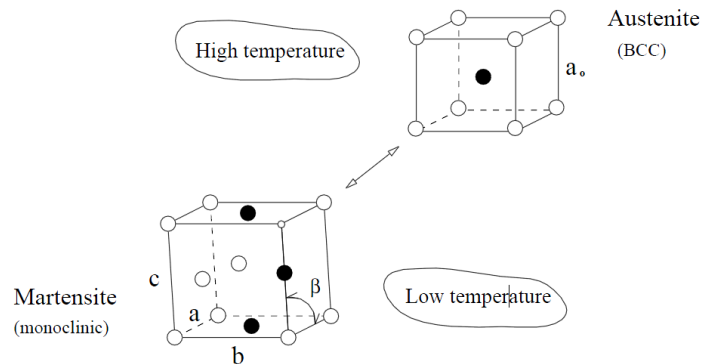
Ilyenkor a hajtóerőt a kémiai entalpia, a rugalmas torzulási energia és a disszipatív energia jellemzi. Ms hőmérséklet alá hűtve az ötvözetet a kémiai entalpia meghaladja a másik két tag összegét, és a martenzit tú növekedésnek indul. A tú növekedésével nő a rugalmas torzulási energia, amíg a disszipatív energiával alkotott összege el nem éri ismét a kémiai entalpia értékét. Ekkor az egyenlet tagjai egyensúlyba kerülnek egymással és a hajtóerő 0 lesz ($DS_{\text{total}}=0 \rightarrow$ egyensúlyi állapot), a tú növekedése leáll. Ha tovább hűtjük az ötvözetet az egész előlről kezdődik, míg újból megáll a tú növekedése. Azonban, ha egy egyensúlyi állapotnál megemeljük kicsit a hőmérsékletet, nem indul meg a martenzit tú zsugorodása. Ennek az oka az, hogy a disszipatív tag pozitív értékű marad martenzit-ausztenit átalakulás esetén is, és a rugalmas torzulási energia növekedése nem elég ahhoz, hogy legyőzze a disszipatív tagot. Ezért a martenzit-ausztenit irányú folyamathoz az ötvözet túlhevítése szükséges. Tehát mind az ausztenit-martenzit, mind a martenzit-ausztenit átalakulást a kémiai entalpia, a rugalmas torzulási energia és a disszipatív energia egyensúlya szabályozza. Mivel a disszipatív energia mindkét irányban pozitív, ezért az előbbi két tag (kémiai energia, rugalmas torzulási energia) egyensúlya irányítja az átalakulást. Innen ered a "termoelasztikus" kifejezés. A martenzit tú egyensúlyából a mechanikai feszültség és a mágneses térerő változása is kibillentheti. Ekkor a tú a hatásnak megfelelően zsugorodni vagy növekedni kezd.

Mint említettem korábban a termoelasztikus martenzites átalakulás esetén a felületi energia és a képlékeny alakváltozás elhanyagolhatóan kicsi. Ehhez a kristályszerkezeti változás, a deformáció és a térfogatváltozás elhanyagolhatóan kicsi értékei szükségesek, amihez szükség van az átalakulás koherens határfelületére. Ez akkor lehetséges ha az ausztenit rendezett rácsú szilárd oldat. [4]

2.6 Kristályszerkezet

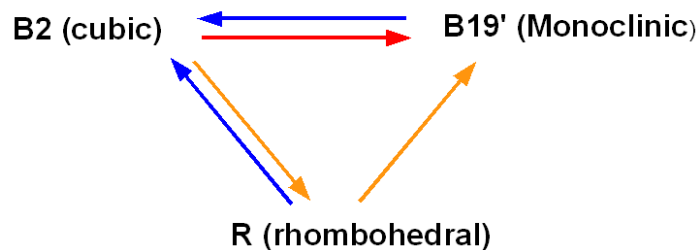
Mivel a termoelasztikus martenzites átalakulás feltétele a koherens határfelület, az alakemlékező ötvözetek rendezett rácsúak. Az ausztenit egy magas hőmérsékletű (nagy energiájú) fázis. Nitinol esetén B2 típusú szimmetrikus térközepes köbös (TKK) rács jellemzi ($a_0=0,3015$ nm), ahol nikkel atom van a központi helyen, és titán atomok a kocka 8 sarkán..

Az alacsony hőmérsékletéhez tartozó martenzit fázishoz egy kevésbé szimmetrikus B19' típusú monoklin⁴ rács típus tartozik ($a = 0.2889 \text{ nm}$, $b = 0.4120 \text{ nm}$, $c = 0.4622 \text{ nm}$, $\beta = 96,8^\circ$). [4] [3] [6]



24. ábra Fázisátalakulás Nitinol esetén [6]

Előfordulhat egy köztes fázis keletkezése is, az úgynevezett R-fázis. Ez a romboéderez szerkezetű fázis martenzites átalakulás során fordul elő, ezzel egy két lépcsős átalakulást okozva. Az egyik feltevés szerint az R-fázisok jelenlétét hidegalakítás okozza, de meghatározása a mai napig nagy kihívást jelent. [3] [6]



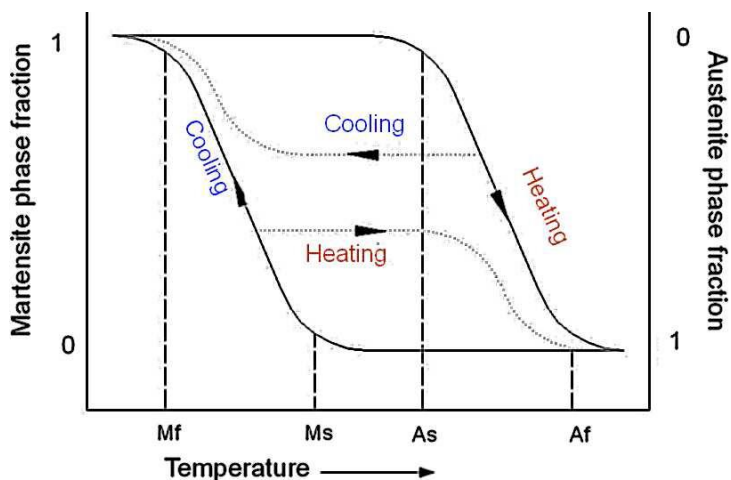
25. ábra Két átalakulási "útvonal" Nitinol esetén: egylépcsős esetben B2->B19' és a kétlépcsős B2 -> R-fázis -> B19' , Visszaalakulás útvonala: B19' -> B2, R-fázis -> B2 [3]

2.7 Hiszterézis

Az átalakulási hőmérséklet hiszterézis a hevítés során 50%-ban martenzitessé vált szerkezet és a hűtés során 50%-ban ausztenites szerkezet hőmérséklete közötti különbség. Ni-Ti ötvözetek esetén a hiszterézis értéke 25°C és 50°C között változik. Az ábrán a folytonos

⁴ Egyhajlású kristályrendszer, amelynek három különböző nagyságú tengelye közül kettő merőleges egymásra és a harmadik nem 90° -ban metszi a másik kettőt.

vonal az M_f és A_f hőmérsékletek közötti hűtési-hevítési ciklust mutatja. Részleges ciklusok esetén, amikor csak M_s és A_s hőmérsékletek között maradunk, egy kisebb hiszterézis hurok jön létre. [3]



26. ábra Hiszterézis görbék [3]

3 Ni-Ti ötvözetek mechanikus és funkcionális tulajdonságai

Martenzites állapotban az SMA ötvözetek mechanikus viselkedését maradó alakváltozás jellemzi, ami megszűnik megfelelően magas hőmérsékleten, és visszanyerjük az eredeti alakot. Az eredeti alak visszanyerésének hajtóereje a szabadentalpia-különbség, és két feltétele van:

1. A martenzites állapot kialakulása kristálytanilag reverzibilis kell, hogy legyen.
2. A deformáció során nem történhet diszlokációs csúszás.

Az első feltétel szerint az atomok orientációjának az eredeti állapottal meg kell egyeznie a kiinduló alak visszanyerésénél. Másképpen mondva csak termoelasztikus martenzites átalakulás játszódhat le.

