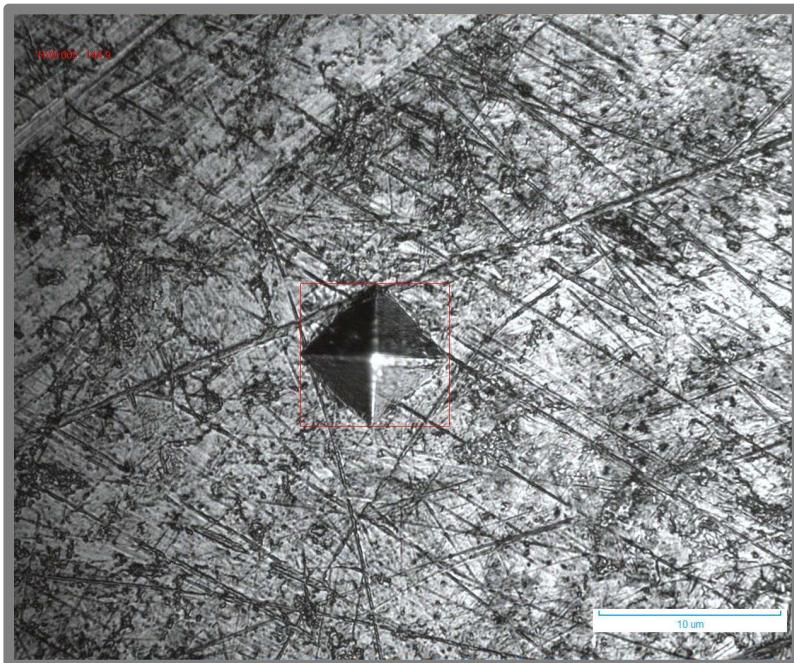


Amra Salčinović Fetić

Osnovna svojstva metala: laboratorijske vježbe



2023.

Osnovna svojstva metala: laboratorijske vježbe

Autor:

Doc. dr. Amra Salčinović Fetić

Recenzenti:

Prof. dr. Jelena Ostojić

Prof. dr. Maja Đekić

Univerzitet u Sarajevu - Prirodno-matematički fakultet

Doc. dr. Almedina Modrić-Šahbazović

Prirodno-matematički fakultet Univerziteta u Tuzli

Izdavač:

Univerzitet u Sarajevu - Prirodno-matematički fakultet

Adresa izdavača:

Zmaja od Bosne 33, 71 000 Sarajevo

Godina izdanja:

2023.

Izdanje:

Elektronsko

ISBN 978-9926-453-68-8

CIP zapis dostupan u COBISS sistemu Nacionalne i univerzitetske biblioteke BiH pod ID brojem 56977158

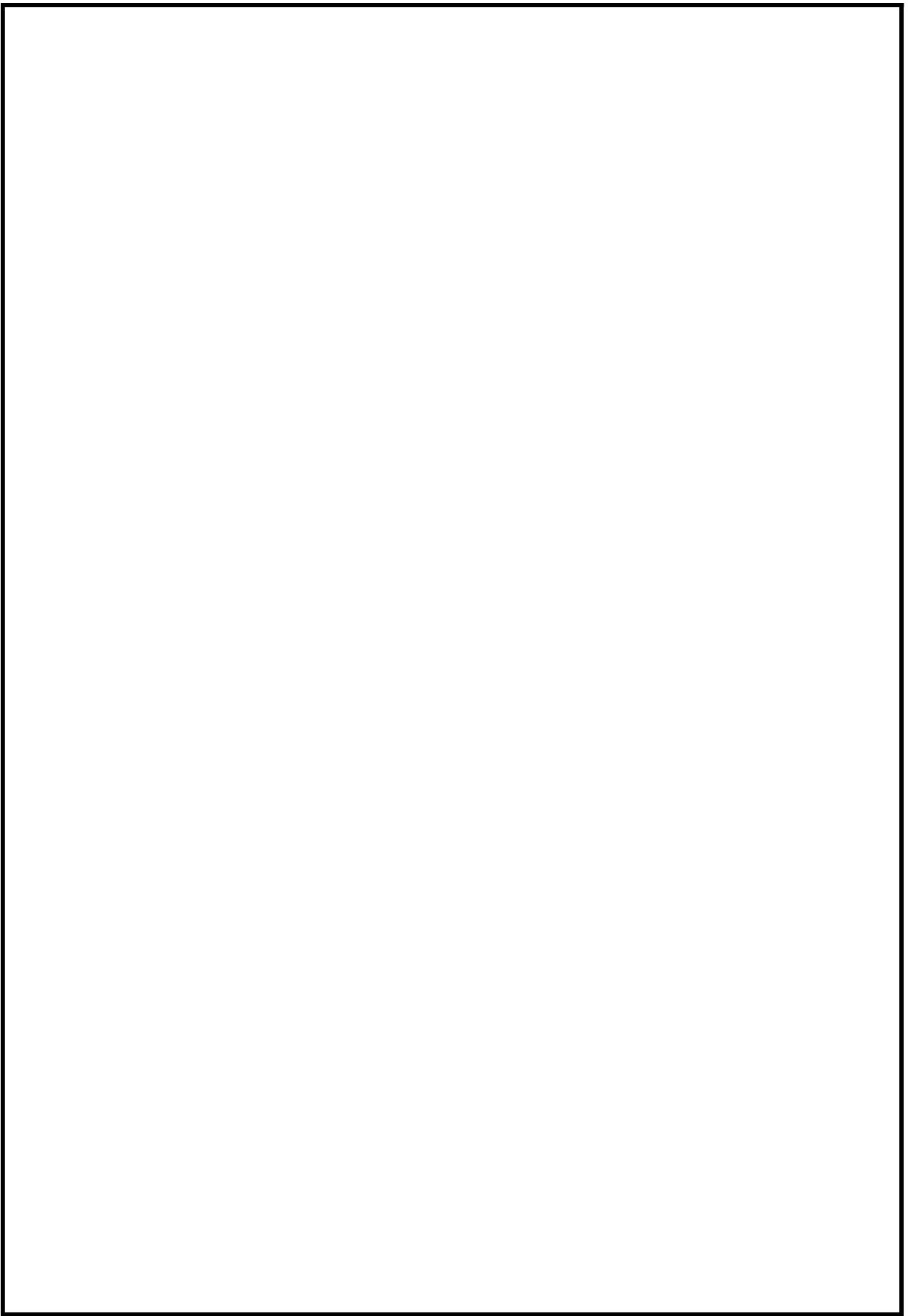
Predgovor

Na studiju fizike na Univerzitetu u Sarajevu - Prirodno-matematičkom fakultetu, izučava se više predmeta na kojima studenti usvajaju fundamentalna teorijska znanja iz fizike kondenzirane materije odnosno materijala u čvrstom stanju. U okviru izborne grupe predmeta "eksperimentalna fizika" detaljno se izučavaju metali/metalni materijali i to na predmetima Fizika metala I i II na prvom ciklusu studija i Fizika nanomaterijala na drugom ciklusu studija. Ova publikacija je namjenjena kao priručnik za realizaciju pomenutih predmeta. Sadrži osam laboratorijskih vježbi u kojima se eksperimentalno izučavaju osnovna svojstva metala/metalnih materijala i to: električna, elektrohemijska, mehanička, termička i termoelektrična. Također, obuhvaćena su metalografska ispitivanja i pravljenje legura na osnovu odgovarajućih faznih dijagrama. Svaka vježba sadrži teorijski uvod i opis eksperimentata, kao i detaljne upute za realizaciju mjerena.

Publikacija je nastala na osnovu desetogodišnjeg angažmana autorice u nastavi, ali i dosadašnjeg istraživačkog iskustva i izradi doktorske disertacije u području metalnih materijala. Zaslugu za poboljšanje publikacije imaju i recenzentice, prof. dr. Jelena Ostojić, prof. dr. Maja Đekić i doc. dr. Almedina Modrić-Šahbazović koje su pažljivo pregledala rukopis i dale vrlo korisne prijedloge.