A második feltétel miatt deformáció csak martenzit fázisban mehet végbe (ha $T < M_f$), és csakis ikerkristály-határvándorlással. Terheletlen állapotban ez a mechanizmus csökkenti ugyan az átalakulást kísérő deformációt, de bonyolultabb rendezett rácsú rendszerekben az ikerkristályokkal való feszültségleépítés nem elég a nagyobb mértékű deformáció miatt. A deformáció további csökkentését az teszi lehetővé, hogy nem minden martenzit csíra terjed egy irányban. Vagyis több különböző orientációjú variáns keletkezik. A variánsokat

íkerkristály határok választják el. A martenzitvariánsok mérete, iránya, eloszlása a deformáció szerint alakul oly módon, hogy makroszkopikus szinten egymás deformációját kioltják. A terheletlen ausztenitben így kialakuló variánsokat hívják szabadon illesztett martenzitnek (twinned martensite).

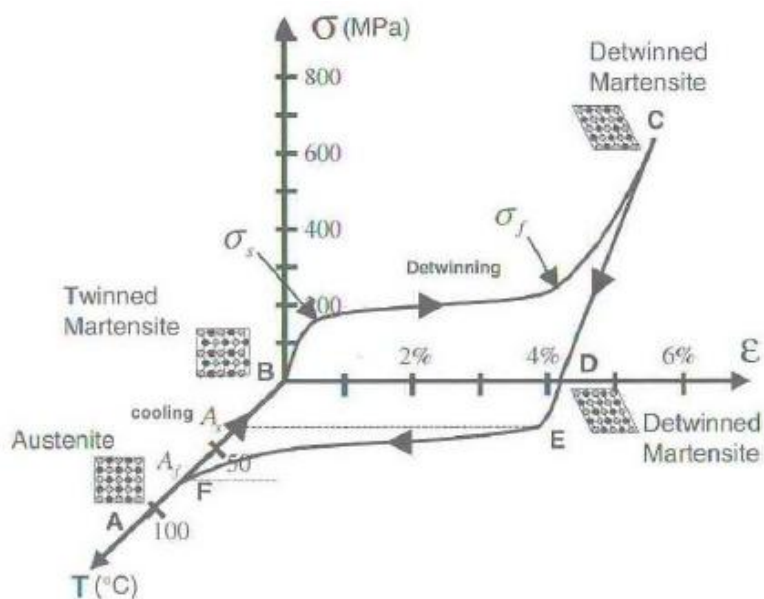
Az eredeti alakkal az ausztenites minta rendelkezik. M_f hőmérséklet alá hűlve alakja nem változik, amit a szabadon illesztett martenzit variánsok biztosítanak.

Amikor M_f alatti hőmérsékleten mechanikus terhelés éri a mintát, átrendeződnek a martenzitvariánsok (detwinned martensite). Azok a variánsok, amelyek orientációja kedvező a terhelés szempontjából, növekedni kezdenek a többi rovására. Ez a folyamat a variánsok közti határfelület mozgásával (íkerkristály-határvándorlással) történik. A kedvező variáns növekedése arányos a terhelés nagyságával, így maximális terhelés esetén minden kristályt csak egy variáns alkot.

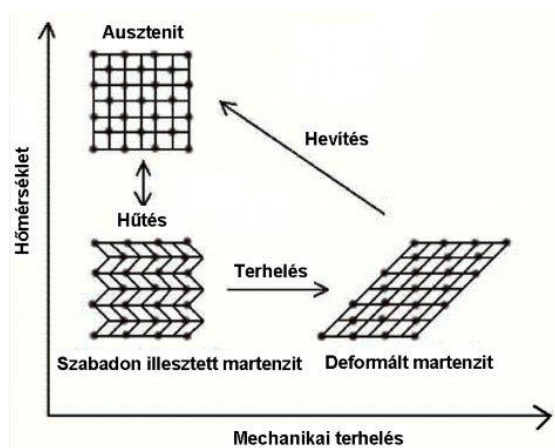
Amikor az ötvözetet visszahevítjük A_f hőmérséklet fölé, az termoelasztikus folyamat során visszanyeri eredeti alakját. Az így kialakult ausztenitben a variánsok orientációja megegyezik az eredeti ausztenitével. Az eredeti orientáció megtartását a szoros kristálytani kapcsolat okozza, amit pedig a kristálytani rendezettség biztosít. [4]

3.1 Az alakemlékező effektus

Mint említettem a Kristályszerkezet című fejezetnél, a martenzit rács szimmetriája alacsonyabb mint az ausztenité. Azonban alacsonyabb szimmetriájú fázisból kevesebb orientációban alakul ki a szimmetrikusabb fázis mint fordítva. Ezzel magyarázható az eredeti alak visszanyerése. Hiszen míg az ausztenit fázisból több különböző orientációjú martenzitvariáns alakulhat ki, addig a martenzit fázisból az ausztenit fázis csak az eredeti orientációban képes visszaalakulni (függetlenül a terhelés nagyságától). Természetesen az eredeti alak visszanyerésével az íkerkristály-határvándorlás nélküli állapothoz jutunk vissza. Ezt a jelenséget hívják egyutas alakemlékező effektusnak.



27. ábra Az alakemlékező effektus [1]



28. ábra Az alakemlékező effektus mechanizmusa [4]

Ni-Ti ötvözetekben akkor jelenik meg az alakemlékező effektus, amikor az SMA mintát M_f hőmérséklet alatt vagy M_f és A_s között érte deformáció, és annak martenzites szerkezete A_s fölé hevülve instabillá válik. Az egyszerűsített egykristály szerkezetű modellen látható (27. ábra), ahogy a szülőfázis ($T > A_f$) szabadon illesztett martenzit fázissá ($T < M_f$) alakul. Megfelelően magas terhelésnél egyetlen martenzitvariáns jön létre. Majd A_f fölé hevítve a mintát, újra kialakul az ausztenit fázis.

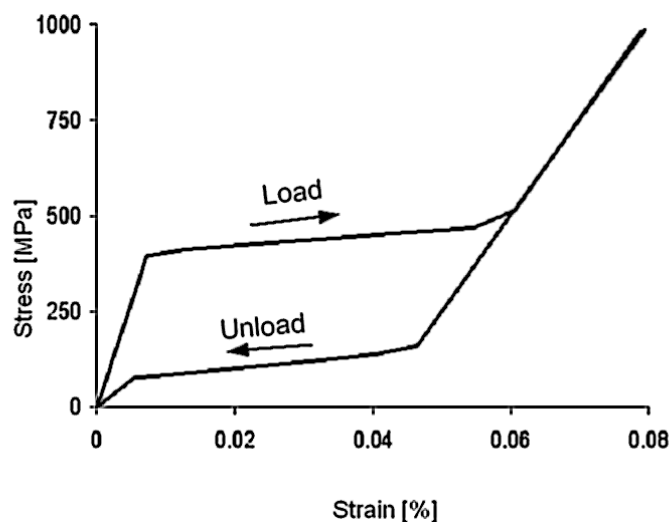
Mivel a martenzitvariánsok átrendeződése maradó alakváltozással járt, az ausztenitté való visszaalakulás jelentős átalakulási feszültséggel kísérelt. Ennek amplitúdója a maradó alakváltozással egyenlő, de iránya ellentétes azzal. Így ausztenit fázisban az SMA minta visszanyeri eredeti alakját. [3]

Kétutas alakemlékező effektus esetén a martenzites fázishoz is köthető „memorizált” alak. Így az SMA minta spontán képes megváltoztatni az alakját hevítés és hűtés esetén is. A „memorizálás” során ausztenit fázisról hűtve a mintát nem engedik szabadon illesztett martenzitvariánsok kialakulását. A hűtés adott alakra deformálva történik, így a deformáció szempontjából kedvező martenzitvariánsok alakulhatnak csak ki. A termomechanikai folyamat magyar elnevezése betanítás (angolul training), amelyet megfelelő körülmények között ciklikusan végeznek. [3] [4]

3.2 A szuperelasztikus effektus

Az SMA ötvözeteknek az alakemlékező effektus mellett van egy másik jellemző tulajdonsága, a szuperelasztikus effektus.