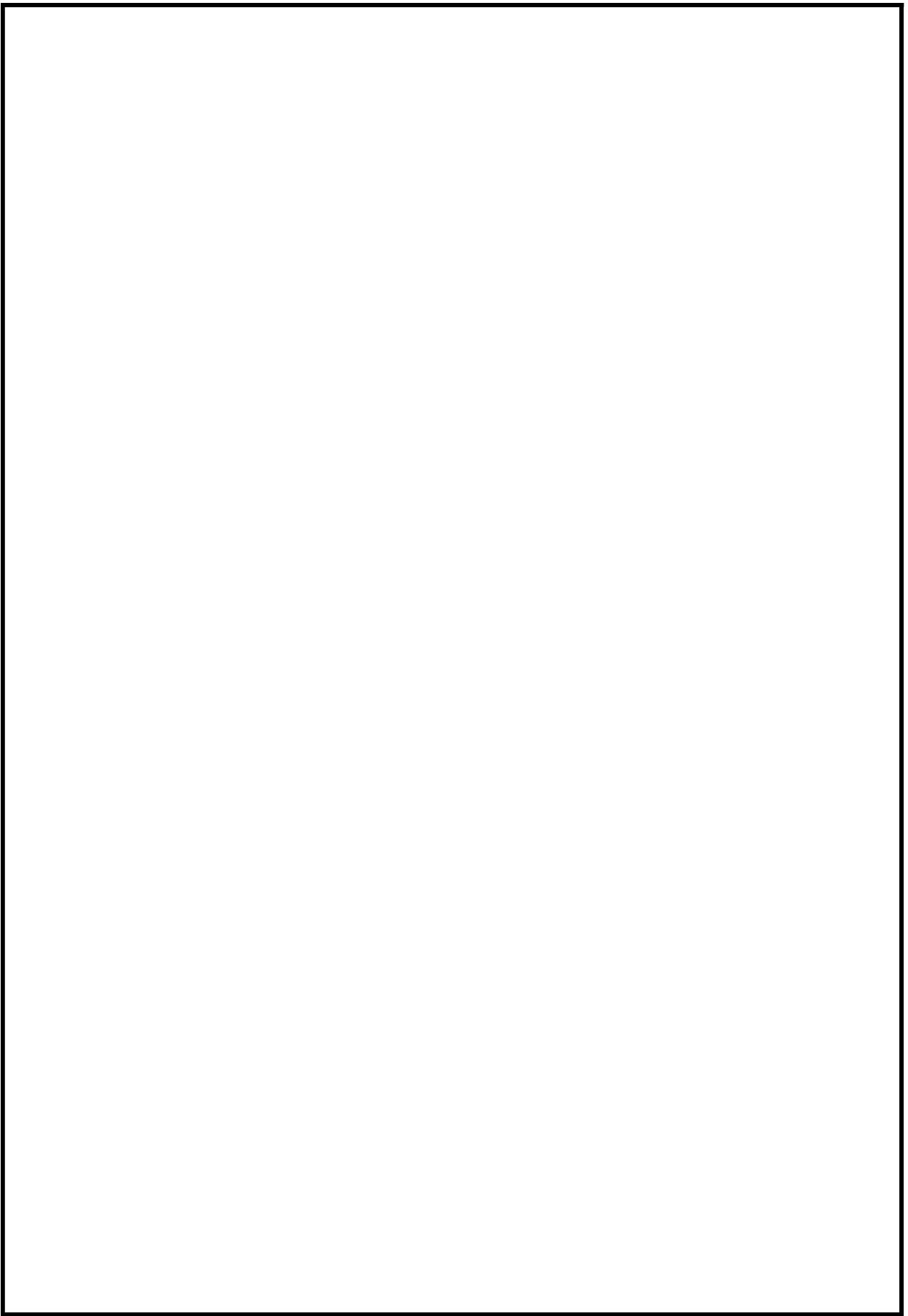
Autorica zahvaljuje svima od kojih je učila o metalima i to: emeritusu prof. dr. Emilu Babiću, dr. sc. Katici Biljaković, pokojnoj prof. dr. Tatjani Mihać, prof. dr. Suadi Sulejmanović i prof. dr. Kreši Zadri.

Napomena: Objavljanje ove publikacije je bilo predviđeno i naučno-istraživačkim projektom „Ispitivanje utjecaja termalnog tretmana na mikrotvrdoću nekih metalnih stakala“ čija je voditeljica doc. dr. Amra Salčinović Fetić, a koji je odobren za finansiranje na Javnom pozivu za sufinsaniranje naučnoistraživačkih/umjetničkoistraživačkih i istraživačkorazvojnih projekata iz Budžeta Kantona Sarajevo za 2021. godinu, ugovor broj 27-02-11-41250-28/21 potpisana 19. novembra 2021. godine. Realizacijom projekta je kupljena peć za žarenje, CCD kamera i softver za mjerjenje mikrotvrdoće koji se koriste i za realizaciju nekoliko laboratorijskih vježbi.



Sadržaj

O metalima	7
LABORATORIJSKA VJEŽBA 1: Metalografija	11
LABORATORIJSKA VJEŽBA 2: Korozija metala	17
LABORATORIJSKA VJEŽBA 3: Tvrdoća metala	24
LABORATORIJSKA VJEŽBA 4: Električna otpornost metalnih uzoraka malih dimenzija	29
LABORATORIJSKA VJEŽBA 5: Termička stabilnost metalnih metastabilnih materijala	33
LABORATORIJSKA VJEŽBA 6: Toplotni tretman metalnih materijala	38
LABORATORIJSKA VJEŽBA 7: Fazni dijagrami	42
LABORATORIJSKA VJEŽBA 8: Termoparovi	48
Mjere opreza u rada sa hemikalijama u laboratoriji	54
Fizikalne konstante za odabrane metale	55
Literatura	56



O metalima

Nauka o materijalima je interdisciplinarno područje za čije razumijevanje su potrebna osnovna inženjerska znanja, ali i zakoni fundamentalnih prirodnih nauka fizike i hemije.

Materijali su važan dio čovjekove svakodnevnice od početka ljudske civilizacije, a čiji se napredak događao uglavnom nakon otkrića novih materijala u prirodi (kamen, bronca, bakar, željezo...), a posebno novih postupaka obrade materijala kao što je grijanje, kovanje, karbonizacija itd.

Od davnina je zlato prepoznato kao vrijedan metal, a u srednjem vijeku je došlo i do razvoja alhemije s ciljem da se od neplemenitih metala dobiju plemeniti tj. uglavnom zlato. Zlato i danas ima vrijednost, osim što je inertno i stabilno na atmosferi, može se dobro kovati. Tako se od 1 g zlata može može napraviti folija debljine 5 nm čija je površina 1 m^2 .

Tek u 16. stoljeću se pojavljuju prvi naučni radovi koji se bave metalima. Najpoznatiji je svakako rad "De Re Metallica" od G. Agricole¹.

Naučni pristup opisu metala se razvijao zajedno sa prirodnim naukama, tako je razvojem periodnog sistema elemenata hemijske elemente je bilo moguće klasificirati. Modeli atoma su doveli do objašnjenja fizikalnih i hemijskih svojstava metala. Eksperimentalne tehnike, poput optičke i elektronske mikroskopije, rendgenske difracije su omogućile napredno izučavanje metala i materijala općenito.

Živimo danas u modernom dobu u kojem se materijali intenzivno istražuju kako bi se zadovoljila tehnološka potreba za njima. Moguće je različitim postupcima mijenjati njihova svojstva.

Hemijski elementi su sastavljeni od atoma iste vrste i ne mogu se hemijski razložiti na jednostavnije tvari. U Svemиру ima najviše hidrogena i to oko 60 %, a helija oko 36 %. U Zemljinoj kori je najviše kisika i to 49,5 %. Silicija je oko 25 %, aluminiјa oko 7,4 %, željeza oko 4,7 %, kalcija 3,4 %, natrija 2,6 % itd. Danas je 118 poznatih hemijskih elemenata, 92 su prirodna elementa, a ostali su

¹ Georgius Agricola ili ger. Georg Bauer (1494.-1555.) je bio njemački mineralog i metalurg. Knjiga De Re Metallica je objavljena godinu dana nakon njegove smrti i napisana je u 12 tomova. Sadrži sistematičan prikaz i klasifikaciju do tada poznatih metoda rudarstva i metalurgije.

vještački. Većina njih su metali. Legura je homogena tvar koja ima metalna svojstva, a po sastavu je spoj dva ili više elemenata, pri čemu je najmanje jedan element metal. Poznato je više od 300 000 različitih metalnih legura. Često se za metalne legure kaže da su metali pošto zadržavaju metalna svojstva.

U elementarnom stanju u prirodi se mogu naći plementi metali (srebro, zlato, platina), rjeđe bakar i živa, a svi ostali vrlo rijetko i uglavnom se nalaze kao mineralne rude iz kojih se različitim tehnološkim postupcima izdvavaju.

Svi metali, osim žive, su na sobnoj temperaturi u čvrstom stanju. Fizička svojstva metala su slična i zavise direktno od njihove kristalne strukture.

Metali u prirodi dolaze u kristalnom stanju, što znači da im je unutrašnja struktura pravilna i ponavlja se. Najveći broj metala kristalizira u kubnu ili heksagonalnu rešetku. Jednostavnu kubnu rešetku ima samo polonij. U prostorno centriranu kubnu rešetku kristaliziraju željezo, hrom, volfram, niobij, a u površinski centriranu rešetku kristaliziraju aluminij, bakar, zlato i srebro. Dijamantnu kristalnu rešetku imaju karbon, kalaj, germanij, silicij. Heksagonalnu kristalnu rešetku imaju magnezij i cink.

U realnoj kristalnoj rešetki postoje različiti defekti koji utječu na svojstva tih materijala. S druge strane, amorfni metali imaju neuređenu strukturu i mogu se kao takvi proizvesti na više različitih načina/tehnika. Amorfni metali nemaju kristalne defekte pošto nemaju niti kristalnu strukturu i zbog toga nerijetko imaju bolja mehanička svojstva u odnosu na kristalne materijale istog sastava.

Općenito, svojstva metala su metalni sjaj, visoka sposobnost za plastičnu deformaciju, visoka električna vodljivost, dobra termalna provodnost itd. Za metale je karakteristična posebna vrste hemijske veze - *metalna veza*. Svaki od atoma otpušta/daje po jedan elektron iz vanjske ljukse i tako postaje pozitivni jon. Ovi elektroni ne pripadaju niti jednom atomu, nego se neprestano kreću kroz metal, a spajanjem na razliku potencijala dolazi do njihovog usmjerjenog toka, odnosno električne struje. Ova svojstva imaju samo metali u tečnom i čvrstom stanju.

Što se tiče toplotne vodljivosti, ona je uglavnom u čistim metalima posljedica elektrona, dok je doprinos kristalne rešetke toplotnoj vodljivosti veoma mali.

Od svih metala, najveću temperaturu topljenja ima volfram i to $3422\text{ }^{\circ}\text{C}$, a najnižu osim žive, cezij od $28,5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Litij ima najmanju gustoću i to $0,5\text{ g/cm}^3$, a osmij najveću i to $22,6\text{ g/cm}^3$. Srebro ima najveću topotnu i električnu vodljivost u poređenju sa drugim metalima i to $429 \cdot 10^{-3}\text{ W/mK}$ i $61,35 \cdot 10^6\text{ S/m}$. Srebra inače u Zemljinoj kori ima 20 puta više nego zlata i platine. Hrom je najtvrdi metal.

Metali se mogu klasificirati prema različitim kriterijima. Prema gustoći se dijele na luke i teške. Teški su oni koji imaju gustoću veću od 5 g/cm^3 .

Metali se mogu dijeliti i na crne i obojene. Crne metale karakteriše tamna boja, visoka temperatura topljenja, velika tvrdoća i gustoća te pojava polimorfizma – promjene tipa kristalne rešetke uslijed promjene vanjskih uslova. U ovu grupu spadaju željezo i mangan.

Obojeni metali imaju karakterističnu boju, manju tvrdoću i gustoću, nižu temperaturu topljenja. U ovu grupu spadaju laki metali (berilij, magnezij, aluminij), plemeniti metali (srebro, zlato, platina, iridijski, bakar) i lako topivi metali (cink, kalaj, kadmij, živa). Uglavnom su otporni prema koroziji.

Hemijska svojstva metala pokazuju kako reaguju sa kisikom, vodom, kiselinama i bazama. Dijele se na plemenite metale (zlato, srebro i platina) koji su stabilni u vazduhu i teško se spajaju sa drugim elementima; poluplemenite metale (aluminij, bakar, cink) koji su stabilni u vazduhu jer se prevuku tankim zaštitnim slojem i nepllemenite metale (glavni predstavnik je željezo) koji lako reaguju sa drugim hemijskim elementima i nisu stabilni u vazduhu.

Nepllemeniti metali su skloni procesu korozije – postepenom razaranju metala zbog vanjskih utjecaja. Metal u zraku reaguje sa kisikom, vodom, vlagom, ili sa raznim gasovima i kao rezultat nastaju slojevi oksida, karbonata ili sulfida. Za sprječavanje procesa korozije na metale se nanosi tanki čvrsti sloj koji može biti plemeniti ili poluplemeniti metal. U praksi se često nanosi i minij (Pb_3O_4), crvena masna boja koja se naziva “temeljna boja” i na nju se na kraju nanosi odgovarajuća farba. Metali se mogu uranjati u rastopljeni plemeniti ili poluplemeniti metal ili u so nekog drugog poluplemenitog metala. Industrijski se uglavnom koriste elektrolitičke metode.

Za ispitivanje metala i metalnih materijala se koriste uglavnom sve danas poznate eksperimentalne tehnike koje ne zahtjevaju da uzorak bude

transparentan. Standardne eksperimentalne tehnike za proučavanje metala su mikroskopiranje, termičke i strukturne analize, kao i različiti mehanički testovi.

Metali su važni i za funkcionisanje živih organizama. U prosječnom ljudskom organizmu je oko 1 % kalcija, 1 % fosfora, 0,25 % kalija, 0,2 % sumpora, 0,14 % natrija, 0,04 % magnezija, 0,05 % željeza, 0,0125 % cinka, 0,0002 % bakra, 0,000001 % srebra i 0,0000001 % zlata. Za oko 20 hemijskih elemenata je poznata uloga u funkcionisanju organizma, a ostali nemaju ulogu ili su tu kao onečišćenje. Bakar, cink, mangan, željezo, magnezij... su potrebni ljudskom organizmu, dok su olovo, živa, aluminij, kalaj, kadmij, paladij, platina izuzetno toksični.

U životnoj sredini se nalaze prirodni i antropogeni izvori teških metala. Veliki problem predstavljaju povećane koncentracije žive, olova, kadmija, arsena itd. koje se nalaze u vodi, zemlji, tlu, zraku i tu dospijevaju uglavnom kao posljedica industrijske proizvodnje, saobraćaja i otpada.

LABORATORIJSKA VJEŽBA 1:

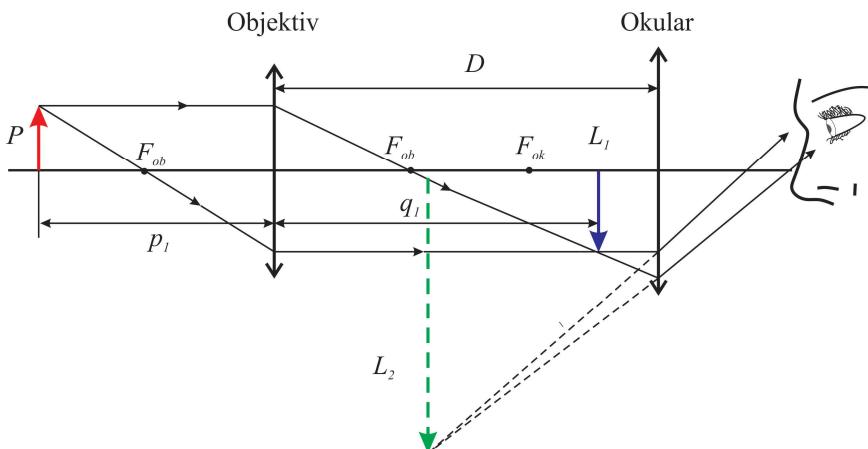
Metalografija

Zadatak

1. Metalografsko mikroskopiranje uzorka bakra i aluminija

Teorijski uvod i eksperiment

Mikroskopi služe za posmatranje materijala s detaljima koji se ne mogu vidjeti koristeći samo oko. Postoji više vrsta mikroskopa: svjetlosni optički mikroskopi, skenirajući i transmisioni elektronski mikroskopi, mikroskopi atomskim silama itd. Optička svjetlosna mikroskopija koristi vidljivu svjetlost, najjednostavnija je, ali je njena najbolja rezolucija između 100 i 200 nm. Svjetlosni mikroskop se sastoji od dvije sabirne leće, okulara i objektiva (slika 1.1). Ukupno uvećanje mikroskopa je proizvod vlastitog uvećanja objektiva i okulara i predstavlja odnos veličine lika i veličine predmeta.



Slika 1.1: Shematski prikaz mikroskopa

Uvećanje je:

$$M = -\frac{D}{F_{ob}} \cdot \left(\frac{25 \text{ cm}}{F_{ok}} \right), \quad (1.1)$$

gdje je D udaljenost između leća okulara i objektiva, F_{ob} žižna daljina objektiva, a F_{ok} žižna daljina okulara.

Cilj mikroskopskih istraživaja je dobiti dovoljno kvalitetnu sliku na kojoj se mogu razlikovati detalji. Moć razlaganja nekog objekta predstavlja njegovu sposobnost najmanjeg razdvajanja dvije tačke. Granica razdvajanja predstavlja najmanju udaljenost detalja na slici koji se mogu vidjeti razdvojeno. Ove dvije veličine su obrnuto proporcionalne. Granica razdvajanja je direktno proporcionalna talasnoj dužini svjetlosti kojom se uzorak obasjava, a obrnuto proporcionalna indeksu prelamanja sredine koja je između objektiva i uzorka i sinusa ugla aperture.

Metalografski mikroskopi su posebna vrsta svjetlosnih mikroskopa koji imaju mogućnost formiranja slike pomoću reflektovane, a ne propuštene svjetlosti, jer su metalni materijali nepropusni, pa se sa iste strane uzorak i osvjetljava i posmatra. Na slici 1.2 je prikazan metalografski mikroskop OPTIKA B-383MET koji je opremljen sa 5 MP kamerom.



Slika 1.2: Mikroskop OPTIKA B-383MET

Na desnoj i lijevoj strani mikroskopa se nalazi zavrtanj pomoću kojeg se pomjera udaljenost između uzorka i objektiva. Postoje četiri objektiva i to uvećanja 5, 10, 20 i 50 puta. Uvećanje okulara je 10 puta, tako da je najveće uvećanje ovog mikroskopa 500 puta. Metalografsko mikroskopiranje je preporučljivo početi koristeći najmanje dostupno uvećanje, koje se povećava nakon što se dobije jasna slika uzorka. Platforma na koju se postavlja uzorak se

može pomjerati u XY ravni. Ovaj mikroskop može raditi u reflektovanoj i propuštenoj svjetlosti. Opremljen je kamerom koja je spojena na računar pa se dobijene fotografije mogu softverski obradivati.

Vizuelno, metale uglavnom razlikujemo po boji (slika 1.3), a da bi se vidjela mikrostruktura, potebno je koristiti mikroskop.



Slika 1.3: Neki karakteristični metali

Postoje različite tehnike pripreme metalnih materijala za mikroskopiranje. Uglavnom, površina treba biti ravna. Najjednostavnija i prva tehnika kojom počinje mehanička obrada je brušenje. Za brušenje se koriste brusni papiri. To su kartonske podloge na koje je nanešeno abrazivno sredstvo određene veličine zrna. Na brusnim papirima se nalaze i oznake koje govore koja je srednja veličina zrna (tabela 1.1).