A szuperelasztikus effektus lényege, hogy az ötvözet visszanyeri eredeti alakját a terhelés megszűnését követően. A folyamat $T > A_f$ hőmérsékleten (tisztán ausztenites állapot) között extrém terhelés esetén vizsgálható. Hatására az SMA minta jelentős mértékű rugalmas alakváltozást szenved. A mechanikai feszültség eredményeképp az M_s kezdőhőmérséklet feljebb tolódik, így előbb megkezdődik a martenzites átalakulás. Az így kialakult terhelés által indukált martenzit instabil magas hőmérsékleten, így a terhelés megszűnésével visszaalakul az ausztenites szerkezet és vele együtt az eredeti alak. Az ábrán egy tipikus feszültség-nyúlás diagram látható szuperelasztikus viselkedés esetén. [3] [4]

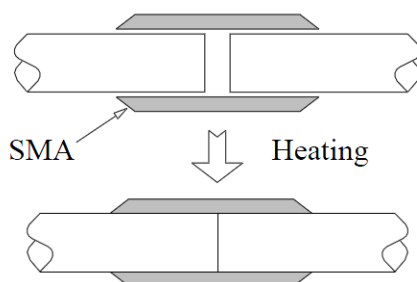


29. ábra Szuperelasztikus viselkedés [3]

4 SMA ötvözetek alkalmazása, az SMA alapú aktuátorok

Az SMA ötvözeteket széles körben alkalmazzák a különleges termomechanikai tulajdonságaiknak köszönhetően. Ilyen alkalmazási területek a szenzorok / aktuátorok (lásd később), űrkutatási eszközök, illetve civil és gyógyászati felhasználás. Utóbbi a Nitinol biokompatibilitásának⁵ köszönhető, így készülnek belőlük sztentek (értágítók) és elektromos jellel vezérelt művégtagok is. Két legismertebb civil alkalmazása a törhetetlen szemüvegkeret és a mobiltelefon-antenna. Emellett a hadiiparban csőcsatlakozó elemeket is készítettek már alakemlékező ötvözetből F-14 típusú vadászpilóta repülőgépekhez.

Insert pipes after expanding the coupling

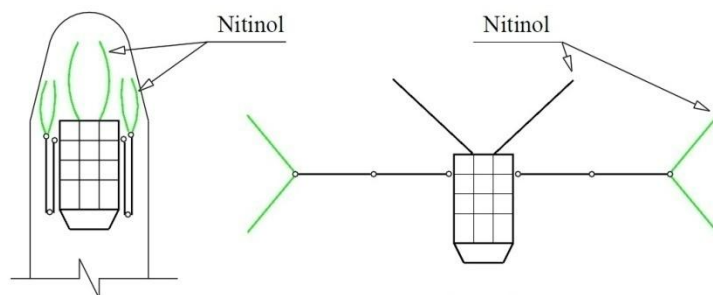


30. ábra SMA csőcsatlakozó elemek F-14-es vadászpilóta repülőgépekhez [6]

Természetesen a legnagyobb úttörő az űrkutatás. A jövőben nagyobb szállítórakéták alkalmazását tervezik az űrhajózásban, de ezek sem lehetnek elég nagyok ahhoz, hogy óriási

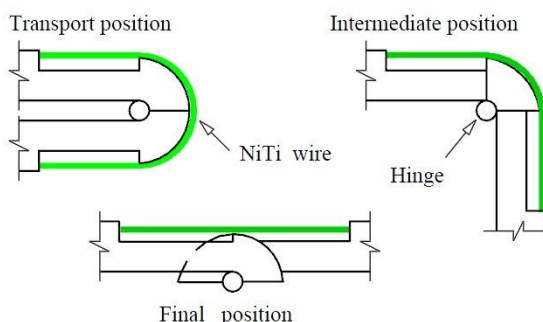
⁵ A biológiai rendszerrel (többnyire emberi szervezet), vagy biológiai eredetű anyaggal való zavartalan összeférhetőség.

napelemcellákat, antennákat és vázszerkezeteket egy darabban vigyenek az űrbe. Az egyetlen megoldás a kompakt méretű szállításuk, és az űrben való kialakításuk, mintsem kisebb darabokban felvinni őket. Ugyanis nagyobb méretű elemek szállítása esetén csökkenthető a kilövések, űrséták és űrhajósok száma az önmaguktól felépülő rendszerek használatával. Az első ötlet alapján hagyományos aktuátorokat⁶, kábeleket és elektromos motorokat használnának a nagy rendszerek önálló előre megtervezett összeszereléséhez. Ugyanakkor SMA ötvözetek is alkalmasak aktuátor feladatra. Olyan szerkezeti elemek alapjául szolgálhatnak, amelyek nagy deformáció hatására könnyen összehajthatók szállítható méretűre. Az űrben átalakulási hőmérsékletük fölé hevítve az SMA alapú aktuátorokat, a szerkezetek felvennék eredeti alakjukat. Több terv is készült már ennek megvalósítására. A 30. ábrán például egy Kínában tervezett és tesztelt műholdantenna-rendszert láthatunk, ami alakemlékező ötvözetből készült.



31. ábra SMA műhold antenna (Yang és munkatársai, 1985) [6]

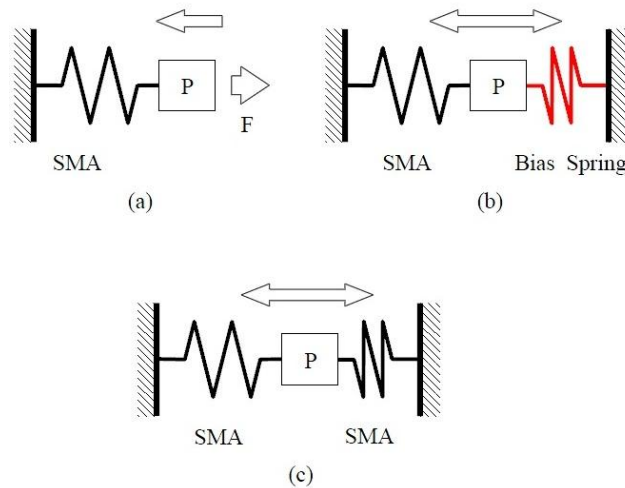
Születtek tervek űrállomás elemek hasonló jellegű installációjára is. Ilyen a Nitinol huzalos zsanér koncepciója, amit teszteltek is a Progress-40 űrsiklón. Ehhez 2 mm átmérőjű Nitinol huzalt használtak, és elektromos áramot vezettek át rajta.



32. ábra SMA zsanér (Likhachev és munkatársai, 1994) [6]

⁶ Elektromos árammal, olajjal, vagy levegővel működtetett beavatkozó elem, amely képes valamilyen irányító jelnek megfelelő hatás kifejtésére.

Az előbbi példákban egyutas SMA aktuátor konstrukciókat ismertettem. Ugyanakkor lehetséges kétutas aktuátorok építése is egyutas alakemlékező ötvözetekből. A következő ábrán a különböző egyutas SMA alapú aktuátor kialakítások láthatók.



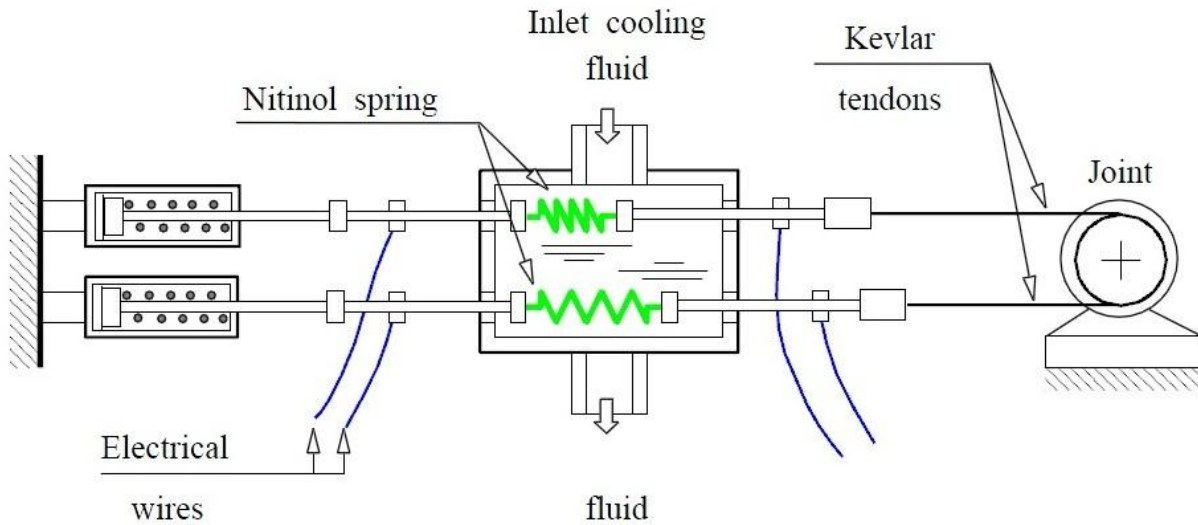
33. ábra Egyutas alakemlékező ötvözetből készült aktuátor kialakítások: (a) egyutas aktuátor, (b) előfeszített aktuátor, (c) kétutas aktuátor [6]

- a) Egyutas aktuátor: az SMA elem ideiglenesen megnyúlik alacsony hőmérsékleten, majd A_f hőmérsékletre hevülve magához húzza a P-vel jelölt elemet.
- b) Előfeszített aktuátor: oda-vissza képes mozgatni a P elemet. Alacsony hőmérsékleten az SMA elem előfeszül a nyomórugó hatására. Melegítés hatására összehúzódik a rugó ellenében, miközben a rugó energiát tárol magában. Amikor az SMA elem lehül, a rugóban tárolt energia visszahúzza az eredeti állapotba.
- c) Kétutas aktuátor: két ellentétes oldali SMA elemet használ. A két elem megfelelő melegítésével és hűtésével bármilyen mozgás elérhető.

Felmerül persze a kérdés, hogy miért ne építhetnénk kétutas aktuátort kétutas alakemlékező ötvözetből. A gond az, hogy a kétutas alakemlékező ötvözetek pusztán feleakkora hosszváltozást képesek produkálni, mint az egyutasok. A kétutas alakemlékező ötvözetből készült aktuátorok nagy előnye ugyanakkor az egyszerűség és a kisebb helyigény.

A robotikában is nagy hasznát veszik az SMA alapú aktuátoroknak. Ilyen szerkezet például az ábrán látható direkt hajtású robot aktuátor, ahol két külön-külön fűthető Nitinol rugó dolgozik egymás és az előfeszítő rugók ellen. Az előfeszítés a rendszer precízebb működését eredményezi. A gyorsabb működés érdekében hűtőfolyadék átáramoltatás is működik.

[6]

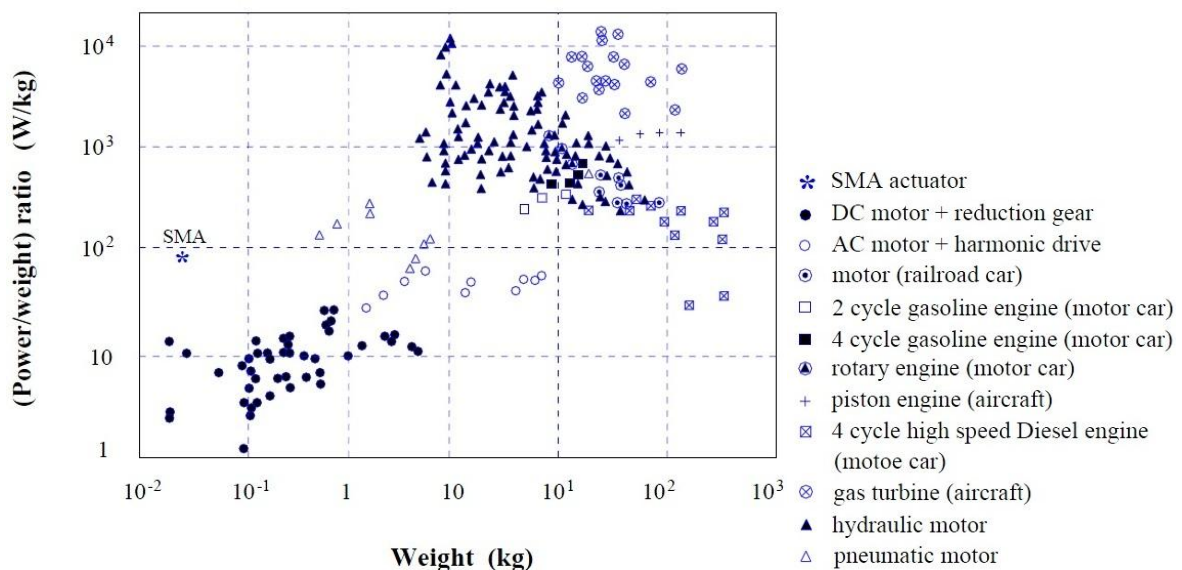


34. ábra SMA aktuátor (Bergamasco és munkatársai, 1989) [6]

4.1 Alakemlékező ötvözetből készült szerkezetek előnyei

Manapság az alakemlékező ötvözeteket az elektromotorok alternatívájaként emlegetik. A hagyományos megoldásokkal szembeni előnyei a következők:

- Tömeg- és méretcsökkentés. Hirose és munkatársai (1989) összehasonlították egy adott SMA aktátor és többféle motor teljesítmény/tömeg index - tömeg diagramját. Ez alapján az SMA aktuátoroknak megvan a képességük arra, hogy elérjenek egy olyan teljesítmény/tömeg arányt ami más aktuátorokra nem jellemző.



35. ábra Különböző aktuátorok teljesítmény/tömeg arány vs. tömeg diagramja [6]

- Rugóstagok esetén nincs szükség lengéscsillapítóra, emellett a rendszer sokkal kompaktabb.
 - Zajtól és vibrációs zavaroktól mentes működés.
 - Szenzoros képesség. Az SMA aktuátorok működése vegyíthető érzékelő funkcióval is oly módon, hogy a fázisátalakulás okozta elektromos ellenállás-változást mérjük.
 - Nagyobb megbízhatóság. Az aktuátor működése csak a fázis átalakuláshoz kötött, a működési sebesség pedig az alakemlékező ötvözet hőmérsékletétől függ, amit csak a közölt hő és a hőátadás szab meg.
 - Jelentős tárolt energia, ami hosszú löketeket és nagy erők elnyelését teszi lehetővé.
 - Jelentős az elektronikai eszközök nélkülsége. Ez azt jelenti, hogy az aktuátor aktiváláshoz elég az SMA elembe áramot vezetni, és nem szükséges külön fűtő berendezést alkalmazni.
 - A termék rugalmassága. Az SMA aktuátorok lehetnek lineáris és forgó elrendezésűek, vagy alkalmazható ezek kombinációja is. Emellett könnyen integrálható alkatrész.
- [6]

4.2 SMA aktuátor alkalmazása kézfej protézis készítéséhez

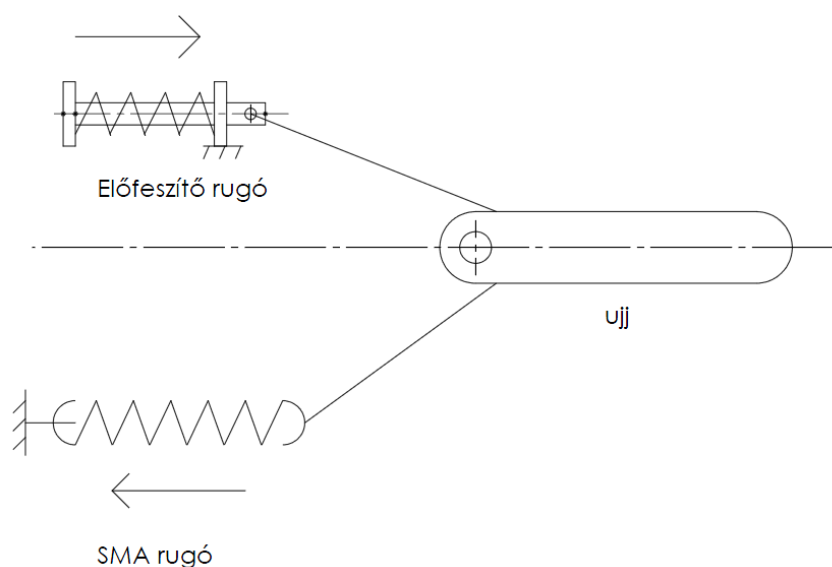
Az elmúlt évtizedekben számos olyan robotkéz látott napvilágot, amelyek élethűen utánozzák a kézfej mozgását, és rendelkeznek szorító illetve érzékelő képességekkel. Az igazán sikeres konstrukciók ujjai 3-4 szabadságfokkal rendelkeznek, illetve a hüvelykujj 2-4-gyel. A technológia már a protézisekbe is átkerült, hogy így növeljék azok teljesítményét, alkalmazhatóságát.