Tabela 1.1: Oznake i veličine zrna za brusne papire

Oznaka	Veličina zrna (μm)	Oznaka	Veličina zrna (μm)
P40	400-500	P400	28-40
P100	125-160	P600	20-28
P120	100-125	P1000	14-20
P150	80-100	P1200	10-14
P180	63-80	P1500	7-10
P240	50-63	P2000	5-7
P280	40-50	P2500	3-5

Brušenje počinje sa papirom veće granulacije (većeg zrna), a završava papirom manje granulacije (manjeg zrna). Brušenje se odvija u dva međusobno okomita pravca.

Brušenjem se skida tanki sloj da bi se uklonile neravnine. Nakon brušenja površine, provodi se poliranje. Poliranje se vrši abrazivnim sredstvima, a to su najčešće SiC ili Al_2O_3 koji se miješaju sa glicerolom. Nakon poliranja uzorak je sjajan i bez vidljivih deformacija. Nakon brušenja i poliranja uzorak se pere vodom, potapa u alkohol, a zatim suši i drži u eksikatoru.

Nakon brušenja, nagirizanje površine se obavlja hemijskim putem. U zavisnosti od uzorka, koriste se različita hemijska sredstva. Prije hemijskog nagrizanja, uzorak treba biti potpuno suh i čist. Potapa se u hemijski reagens određeno vrijeme nakon čega se vadi, pere vodom i suši. U tabeli 1.2 su dati reagensi i vrijeme nagrizanja za nekoliko metala.

Tabel 1.2: Neki metali, reagensi i vrijeme nagrizanja

Metal i njegove legure	Reagens	Vrijeme nagrizanje
Bakar	Ferihlorid 20 g Solna kiselina 6 ml Voda 100 ml	Dok se ne postigne željeni efekat
Aluminij	Fluorovodonična kiselina 0,5 ml Voda 100 ml	Dok se ne postigne željeni efekat
	Kellereov reagens: Fluorovodonična kiselina 1 ml Solna kiselina 1,5 ml Azotna kiselina 2,5 ml	Vrijeme nagrizanja 10 do 20 s Oprati u vreloj vodi
Željezo	Azotna kiselina 1-5 ml Alkohol (etil, metil ili amil) 100 ml	Od nekoliko sekundi do jedne minute
Oovo i kalaj	Glacijalna sirćetna kiselina 30 ml Vodonik peroksid (30 %) 10 ml	Nagrizati od 5 do 15 s. Reagens se treba iskoristiti prvih sat vremena nakon pravljenja.
Cink	Solna kiselina 5 ml Etil alkohol 95 ml	Vrijeme nagrizanja od 2 do 3 s
Magnezij	Oksalna kiselina 2 g Voda 100 ml	Vrijeme nagrizanja do 10 s

Mjerenje

Zadatak: Metalografsko mikroskopiranje uzorka bakra i aluminija

Pribor:

- uzorak pravougoanog oblika od bakra ili aluminija,
- brusni papiri različite granulacije,
- abrazivno sredstvo,
- glicerol,
- hemijski reagensi,
- voda,
- pinceta,
- staklena ploča,
- staklena posuda.

Postupak mjerenja:

- uzorak očistiti i oprati vodom,
- mikroskopirati netretirane uzorce,
- koristiti brusni papir najviše granulacije pet minuta, vodeći računa da se brusi u dva okomita pravca,
- nakon toga uzorak oprati, posušiti i mikroskopirati,
- koristeći brusni papir manje granulacije ponoviti prethodni postupak,
- pripremiti glatku smjesu od abrazivnog sredstva i glicerola,
- stranu uzorka koji se polira okrenuti prema staklenoj ploči na kojoj je smjesa i blagim pritiskom kružnim pokretima polirati uzorak pet minuta,
- uzorak oprati, posušiti i mikroskopirati,
- uroniti uzorak u staklenu posudu sa pripremljenim reagensom koji je izabran iz tabele 1.2. i voditi računa da je površina uzorka potpuno uronjena u reagens,
- uzorak oprati, posušiti, mikroskopirati i popuniti tabelu 1.3.

Napomena: biti pažljiv tokom rada sa hemikalijama i poštovati sva pravila za rad u laboratoriji.

Svi uzorci trebaju biti fotografisani pod istim uvećanjem.

Tabela 1.3: Izvještaj za vježbu Metalografija

Uzorak: Uvećanje mikroskopa:			
Tretman (brusni papir ili hemikalija)	Trajanje tretmana	Slika	Opažanje

LABORATORIJSKA VJEŽBA 2:

Korozija metala

Zadaci

1. Pasivacija aluminija anodnom oksidacijom
2. Pasivacija željeza nitratnom kiselinom
3. Tretiranje željeza bakarnim sulfatom i kalajem

Teorijski uvod i eksperiment

Korozija je proces u kojem materijal prelazi u stanje niže energije. U prirodi se metali uglavnom javljaju u vezanom stanju. Da bi se dobio čisti metal potrebno je provesti određene postupke koji troše energiju, što bi značilo da čisti metali uglavnom imaju veću energiju od onih u jedinjenjima i zbog toga teže da se jedine sa nekim drugim supstancama i tako oslobađaju energiju i prelaze u stanje niže energiju, što je i razlog zašto dolazi do korozije. Praktično, korozija podrazumjeva postepeno razaranje površine metala uslijed djelovanja O₂, CO₂, vode i dr.

Generalno, hemijska reaktivnost/stabilnost metala zavisi od toga koliko lako njegovi atomi otpuštaju elektrone i to se kvantificira veličinom koja se zove potencijal jonizacije (elektrodni potencijal) i prema njegovoj vrijednosti metali se redaju u naponski niz ili red aktivnosti (tabela 2.1).

Tabela 2.1: Red aktivnosti metala

K	Na	Ca	Mg	Al	Mn	Zn	Fe	Ni	Sn	Pb	H ²	Cu	Hg	Ag	Pt	Au
---	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----------------	----	----	----	----	----

Reaktivnost metala opada sa lijeva na desno, tj. atomima je sve teže otpustiti elektron. Metal može istisnuti sve metale iz njihovih soli koji se nalaze desno od njega u redu aktivnosti.

Sklonost ka koroziji je glavni nedostatak željeza i čelika u odnosu na zahtjeve koje moraju imati materijali za široku upotrebu. Rude željeza su široko rasprostranjene, proces proizvodnje je efikasan tako da je cijena značajno niža od cijene cinka, olova, aluminija, bakra, nikla i kalaja uz odlična mehanička svojstva. Željezo ima nisku korozionu otpornost, hrđa u atmosferi i vodi. Međutim, dodavanjem nekih elemenata koji poboljšavaju koroziona svojstva se ujedno povećava i trošak proizvodnje.

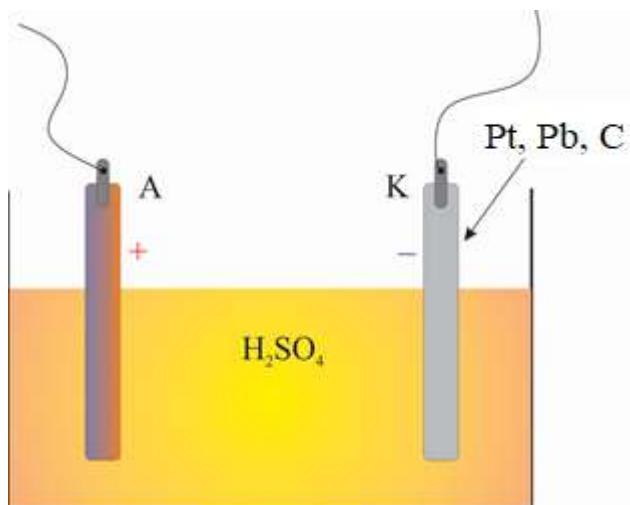
Željezo je obično anodno, tj. manje plemenito, u odnosu na bakar, nikl, mesing, hrom, plemenite metale, a katodno, tj. plemenitije u odnosu na aluminij, magnezij, cink i kadmij. Kalaj i olovo su slični željezu.

Aluminij generalno ima dobra koroziona svojstva. Otporan je u mnogim korozionim sredinama zato što na površini stvara zaštitni, tanki, oksidni sloj Al_2O_3 debljine između 50 i $100 \cdot 10^{-10}$ m. Ovaj sloj je stabilan u rastvorima čiji je pH od 4,5 do 8,5.

Stabilnost spram korozije se povećava nanošenjem dodatnog oksidnog sloja na metal i taj proces se naziva pasivacija. U praksi se koriste dva procesa:

1. kratko izlaganje metala određenim koncentrovanim kiselinama,
2. anodnom oksidacijom metala pri kojoj je metal anoda u procesu elektrolize nakon koje se stvara zaštitni oksidni sloj. Metal postaje pasivan tako što postaje anoda (slika 2.1).

Što se tiče aluminija, njegova površina se kratko izlaže koncentrovanoj nitratnoj kiselini (HNO_3) ili se koristi anodna oksidacija pri kojoj je aluminij anoda u elektrolitičkoj banji sa razblaženom sumpornom kiselinom (H_2SO_4).



Slika 2.1: Elektrolitička banja

Mjerenje

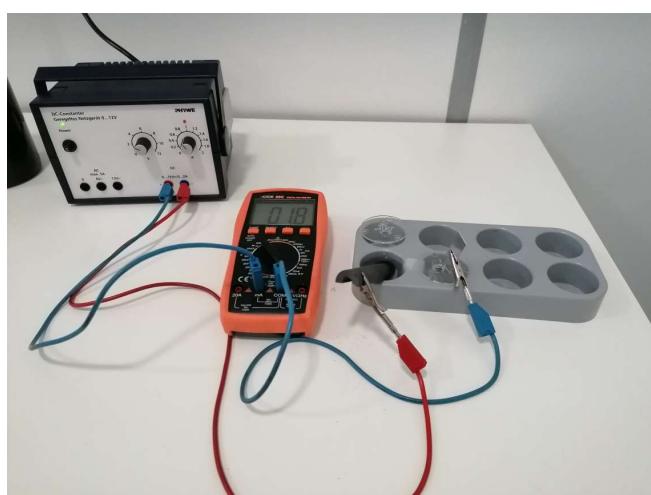
Zadatak 1: Pasivacija aluminija anodnom oksidacijom

Pribor:

- pločica aluminija,
- dvije staklene čaše,
- sumporna kiselina (H_2SO_4),
- filter papir,
- grafitna elektroda,
- izvor istosmjerne struje,
- digitalni multimetar,
- provodnici.

Postupak mjerenja:

- uliti u dvije čaše rastvorenu 2 % sumpornu kiselinu, staviti ih u blizinu i povezati sa trakom filter papira koja je prethodno natopljena sumpornom kiselinom,
- u jednu čašu uroniti grafitnu elektrodu, a u drugu uzorak aluminija dug oko 60 mm,
- spojiti strujno kolo kao na slici 2.2 (serijska veza izvora istomjerne struje, multimetra/ampermetra i aluminijске ploče i grafitne elektrode),



Slika 2.2: Strujno kolo za pasivaciju aluminija

- izvor istosmjerne struje treba davati napon između 12 i 15 V,
- ampermetar treba biti na mjernom području od 200 mA,
- elektrolizu vršiti deset minuta nakon čega uzorak aluminija treba izvaditi iz rastvora, oprati vodom i posušiti,
- ukoliko je cijeli proces obavljen prema proceduri, na uzorku aluminija će se stvoriti tanki eloksirani sloj koji će povećati njegovu otpornost prema koroziji (slika 2.3).
- Popuniti tabelu 2.2.



Slika 2.3: Eloksirani sloj na aluminiju

Zadatak 2: Pasivacija željeza nitratnom kiselinom (HNO_3)

Pribor:

- bakarni sulfat (CuSO_4),
- vaga,
- destilovana voda,
- dvije staklene čaše,
- 65 % nitratna kiselina (HNO_3),
- uzorak željeza,
- brusni papir.

Postupak mjerena:

- pripremiti 0,2 M rastvor bakarnog sulfata,
- za 0,2 M rastvor bakarnog sulfata potrebno je 7,98 g čistog bakarnog sulfata ili 12,48 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ koji se dodaju u destilovanu vodu zapremine 250 ml i zatim miješaju,
- u staklenu čašu uliti koncentrovanu (65 %) nitratnu kiselinu tako da nivo kiseline u čaši bude oko 3 cm,
- u drugu čašu uliti rastvor 0,2 M bakarnog sulfata tako da nivo rastvora u čaši bude oko 3 cm,
- ove dvije čaše postaviti jednu pored druge u plastični nosač kao na slici 2.4,



Slika 2.4: Eksperimentalna postavka

- pažljivo očistiti površinu jednog kraja uzorka željeza sa finim brusnim papirom, vodeći računa da nakon brušenja ne smije biti nikakvih ostataka ljepila, ulja, masnoća ili bilo kojih drugih nečistoća,
- uzorak obrisati suhim papirom ili nekom pamučnom tkaninom,
- uroniti očišćeni kraj što je moguće dublje u čašu sa koncentrovanom nitratnom kiselinom oko dvije sekunde, a zatim u čašu sa rastvorom bakarnog sulfata dvije sekunde,
- posmatrati šta se događa sa krajem uzorka koji je bio uronjen,
- ukoliko se ne dogodi ništa nakon 15 s, brzo i kratko dodirnuti područje nekim tvrdim objekom, npr stakleni štapić, nokat ili slično, nakon čega će proces započeti od mjesta koje je dodirnuto,
- ako je cijeli postupak proveden prema proceduri, na uzorku željeza će se pojaviti tanki sloj bakra koji će poboljšati otpornost željeza spram korozije (slika 2.5).
- Popuniti tabelu 2.2.



Slika 2.5: Tanki sloj bakra na uzorku željeza

Ako nakon nekog vremena dođe do oštećenja ovog bakarnog sloja, onda će vrlo brzo početi proces korozije.

Zadatak 3: Tretiranje željeza bakarnim sulfatom i kalajem

Pribor:

- dvije pločice željeza,
- rastvor bakarnog sulfata (CuSO_4),
- dvije čaše,
- koncentrovana solna kiselina (HCl),
- brusni papir,
- kalaj,
- pinceta.

Postupak mjerena:

- u elektrohemiskom nizu (tabela 2.1) željezo se nalazi lijevo od H_2 , a bakar desno od H_2 I iz tog razloga će željezo potisnuti bakar iz soli. Odgovarajuća hemijska reakcija je: $\text{Fe} + \text{CuSO}_4 \rightarrow \text{FeSO}_4 + \text{Cu}$,
- predmet od željeza, čiste i sjajne površine, bez hrđe, jednim dijelom uroniti u rastvor CuSO_4 deset minuta,
- nakon eksperimenta se uočava da se bakar izdvojio na površini predmeta od željeza,
- drugi komad željeza očistiti brusnim papirom i koncentrovanom HCl kiselinom,
- prethodno istopiti kalaj i pincetom komad željeza uroniti u taljevinu, držati ga nekoliko minuta, dobro isprati i osušiti,
- uočava se da se komad željeza prevukao slojem kalaja i ovaj proces je poznat kao kalajisanje.
- Popuniti tabelu 2.2.

Tabela 2.2: Izvještaj za vježbu Korozija metala

	Opažanja
Zadatak 1	
Zadatak 2	
Zadatak 3	

LABORATORIJSKA VJEŽBA 3:

Tvrdoća metala

Zadatak

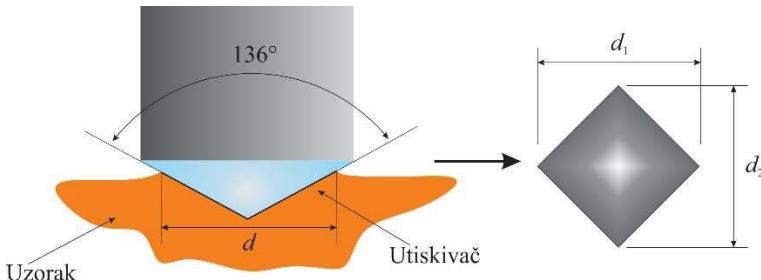
- Izmjeriti tvrdoću olova, cinka, aluminija, bakra i željeza

Teorijski uvod i eksperiment

Tvrdoća je mehaničko svojstvo koje govori kolika je sposobnost materijala da se odupre prodiranju nekog drugog materijala, tj otpornost spram grebanja. Fizikalno, tvrdoća ima veoma kompleksno objašnjenje.

Mjeri se jednostavno i to tako što se tijelo poznatih dimenzija utiskuje određenom silom određeno vrijeme u materijal koji se ispituje. Ukoliko su sile utiskivanja manje od 9,8 N, onda se govori o mikrotvrdoći. Mikrotvrdoća je od značaja kod materijala čija su površinska svojstva važna ili kod tankih materijala.

Kod Vickersove metode koja se koristi u vježbi, utiskivač je dijamantna piramida koja ostavlja karakteristični romboidni otisak (slika 3.1).



Slika 3.1: Shematski prikaz mjerjenja tvrdoće

Iz dijagonala otiska i primjenjene sile, tvrdoća se računa kao:

$$H_V = 1,85444 \cdot \frac{F}{d^2}, \quad (3.1)$$

gdje je F sila utiskivanja i d srednja vrijednost dijagonale otiska. Rezultat se može pretvoriti u Pa množeći rezultat u Hv sa $9,81 \cdot 10^6$.

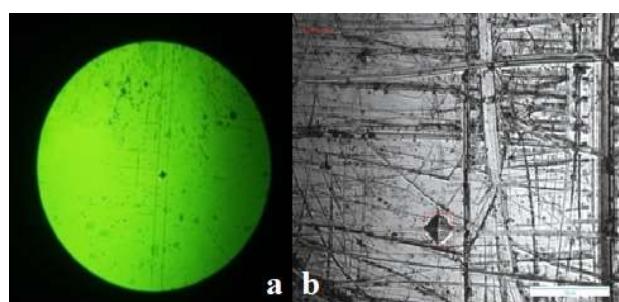
Što se tiče tankih uzoraka, treba voditi računa o izboru sile pošto dubina otiska ne smije biti veća od 10 % debljine uzorka ili dijagonala otiska ne smije biti veća od 2/3 debljine uzorka.

Na slici 3.2 je prikazan uređaj za mjerjenje Vickersove mikrotvrdoće model DHV-1000Z. Mase raspoloživih tegova za silu utiskivanja su: 10 g, 25 g, 50 g, 100 g, 200 g, 300 g, 500 g i 1000 g. Uvećanja objektiva su 10 i 40 puta, dok je uvećanje okulara 10 puta. Vrijeme utiskivanja se može mijenjati između 5 i 60 s. CCD kamera ima 1,3 miliona piksela. Uređaj je spojen na računar, te se mjerjenje može vršiti poluautomatski očitavajući dimenzije otiska na mikroskopskom sistemu uređaja na kojem se i ispiše rezultat mikrotvrdoće ili se može dobiti slika na računaru na kojoj se označe granice otiska i iz tih dimenzija softver računa mikrotvrdoću uzorka.