Jól kidolgozott kezekhez ugyanakkor nagy méretű szervomotorok, mechanizmusok kellenek, amik nem férnek össze a protézisek szigorú méret- és tömegkövetelményeivel. Ennek megfelelően kihívásokkal teli ilyen kezek kivitelezése, hiszen legtöbbször nem alkalmazhatók az ismert hajtásmegoldások. Ezért az ilyen protézis kezek kis funkcionalitásukkal nem igazán alkalmasak egy elvesztett kéz életszerű pótlására. Egy felmérés szerint a kézfej-amputációt szenvedett emberek 30-50 %-a pont az ilyen hiányosságok miatt nem használ ilyen protéziseket.

A biomimetikus megközelítés két újszerű anyag bevonását eredményezte az aktuátorok terén: ezek az elektroaktív polimerek (EAP), és az alakemlékező ötvözetek. Közös jellemzőjük az emberi izmokhoz hasonló működés, így szokás ezeket mesterséges izmoknak is nevezni. Az SMA alkalmazása mégis előnyösebb az EAP-nál. Ennek oka az elektroaktív polimerek korai fázisban járó kutatása, és a kisebb hatékonyságuk.

A kutatómunkám része egy olyan robotkéz építése, ami az SMA-aktuátorok előnyeit kihasználva alkalmas akár amputált kézfejek pótlására is. Ilyen módon a kéz mozgatásáért felelős modulok (mesterséges izmok) kompaktok, zajmentesen működnek és kis energiafelhasználás jellemzi őket. Jelentős korlát ugyanakkor a ciklusidő, ami a hűlés sebességétől függ. Ez szoros kapcsolatban van az SMA vezeték vastagságával és a hűtőközeggel (szabad levegő, víz, alkohol, stb.).

Az aktuátorhoz választott alakemlékező ötvözet a Nitinol, mivel ez bizonyul a legmegfelelőbbnek ilyen jellegű felhasználásra. Nagy rugalmasság, jó korrózióállóság, stabil átalakulási hőmérséklet és biokompatibilitás jellemzi. Emellett könnyen melegíthető ausztenites hőmérsékletre elektromos úton. Az ötvözetet csavarrugó alakban kialakítva rendeltem a franciaországi székhelyű Nimesis Technology nevű vállalattól, mivel így nagyobb hosszváltozás érhető el, mint szimpla vezeték esetén. Az ujjak mozgatását a korábban említett előfeszített aktuátor megoldással oldottuk meg. Így az SMA rugó egy előfeszítő rugó ellenében mozgatja az ujjat. Az SMA rugók a tenyér felőli oldalon helyezkednek el, míg az előfeszítő rugók a kéz túlsó oldalán.

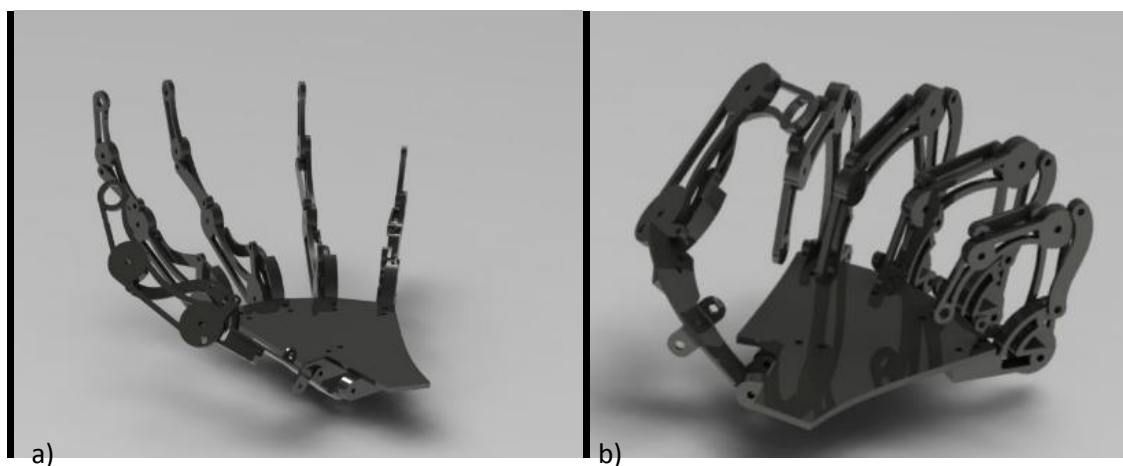


36. ábra A rugók bekötésének módja

Az ujjak mozgékonyságának csakis az alkalmazott SMA aktuátorok száma szab határt. Így akár minden ujjperc külön is mozgatható lehet, hogy így valóban az emberi kézre jellemző több szabadsági fokkal rendelkező ujjakat kapjunk. Ebben az esetben azonban minden ujjperchez külön aktuátornak kell kerülnie. Mivel az általam tervezett konstrukció a technológia előnyeit igyekszik csupán szemléltetni, csak egy szabadságfokú ujjakat terveztem. Kivételt jelent persze a mutatóujj, mivel annak opponálhatósága nélkülözhetetlen a kéz élethű működéséhez. Így annak 2 szabadsági foka van. Az egy szabadsági fok úgy érhető el, hogy az ujjperceket összekötő rudazat segítségével az ujjak vagy szorított vagy nyitott állapotban lehetnek.

Az ujjak által kifejtett erőt a rugó geometriája szabja meg (huzalátmérő, külső átmérő, működési hossz). Mivel a rugók alapanyaga és a gyártási folyamat meglehetősen drága a rendelt rugók csak 10 N-os erő kifejtésére képesek. Az ujjak által kifejtett erőt a rugó geometriája szabja meg (huzalátmérő, külső átmérő, működési hossz).

A szerkezet javarészt lézervágási technológiával kivágott acéllemez-alkatrészekből áll. Ez tűnt ugyanis a leggazdaságosabb és legegyszerűbb megoldásnak. Ugyanakkor a mozgó tömeget csökkentendő, jelentős könnyítéseket alkalmaztam a tervezés során. Így nő a hatékonyság és gyorsul a működés. Jelenleg a kéz gyártási folyamatban van, és a terveim szerint az OTDK-ra készül el. [20]



37. ábra A kézfej kialakítása: nyitott (a) és zárt állapot (b)

5 Mérési eredmények

Az általunk elvégzett DMTA mérésektől azt várjuk, hogy igazolni tudjuk a DMTA mérőberendezés alkalmasságát a fémötvözetek - esetünkben az alakemlékező fémötvözetek - fázisátalakulásainak vizsgálatára. Ehhez Benke Márton okleveles anyagmérnök DSC mérései szolgálnak mintául, melyeket a Miskolci Egyetemen végzett. Fémötvözetek vizsgálatára a DSC egy elismert mérési módszer, így igazolni képes méréseink helyességét.

A méréseinkhez használt mérőberendezés a Kecskeméti Főiskola GAMF Karának mérő laboratóriumának TA Q 800 típusú DMTA berendezése.

Méréseink zömét CuAlNi mintákkal végeztük. A Belgiumból származó CuAlNi mintákat a Miskolci Egyetemről kaptuk homogenizált martenzites állapotban. A 2mm átmérőjű pálcákból 20 mm hosszú mintákat daraboltunk a vizsgálatához. A miskolci DSC méréssel igazolni kívánt DMTA mérésünket CuAlNiMnFe ötvözetrel végeztük.

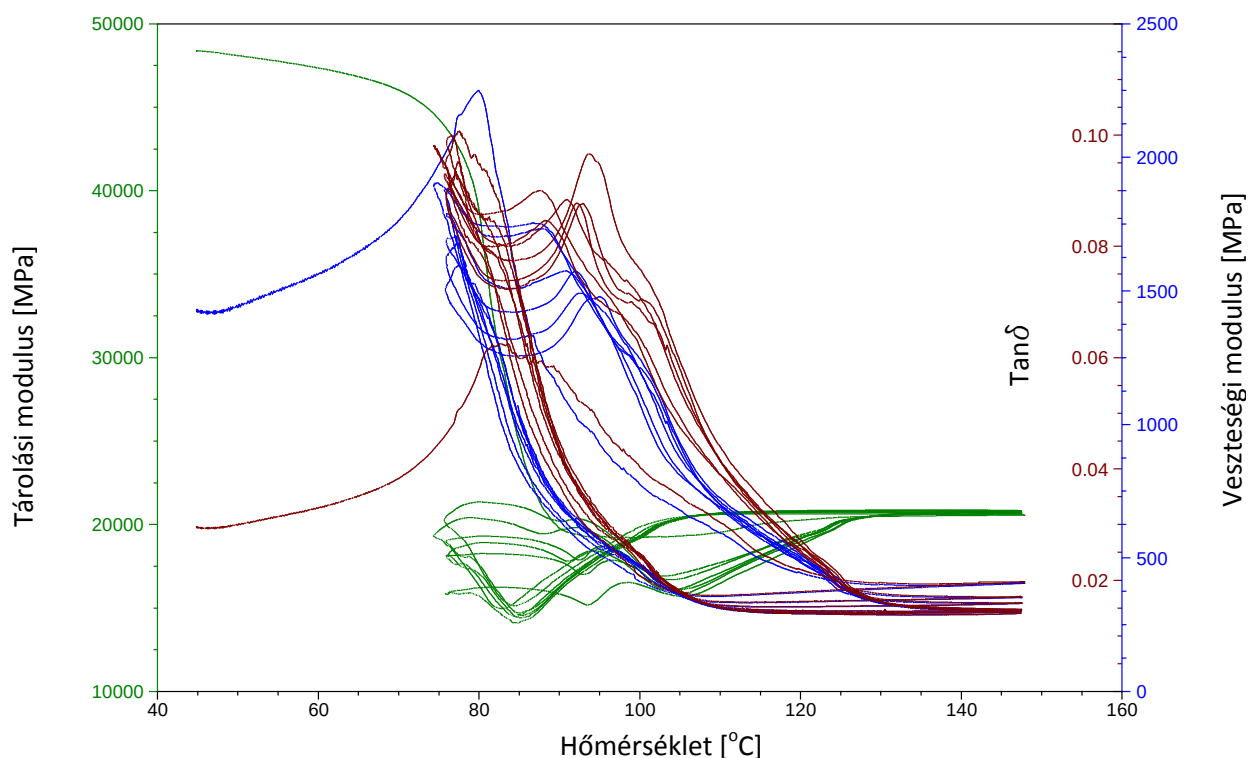
A mérések mindegyikét hajlító feltétben végeztük. A vizsgálati frekvencia 5 Hz, a deformáció amplitúdója 30 μm volt. A fűtési sebesség egy eset kivételével minden mérésnél megegyezően 3°C/perc. Az egy kivétel esetén folyamatosan változtattuk a hőmérsékletet, hogy a fázisátalakulások fűtési-hűtési sebességtől való függését vizsgáljuk. Megjegyzem, hogy nem volt lehetőségünk nitrogén védőgázos atmoszféra alkalmazására, ugyanakkor a méréseket érintő hőmérséklettartományban (60°C-120°C) ez nem befolyásolhatta jelentősen a mért értékeinket.

A kiértékelési grafikonokon a tárolási (zölddel jelölve) illetve a veszteségi modulus (kézzel jelölve) és a tand veszteségi tényező (pirossal jelölve) értékének változása követhető a hőmérséklet függvényében. Figyelem: a veszteségi modulus léptékezése nagyságrendekkel kisebb, mint a tárolási modulusé.

5.1 *CuAlNi ötvözet átalakulási hőmérsékleteinek alakulása egymást követő fűtési és hűtési ciklusok során(38. ábra)*

A mérés alatt hevítő-hűtő ciklusok során vizsgáltuk az átalakulási hőmérsékletek alakulását. Tisztán kivehető a veszteségi tényező határozott változása, amiből arra következtethetünk hogy az anyagban valamilyen változás történt. A mi esetünkben a hevítési szakaszban a 80 °C

85 °C közötti csúcsok ausztenites átalakulást jelölnek, míg a hűtés során a tand csúcsok 100 °C környékén a martenzites átalakulás hőmérséklettartományában sűrűsödnek.

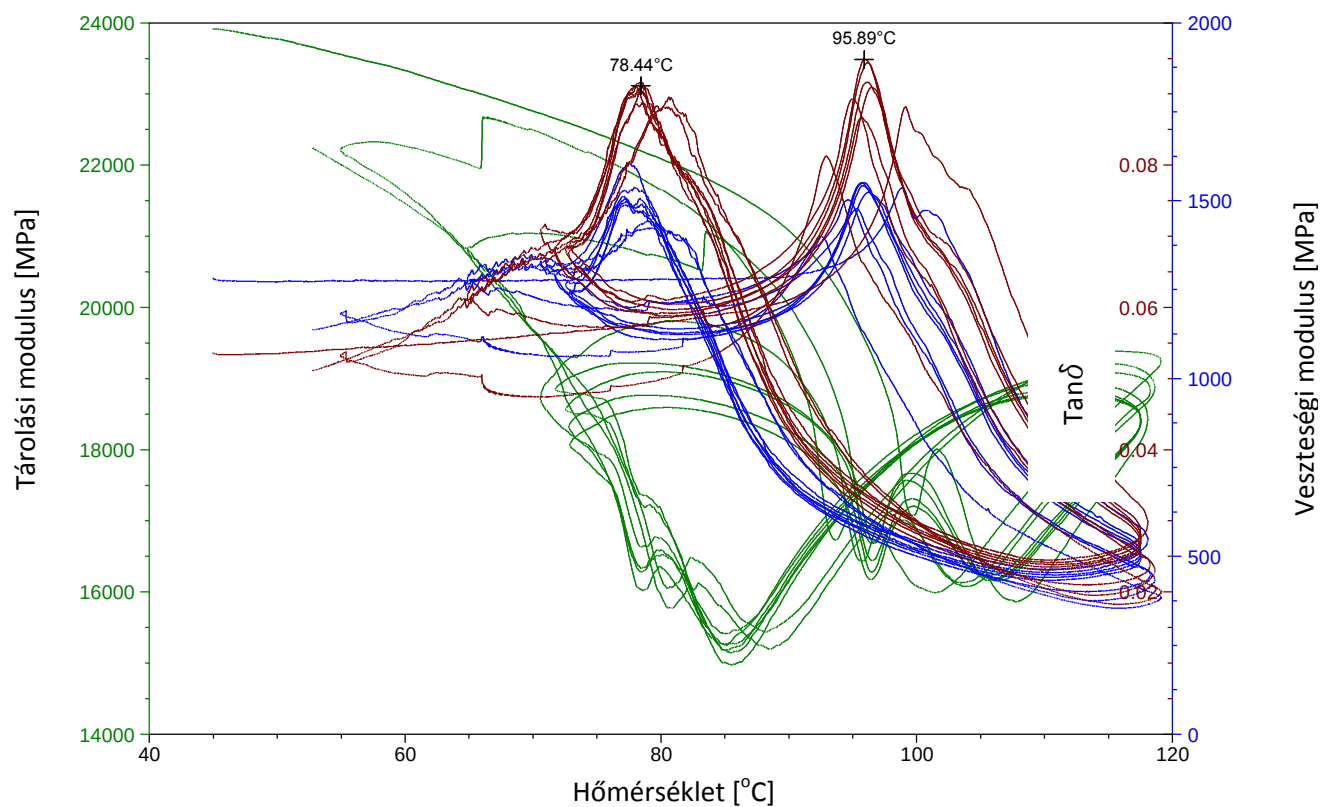


38. ábra CuAlNi minta DMTA görbéi

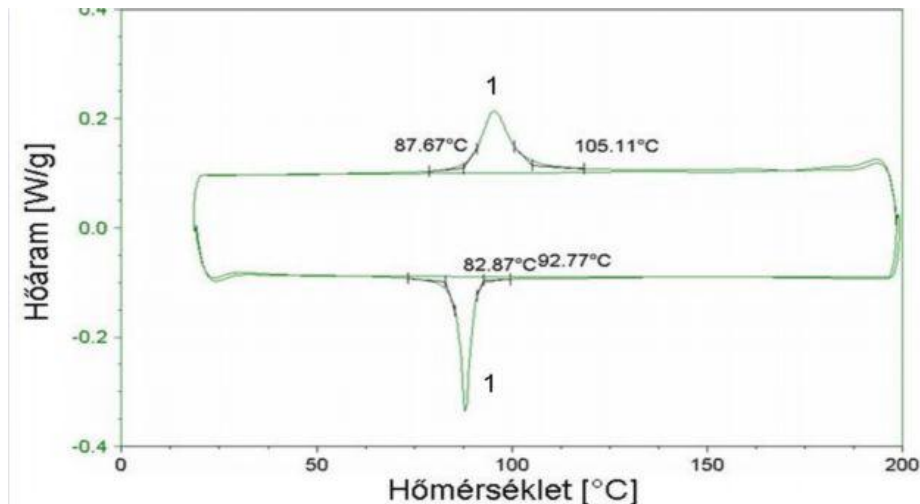
5.2 CuAlNiMnFe ötvözet átalakulási hőmérsékleteinek vizsgálata DMTA és DSC méréssel (39. ábra)