Slika 3.2: uređaj DHV-1000Z

Karakteristične slike otisaka su prikazane na slici 3.3.



Slika 3.3: Otisak a) na optičkom mjernom sistemu, b) prikazan na računaru pomoću kamere ugrađene na okular sistema za mjerjenje

Mjerenje

Zadatak: izmjeriti mikrotvrdoću olova, cinka, aluminija, bakra i željeza

Pribor:

- pločice olova, cinka, aluminija, bakra i željeza,
- uređaj za mjerjenje mikrotvrdoće opremljen kamerom i spojen na računar sa odgovarajućim softverom.

Postupak mjerena:

- izmjeriti mikrotvrdoću pet puta za pločice olova, cinka, aluminija, bakra i željeza i to za sile djelovanja od $0,49\text{ N}$ i $0,98\text{ N}$ i vremena djelovanja sile od 10 i 15 s. Za isti otisak mjerjenje obaviti na dva načina i to koristeći samo uređaj i koristeći i softver i kameru.
- Mikroskopski sistem na uređaju prvo obavezno kalibrirati tako što se dvije vertikalne/horizontalne linije dovedu jedna pored druge i to u najbliži položaj u kojem ih je moguće razlikovati, nakon čega se pritisne taster CLR na uređaju. Objektivi se mijenjaju na tasteru AB.
- Postaviti uzorak i dobiti njegovu jasnu sliku na uvećanju objektiva od 40 puta.
- Odabrati odgovarajuću silu pomoću zavrtnja koji se nalazi u gornjem desnom uglu uređaja.
- Odabrati odgovarajuće vrijeme utiskivanja pomoću taster TIME+/- na tastaturi uređaja.
- Kada je proces pripreme mjerena završen, mjerjenje početi pritiskom na taster START. Mjerjenje se automatski obavlja. Nakon toga je rezultat moguće dobiti na dva načina.

I način

- Očitavati dužine dijagonale preko okulara tako da se dvije horizontalne/vertikalne linije u vidnom polju, dovedu u uglove otiska i pritisne se posebno crno dugme koje se nalazi na okularu.
- Rezultat se ispisuje na ekranu uređaja.

II način

- Provjeriti da li je CCD kamera spojena na računar sa odgovarajućim softverom. Pokrenuti softvera u kojem se prikaže slika otiska.
- Označiti tjemena otiska i automatski se rezultat mjerjenja ispisuje na ekranu računara. Popuniti tabele 3.1. i 3.2.

Tabela 3.1: Izvještaj za vježbu Tvrdoča metala

$Hv_{tabl} =$		$F=0,49 \text{ N}$	$F=0,98 \text{ N}$	$F=0,49 \text{ N}$	$F=0,98 \text{ N}$
Olovo	$t=10 \text{ s}$	1.	1.	1.	1.
		2.	2.	2.	2.
		3.	3.	3.	3.
		Sr.	Sr.	Sr.	Sr.
	$t=15 \text{ s}$	1.	1.	1.	1.
		2.	2.	2.	2.
		3.	3.	3.	3.
		Sr.	Sr.	Sr.	Sr.

$Hv_{tabl} =$		$F=0,49 \text{ N}$	$F=0,98 \text{ N}$	$F=0,49 \text{ N}$	$F=0,98 \text{ N}$
Građa	$t=10 \text{ s}$	1.	1.	1.	1.
		2.	2.	2.	2.
		3.	3.	3.	3.
		Sr.	Sr.	Sr.	Sr.
	$t=15 \text{ s}$	1.	1.	1.	1.
		2.	2.	2.	2.
		3.	3.	3.	3.
		Sr.	Sr.	Sr.	Sr.

$Hv_{tabl} =$		$F=0,49 \text{ N}$	$F=0,98 \text{ N}$	$F=0,49 \text{ N}$	$F=0,98 \text{ N}$
Aluminij	$t=10 \text{ s}$	1.	1.	1.	1.
		2.	2.	2.	2.
		3.	3.	3.	3.
		Sr.	Sr.	Sr.	Sr.
	$t=15 \text{ s}$	1.	1.	1.	1.
		2.	2.	2.	2.
		3.	3.	3.	3.
		Sr.	Sr.	Sr.	Sr.

$Hv_{\text{tabl}} =$		$F=0,49 \text{ N}$	$F=0,98 \text{ N}$	$F=0,49 \text{ N}$	$F=0,98 \text{ N}$
Bakar	$t=10 \text{ s}$	1.	1.	1.	1.
		2.	2.	2.	2.
		3.	3.	3.	3.
		Sr.	Sr.	Sr.	Sr.
	$t=15 \text{ s}$	1.	1.	1.	1.
		2.	2.	2.	2.
		3.	3.	3.	3.
		Sr.	Sr.	Sr.	Sr.

$Hv_{\text{tabl}} =$		$F=0,49 \text{ N}$	$F=0,98 \text{ N}$	$F=0,49 \text{ N}$	$F=0,98 \text{ N}$
Željezo	$t=10 \text{ s}$	1.	1.	1.	1.
		2.	2.	2.	2.
		3.	3.	3.	3.
		Sr.	Sr.	Sr.	Sr.
	$t=15 \text{ s}$	1.	1.	1.	1.
		2.	2.	2.	2.
		3.	3.	3.	3.
		Sr.	Sr.	Sr.	Sr.

Tabela 3.2: Diskusija za vježbu Tvrdoća metala

	Diskutovati
Koji metal ima najveću, a koji najmanju tvrdoću?	
Da li vrijeme utiskivanja ima utjecaja na rezultat?	
Da li se H_v mijenja sa promjenom sile?	

LABORATORIJSKA VJEŽBA 4:

Električna otpornost metalnih uzoraka malih dimenzija

Zadatak

1. Izmjeriti električni otpor i odrediti električnu otpornost uzorka malih dimenzija

Teorijski uvod i eksperiment

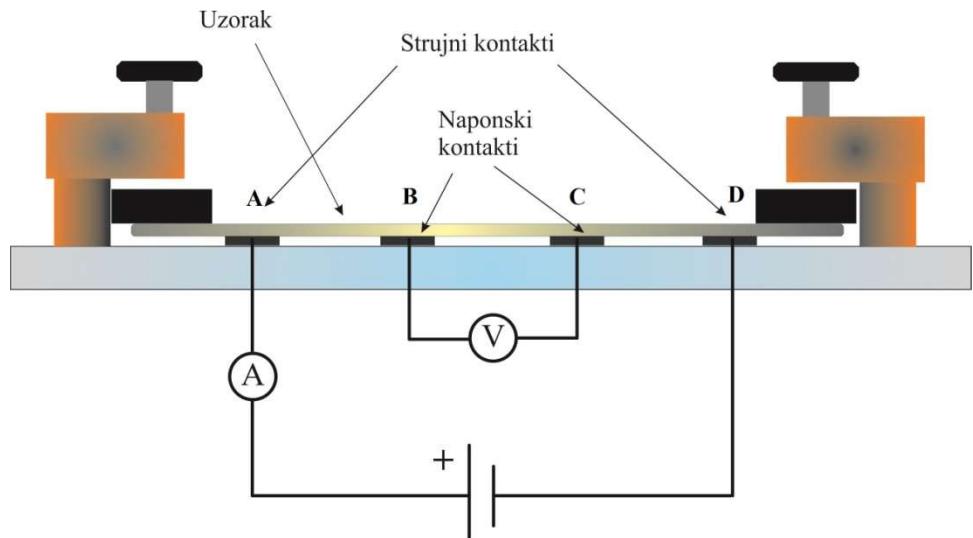
Ukoliko na neki provodnik priključimo odgovarajuću razliku potencijala U , kroz njega će teći struja jačine I . Koeficijent proporcionalnosti između U i I se naziva električni otpor R i njegova jedinica je 1Ω . Električna otpornost ili specifični električni otpor predstavlja otpor provodnika po jedinici njegove dužine i odgovarajuća jedinica je $1 \Omega\text{m}$. Električna otpornost nekog materijala zavisi od njegove mikrostrukture, a električni otpor i od fizičkih karakteristika provodnika. Električni otpor se najjednostavnije mjeri tako što se kroz provodnik propušta struja poznate vrijednosti, mjeri odgovarajući pad napona i otpor se računa prama Ohmovom zakonu.

Općenito problemi koji se mogu susresti kod mjerjenja otpora manjih od $0,1 \Omega$ su otpor provodnika koji zatvaraju strujno kolo, otpor na spojnim mjestima, unutrašnji otpor mjernih instrumenata i tako dalje. Poseban izazov je mjerjenje kod uzoraka malih dimenzija u smislu ostvarivanja kontakata.