A veszteségi tényező csúcsa fűtésnél 95 °C-nál látható, míg a hűtési csúcs 78 °C-nál. Ezeket az eredményeket összevetve Benke Márton ugyanezen az ötvözetben végzett DSC méréseivel (39. ábra) jól látható, hogy azonos ausztenites átalakulási hőmérséklet értéket kaptunk DMTA mérés során. A hűtési szakaszban durván 10 °C-kal eltérő átalakulási hőmérsékletnek több oka van. A mintánk a mérés jellegéből adódóan jóval nagyobb méretű, mint ami DSC mérés esetén használatos. Vagyis a DMTA eljárásnál használt minta tömege durván 50-60-szorosa a DSC-nél szükségesnél. Emellett az általunk használt minta nem homogenizált szerkezetű, ellentétben a Miskolci Egyetem DSC mérésénél használt mintával. A mérés gyorsítása érdekében szabad levegőn való hűtés helyett folyékony nitrogént használtunk hűtőközegként,

ami valószínűleg befolyásolhatta a mérés kimenetelét. Ezen mérési hibák kiküszöbölésére az OTDK konferenciáig sor kerül, hogy így pontosabb eredményeket kapjunk.



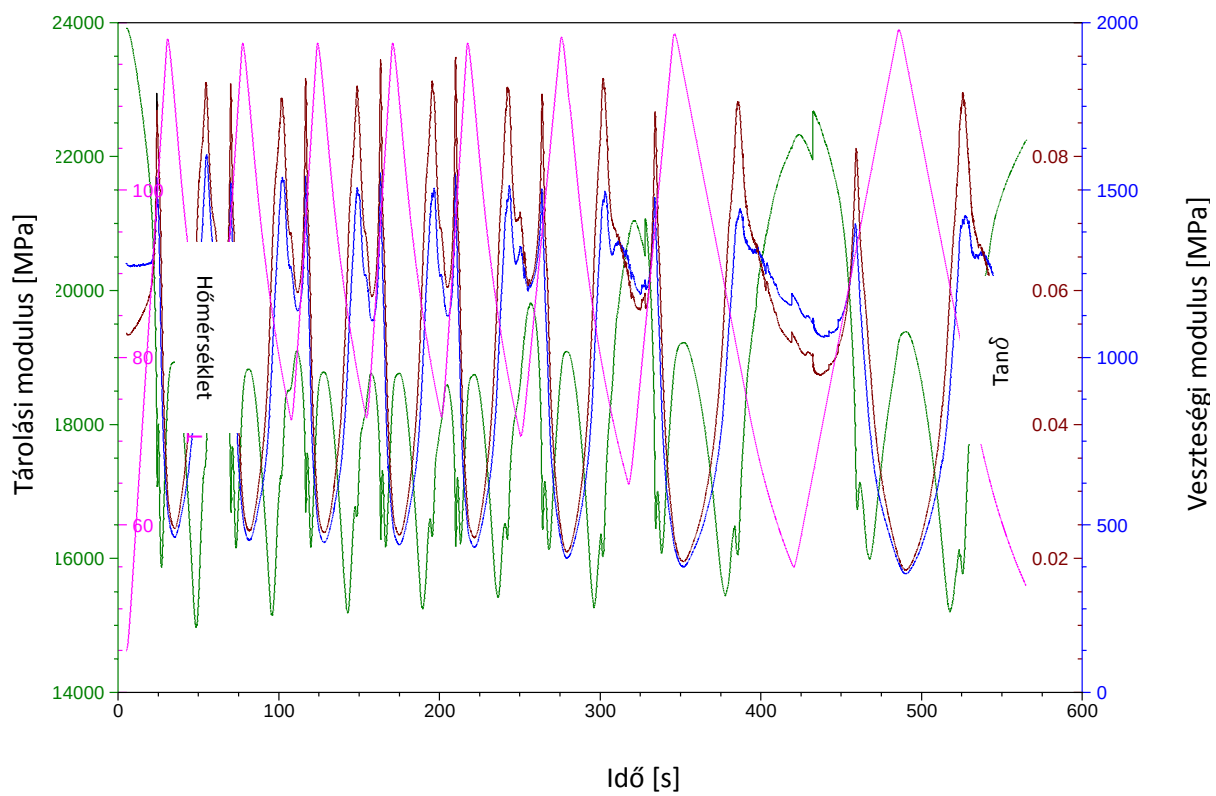
39. ábra CuAlNi fázisátalakulási hőmérsékletei a folyamatosan ismétlődő hevítési-hűtési ciklusok alatt



40. ábra CuAlNiMnFe ötvözet DSC görbéi (Bene Márton, Miskolci Egyetem)

5.3 CuAlNi ötvözet vizsgálata változó hevítési-hűtési sebességekkel

A 41. ábrán látható mérés során a hevítés-hűtés sebességét is változtattam. A kiértékelésnél a vízszintes tengelyen az idő olvasható le. A függőleges tengelyeket jellemző színek itt is élnek, továbbá rózsaszínnel jelöltem a hőmérséklet értékeket. A grafikonból jól leolvasható, hogy a martenzites és az ausztenites fázisátalakulás független a hevítés illetve hűtés sebességétől. Vagyis a martenzit tartalom csak a hőmérséklettől függ. Így CuAlNi ötvözet mintában 118 °C környékén zajlik az ausztenites, míg 65 °C-nál a martenzites átalakulás. Megjegyzem, hogy láthatóan mégis változás történik az átalakulási hőmérsékletekben a sebesség változtatásával. Ennek az oka, hogy ugyan az átalakulás maga független a fűtési- és hűtési sebességtől, de a minta geometriája nem az. Vagyis a teljes keresztmetszetben az adott hőmérséklet eléréséhez idő kell.



41. ábra CuAlNi ötvözet vizsgálata változó hevítési-hűtési sebességekkel

6 Konklúzió

Összegezve, a mérési munkám fő célja az volt, hogy igazolni tudjam a polimertechnológia területén széles körben használt DMTA mérőberendezés alakemlékező fémötvözetek vizsgálatára való alkalmasságát. Az ügy súlya abban rejlik, hogy a DMTA mérőberendezés az eddigi fémtechnológiai vizsgálati módszereknél jóval több információt szolgáltat egyetlen mérésből. Így átláthatóbbá válik a fémek anyagok viselkedése különböző körülmények között.

Hosszú távú célom az alakemlékező ötvözetek fázisátalakulásainak matematikai úton történő magyarázata. A DMTA mérésekből kapott eredmények létfontosságúak ennek megvalósításához.

A CuAlNi alakemlékező ötvözetrel végzett mérések során a veszteségi tényező változása tisztán követhető többszöri hevítési-hűtési ciklus után is. Feltevésünk szerint ezek a változások a fázisátalakulásokat jelölik. Ez a feltevés beigazolódni is látszik, hiszen a CuAlNiMnFe ötvözetben végzett DMTA mérés során a DSC módszerrel mért átalakulási hőmérsékleteket kaptuk. Így igaznak mondhatjuk, hogy a DMTA mérőberendezés alkalmas alakemlékező fémötvözetekben lejátszódó átalakulások vizsgálatára. Ez óriási jelentőségű hiszen a fémek anyagok tulajdonságait befolyásoló tényezők között közvetlen kapcsolatot teremt a DMTA mérés. Ezt igyekeztem szemléltetni, amikor a CuAlNi ötvözet mérésénél változtattam a hőmérséklet változtatás sebességét. Láthattuk, hogy az átalakulási hőmérsékletek nem mutattak jelentős változást, hiszen a fázisátalakulás független a hevítés vagy hűtés sebességétől.