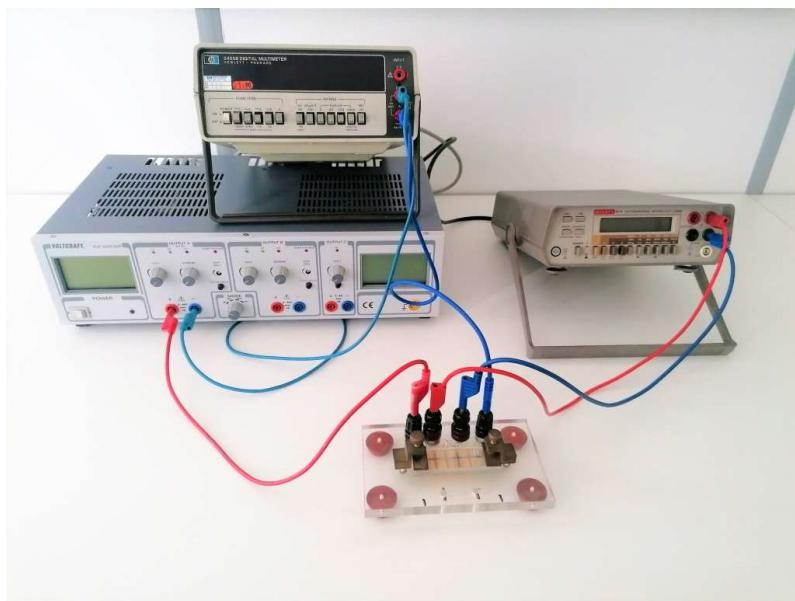
U ovoj vježbi se mjeri električni otpor metalnog uzorka dužine 2-3 cm, širine do 1 mm, a debljine nekoliko desetina mikrona te određuje njegova električna otpornost. Za tu svrhu je napravljen poseban nosač koji se sastoji od dvije pločice od pleksiglasa, između kojih se postavlja uzorak, a na krajevima pločica se nalaze dva vijka kako bi se uzorak mogao lagano fiksirati. Na donjoj pločici, okomito na dužinu uzorka su postavljena četiri bakarna provodnika koji su na krajevima zalemljeni sa tankim bakarnim žicama koje su povezane sa priključnicama za instrumente na platformi. Izmađu bakarnih provodnika je udaljenost od 1 cm. Nosač je prikazan na slici 4.1.

Uzorak se veže serijski u kolo (slika 4.2) sa izvorom istosmjerne struje i ampermetrom. Voltmetar se veže paralelno na uzorak. Ampermetar se

priklučuje u tačke A i D na nosaču i te tačke se nazivaju strujni kontakti. Voltmetar se priključuje u tačke B i C i te tačke se nazivaju naponski kontakti.



Slika 4.1: Shematski prikaz nosača uzorka i električnog kola



Slika 4.2: Mjerenje otpora i procjena električne otpornosti datog uzorka

Mjerenje se izvodi tako što se kroz uzorak propušta struja koja se mjeri ampermetrom (I), a pad napona na uzorku se mjeri voltmetrom (U).

Prema Ohmovom zakonu, električni otpor između tačaka B i C je:

$$U = RI. \quad (4.1)$$

Mjerenje

Zadatak: Izmjeriti električni otpor i odrediti električnu otpornost uzorka malih dimenzija

Pribor:

- metalni uzorak odgovarajućih dimenzija (npr. metalno staklo, dužine cca. 4 cm),
- nosač za uzorak,
- stabilni izvor istosmjernog napona (npr. Voltcraft VLP-2403 OVP),
- precizni ampermetar (npr. HP 3465B),
- precizni voltmeter (Keithley 197A).

Postupak mjerenje:

- kolo spojiti prema slici 4.2,
- na izvoru mijenjati napon i napraviti deset mjerenja za različite vrijednosti struje i napona,
- popuniti tabelu 4.1,
- grafički prikazati mjerene vrijednosti I i U , nanoseći na x osu vrijednosti I , a na y osu vrijednosti U ,
- iz koeficijenta pravca odrediti vrijednost otpora R ,
- iz dimenzija uzorka izračunati vrijednost električne otpornosti,
- popuniti tabelu 4.1.

Tabela 4.1: Izvještaj za vježbu Električna otpornost metalnih uzoraka malih dimenzija

$R =$ _____

$$\rho = \underline{\hspace{2cm}}$$

LABORATORIJSKA VJEŽBA 5:

Termička stabilnost metalnih metastabilnih materijala

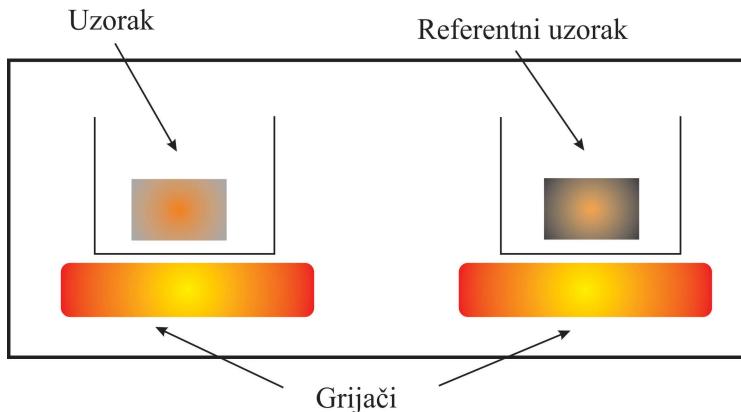
Zadatak

1. Odrediti energiju aktivacije za kristalizaciju metalnog stakla

Teorijski uvod i eksperiment

Metastabilni materijali nisu u stanju najniže energije. To su naprimjer metalna stakla, koja su po strukturi amorfna. Najčešće se proizvode brzim hlađenjem taljevine, uslijed čega se zbog kinetike kristalizacije "atomi" ne stižu smjestiti u energetski najpovoljnije položaje, tj. čvorišta kristalne rešetke i nastaju neuređene strukture. U odnosu na kristalne materijale, imaju niz drugačijih svojstava. Amorfni materijali uglavnom imaju interesantna magnetna i dobra mehanička svojstva, njihova električna otpornost se s povećanjem temperature vrlo malo mijenja.

Diferencijalna skenirajuća kalorimetrija (DSC) je eksperimentalna tehnika za ispitivanje termičkih svojstava materijala. Precizno bilježi svaki fazni prelaz. Istovremeno se grije i referentni i ispitivani uzorak (slika 5.1).



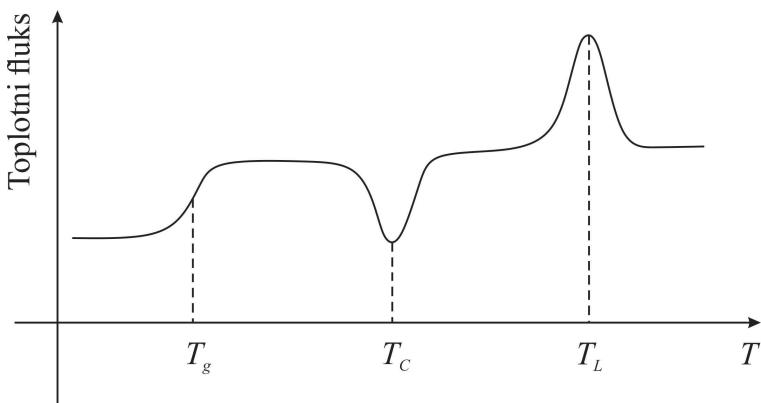
Slika 5.1: Shematski prikaz DSC-a

Kao referentni uzorak se uzima materijal koji je stabilan i nema fazne prelaze do visokih temperatura. Često korišteni materijal je Al_2O_3 koji je stabilan do 1600°C . U trenutku kada ispitivani uzorak prolazi kroz fazni prelaz, njegova temperatura neće rasti iako mu se dovodi energija. Istovremeno, temperatura

referentnog uzorka raste. Da bi se i ispitivani uzorak grijao istom dinamikom kao referentni, njegovom grijaču je potrebno dovesti više energije u odnosu na grijač referentnog uzorka. Iz ove razlike dovedene energije se može identifikovati fazni prelaz.

Generalno, hlađenjem taljevine ispod temperature topljenja materijali kristaliziraju. Međutim, ukoliko je ovo hlađenje dovoljno brzo pa se ne formiraju jezgra kristalizacije, materijal će hlađenjem preći u amorfnu strukturu. U uskom intervalu oko temperaturе staklastog prelaza, materijal prelazi u staklo. U ovom području visoznosc taljevine postaje toliko velika da se atomi ne uspiju smjestiti u energetski najpovoljnija mesta pa nastaje staklo. Temperatura staklastog prelaza se definiše kao temperatura na kojoj viskoznost taljevine postaje 10^{12} Pas.

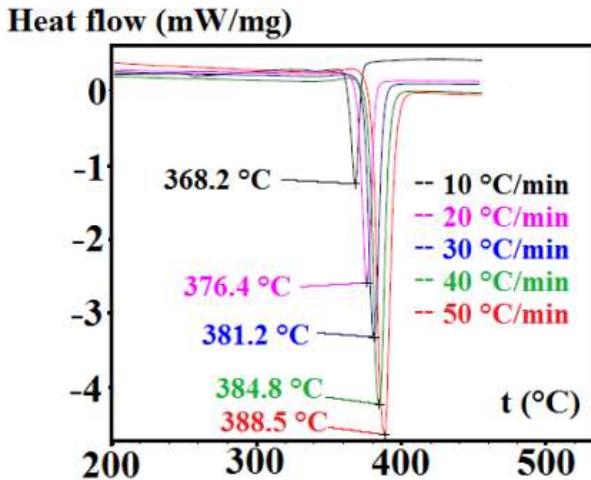
Grijanjem uzorka metalnog stakla se pojavljuje nekoliko karakterističnih prelaza. Prvi je stalasti prelaz (T_g), zatim kristalizacija (T_c) i na kraju topljenje (T_L). Karakteristična kriva grijanja je data na slici 5.2. Krive grijanja se inače često nazivaju i termogrammi.