A TDK dolgozatom másik célja szemléltetni az alakemlékező ötvözetek funkcionális tulajdonságait. Ebből a célból döntöttem úgy, hogy olyan alakemlékező ötvözet működtetésű robotkezet építsek, ami élethűen utánozza az emberi kézfej mozgását, így akár protézisként is alkalmazható. Ezt az alakemlékező aktuátor szerkezetek kompakt méretei és jó teljesítménye teszi lehetővé. A kéz gyártása folyamatban van, az alkatrészek lézervágása, összeszerelése megkezdődött. Emellett a különleges Nitinol nevű alakemlékező ötvözetből készült mozgató rugók beszerzése is megkezdődött.

7 Irodalomjegyzék

1. Szilágyi András előadása: Anyagtudomány - Nem konvencionális anyagok (BME, 2010)
2. Zrínyi Miklós: Intelligens anyagok (Magyar Tudomány, 1999)
3. Eleonora Zanaboni: One Way and Two Way–Shape Memory Effect (Università degli Studi di Pavia, 2008)
4. Benke Márton: CuAlNi alapú alakemlékező ötvözetek fémteni folyamatainak vizsgálata (ME - Műszaki Anyagtudományi Kar)
5. Kiss Attila: Nikkel-titán (NiTi) alakemlékező ötvözet alkalmazása robotkezekben (BME-Gépgyártástechnológiai Tanszék)
6. Weimin Huang: Shape Memory Alloys and their Application to Actuators for Deployable Structures (University of Cambridge Department of Engineering, 1998)
7. Dr. Hargitai Hajnalka: Polimerek fizikai, mechanikai, termikus tulajdonságai előadásjegyzet (SZE-Győr Anyagismereti és Járműgyártási Tanszék)
8. dr. Czinkota Imre: Műszeres analitika a talajtani vizsgálatokban (SZIE- Mezőgazdasági- és Környezettudományi Kar)
9. TA instruments katalógus
10. Bagány Mihály: Műszaki hőtan, (KF-GAMF Kar, 2009)
11. Groma István: Kalorimetria (ELTE - Anyagfizikai tanszék)
12. <http://www.evitherm.org/>
13. Gyimesi Gergely: Termodinamika (PPKE - Információs Technológiai Kar, 2004)
14. Általános kémia, 5. előadás (<http://jegyzet.hu/>)
15. Barkóczy-Somogyi-Róosz-Tranta: Újrakristályosodás vizsgálata DSC méréssel
16. Thomas A. Luckenbach: DMTA: Dynamic Mechanical Thermal Analysis (Rheometrics, Inc.)
17. Polimerek dinamikus mechanikai vizsgálata (DMA) (BME - Polimertechnika és Textiltechnológia Tanszék)
18. Jon Foreman: Dynamic mechanical analysis of polymers (American Laboratory, 1997)
19. Czvikovszky Tibor, Nagy Péter, Gaál János: Kristályos és amorf hőre lágyuló polimerek, elastomer és duromer polimerek dinamikus mechanikai analízise és feldolgozástechnikája közti kapcsolat (Kempelen Farkas Hallgatói Információs Központ, 2007)

20. Vishalini Bundhoo, Edward J. Park: Design of an Artificial Muscle Actuated Finger towards Biomimetic Prosthetic Hands
21. Novák Csaba: Termikus analízis (BME Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék)
22. Qingchao Tian, Jiansheng Wu: Characterisation of phase transformation in $\text{Ti}_{50+x}\text{Pd}_{30}\text{Ni}_{20-x}$ (www.elsevier.com/locate/intermet, 2002 március)

8 Ábrajegyzék

1. ábra Alakemlékező effektus (Shape Memory Effect) (a), szuperelasztikus effektus (szuperelasticity) (b) [6]	6
2. ábra Az ausztenit és martenzit fázisok közti alakváltozás [4].....	7
3. ábra A mechanikai feszültség diszlokációs csúszással vagy ikerképződéssel való leépülése	8
4. ábra A martenzit tűk szubszerkezete: ikerkristályok (a), diszlokációs síkok (b) [4]	8
5. ábra A szabad entalpia változása [14]	10
6. ábra Három különböző TiNiPd ötvözet átalakulási hőmérsékletei a Ti-tartalom függvényében Látható, hogy az M_f hőmérséklet kb. 40 K-nel alacsonyabb 0,8%-kal több Ti-t tartalmazó ötvözet esetén [22].....	12
7. ábra Fázisátalakulási hőmérsékletek alakemlékező ötvözeteknél [3]	12
8. ábra Elvi DSC görbe [9]	14
9. ábra Teljesítménykompenzációs DSC mintatartók sematikus rajza [11].....	15
10. ábra A teljesítménykompenzációs DSC visszacsatoló rendszere [11]	15
11. ábra Az alapvonal felbontása standard DSC és Tzero TM DSC technológia esetén [9].....	16
12. ábra Az alapvonal sokkal laposabb a Tzero TM -val felszerelt Q2000 típusú DSC-vel (TA instruments) való mérésnél [9]	17
13. ábra Tzero TM szenzorral ellátott DSC kamrája [9]	17
14. ábra Heat flow típusú DSC kamra sematikus rajza [12]	17
15. ábra Heat flow típusú DSC (Q2000, TA instruments) [9]	18
16. ábra Egy Netsch 204 típusú DSC berendezés sematikus vázlata [15]	18
17. ábra Sematikus DSC görbe [6]	19
18. ábra Periodikus terhelés hatására kialakult deformáció (a) ideálisan rugalmas test (b) ideális folyadék (c) polimerek (viszkoelasztikus anyagok) esetén (d) [17]	20
19. ábra A feszültség vektor felbontása valós és képzetes (imaginárius) részekre [17]	21
20. ábra A Q800-as típusú berendezés szerkezete (TA instruments) [9]	24
21. ábra A Q800-as DMA készülékhez kapható feltétek: Kettős/egyes konzolos feltét (a) , Három ponton hajlító feltét (b) , Nyíró feltét (c) , Nyomó feltét (d) , Húzó feltét (e) , Merülő feltét (f) [9]	25
22. ábra $Ti_{51}Pd_{30}Ni_{19}$ ötvözet DMA görbéje [22].....	26

23. ábra CuAlNi alakemlékező ötvözet DMTA vizsgálata során kivehető átalakulási hőmérsékletek.....	27
24. ábra Fázisátalakulás Nitinol esetén [6].....	29
25. ábra Két átalakulási "útvonal" Nitinol esetén: egylépcsős esetben B2->B19' és a kétlépcsős B2 -> R-fázis -> B19' , Visszaalakulás útvonala: B19' -> B2, R-fázis -> B2 [3]...	29
26. ábra Histerézis görbék [3]	30
27. ábra Az alakemlékező effektus [1]	32
28. ábra Az alakemlékező effektus mechanizmusa [4]	32
29. ábra Szuperelasztikus viselkedés [3]	34
30. ábra SMA csőcsatlakozó elemek F-14-es vadászpilótaegységekhez [6].....	34
31. ábra SMA műhold antenna (Yang és munkatársai, 1985) [6]	35
32. ábra SMA zsanér (Likhachev és munkatársai, 1994) [6]	35
33. ábra Egyutas alakemlékező ötvözetből készült aktuátor kialakítások: (a) egyutas aktuátor, (b) előfeszített aktuátor, (c) kétutas aktuátor [6]	36
34. ábra SMA aktuátor (Bergamasco és munkatársai, 1989) [6]	37
35. ábra Különböző aktuátorok teljesítmény/tömeg arány vs. tömeg diagramja [6]	37
36. ábra A rugók bekötésének módja	39
37. ábra A kézfej kialakítása: nyitott (a) és zárt állapot (b)	40
38. ábra CuAlNi minta DMTA görbéi	42
39. ábra CuAlNi fázisátalakulási hőmérsékletei a folyamatosan ismétlődő hevítési-hűtési ciklusok alatt	43
40. ábra CuAlNiMnFe ötvözet DSC görbéi (Bene Márton, Miskolci Egyetem).....	44
41. ábra CuAlNi ötvözet vizsgálata változó hevítési-hűtési sebességekkel	45