Slika 5.2: Tipični termogram za metalno staklo

Kristalizacija je egzotermni, topljenje endotermni proces, a staklasti prelaz je fazni prelaz drugog reda pa se identificuje iz prvog izvoda toplotnog toka u odnosu na temperaturu.

Termogrami za različite brzine grijanja za uzorak metalnog stakla $\text{Ni}_{23}\text{Zr}_{77}$ su dati na slici 5.3. Očekivano, temperatura kristalizacije se pomjera za nekoliko stepeni sa povećanjem brzine grijanja.



Slika 5.3: Termogram za uzorak Ni₂₃Zr₇₇ (preuzeto iz: A. Salčinović Fetić, I. Gazdić, G. Ostojić, S. Sulejmanović, Investigation of Partially Crystalline Zr₇₇Ni₂₃ Metallic Glass, TEM journal 5 (3) (2016), 301)

Energija aktivacije je ustvari dubina potencijalne jame koju atomi moraju savladati da bi se smjestili u energetski povoljnije položaje i formirali kristalni materijal.

Johnson-Mehl-Avrami (JMA) fenomenološka teorija opisuje kinetiku kristalizacije metalnih stakala. Prema JMA teoriji, udio kristalizacije (x) u funkciji vremena (t) je:

$$x(t) = 1 - e^{-Kt} n, \quad (5.1)$$

gdje je n Avramijev eksponent, a K konstanta opisana izrazom:

$$K = K_0 e^{-\frac{E_a}{k_B T_c}}. \quad (5.2)$$

E_a je energija aktivacije za potpuni proces kristalizacije, T_c temperatura kristalizacije, a k_B Boltzmannova konstanta. Postoji nekoliko modela baziranih na JMA teoriji iz kojih se može odrediti E_a . Najčešće korišten je Kissingerov model koji prepostavlja da je brzina reakcije najveća u T_c i njegova jednačina je:

$$h = AT_c^2 e^{\left(\frac{-E_a}{k_B T_c} \right)}, \quad (5.2)$$

a koja se u praksi često zapisuje kao:

$$\ln \left(\frac{h}{T_c^2} \right) = -\frac{E_a}{k_B T_c} + \ln(A), \quad (5.3)$$

gdje je h brzina grijanja uzorka, a A konstanta.

Za mjerjenje će se koristi DSC uređaj NETZSCH 300 Caliris prikazan na slici 5.4 čije je radno temperaturno područje do 650 °C i najveća moguća brzina grijanja od 100 K/min.



Slika 5.4: DSC uređaj NETZSCH 300 Caliris

Mjerenje

Zadatak: Odrediti energiju aktivacije za kristalizaciju metalnog stakla

Pribor:

- diferencijalni skenirajući kalorimetar,
- pet uzoraka istog metalnog stakla mase od nekoliko mg,
- vaga.

Postupak mjerenja:

- uzorak metalog stakla izrezati na pet približno jednakih dijelova mase nekoliko mg,
- izvagati svaki od uzoraka,
- izvršiti DSC mjerenje za pet različitih brzina grijanja i to: 10, 20, 30, 40 i 50 K/min,
- iz dobijenih termograma očitati temperature T_c . Kristalizacija se prepoznaje kao oštra egzotermna reakcija.
- nacrtati grafik ovisnosti $\ln\left(\frac{h}{T_c^2}\right)$ vs. $\frac{1000}{T_c}$,
- iz koeficijenta pravca odrediti E_a , rezultat izraziti u eV i J i popuniti tabelu 5.1.

Tabela 5.1: Izvještaj za vježbu Termička stabilnost metalnih metastabilnih materijala

Brzina grijanja h (K/min)	Masa uzorka (mg)	t_c (°C)	T_c (K)
10			
20			
30			
40			
50			
Energija aktivacije (J) (eV)			

LABORATORIJSKA VJEŽBA 6:

Toplotni tretman metalnih materijala

Zadaci

1. Vrlo brzo hlađenje čelika
2. Termička relaksacija metalnog stakla

Teorijski uvod i eksperiment

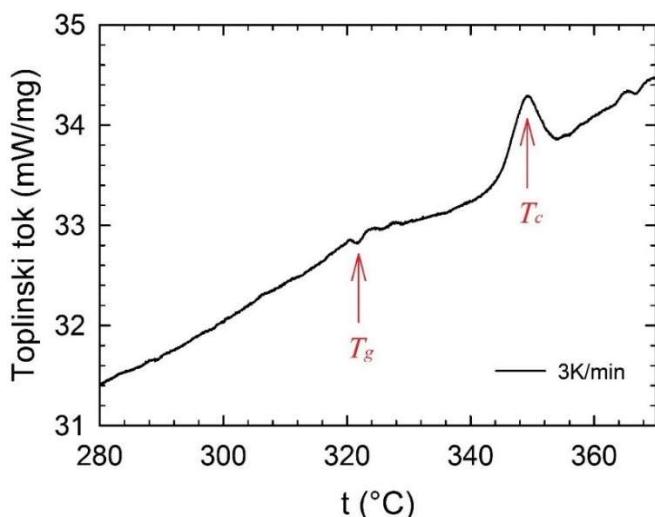
Materijali se griju na višim temperaturama kako bi se izmjenila njihova svojstva. Toplotnim tretmanom se mijenja mikrostruktura materijala, a posljedično i njegova svojstva. Čelik se vrlo često grije kako si se poboljšala njegova mehanička svojstva, uglavnom tvrdoća i čvrstoća. I nemetalni materijali, kao što su stakla i keramike, se izlažu raznim topotnim tretmanima čime im se mijenjaju svojstva. U zavisnosti od temperaturnog intervala grijanja, zatim brzine grijanja i hlađenja, topotni tretmani se uglavnom dijele na žarenje, kaljenje i popuštanje. Žarenje je grijanje na dovoljno visokoj temperaturi da bi materijal postigao stanje ravnoteže. Kaljenje je veoma brzo hlađenje i ovim procesom nastaju stakla tj. amorfni/neuređeni materijali. Popuštanjem (relaksacijom) metalnih materijala se često mogu mijenjati njihova svojstva. Grijanjem dolazi do premještanja atoma u strukturi što ima za posljedicu i promjenu u svojstvima. Na slici 6.1 je prikazano grijanje uzorka plamenikom.



Slika 6.1: Zagrijavanje uzorka plamenikom

² Hlađenjem čistog željeza na 1538 °C se stvara FCC kristalna struktura koja se zove i δ-Fe. Daljim hlađenjem se stvara ista struktura koja je postojana sve do 1392 °C kada nastaje γ-Fe sa FCC kristalnom rešetkom. Na temperaturama nižim od 911 °C nastaje α-Fe sa BCC kristalnom rešetkom. Austenizacija je općenito zagrijavanje u γ području.

Relaksaciju u metalnim staklima se pojednostavljeno može definisati kao prelazak atoma u povoljnija, odnosno niža energetska stanja. Ova pojava se događa spontano nakon dužeg vremena, ali se može i izazvati grijanjem uzorka na temperaturomu nižim od temperature staklastog prelaza. Prilikom relaksacije uvijek dolazi i do promjene nekih svojstava relaksiranog uzorka. Naprimjer, često se poboljšaju mehanička svojstva.



Slika 6.2: Termogram uzorka Ni₂₃Zr₇₇ i karakteristične temperature staklastog prelaza (T_g) i kristalizacije (T_c) (preuzeto iz: „Ispitivanje termodinamičkih svojstava binarnih NiZr i ternarnih CuHfTi metalnih stakala”, A. Salčinović Fetić, doktorska disertacija)

Na slici 6.2 je prikazan termogram za uzorak metalnog stakla Ni₂₃Zr₇₇ na kojem su označene temperature staklastog prelaza (T_g) i kristalizacije (T_c).

U literaturi je poznato da neki sistemi metalnih stakala nakon kratkog termičkog tretmana na temperaturama nižim od T_g postaju tvrđi.

Mjerenje

Zadatak 1: Vrlo brzo hlađenje čelika

Pribor:

- uzorak: žilet ili oštrica skalpela,
- plamenik,
- pinceta,
- čaša sa vodom,
- uređaj za mjerenje tvrdoće.

Postupak mjerenja:

- izmjeriti tvrdoću uzorka,
- uzorak pomoću pincete donijeti iznad plamenika i čekati dok se usije,
- nakon usijanja ga treba ubaciti u laboratorijsku čašu sa hladnom vodom,
- nakon hlađenja izmjeriti tvrdoću,
- ponovo uzorak grijati iznad plamenika i brzo ga ohladiti u čaši vode,
- ponovo izmjeriti tvrdoću,
- popuniti tabelu 6.1.

Tabela 6.1: Izvještaj za zadatak Vrlo brzo hlađenje čelika

Uslovi mjerenja H_v	Opažanje
$F = \dots ; t = \dots$	
H_v prije grijanja	
H_v nakon prvog grijanja	
H_v nakon drugog grijanja	
Da li je uzorak savitljiv kao prije opuštanja?	

Zadatak 2: Termička relaksacija metalnog stakla

Pribor:

- uzorak metalnog stakla dužine cca 4 cm,
- uređaj za mjerjenje tvrdoće,
- diferencijalni skenirajući kalorimetar,
- peć za žarenje.

Postupak mjerena:

- uzorak podijeliti na četiri jednakna dijela,
- napraviti diferencijalnu skenirajuću kalorimetrijsku analizu za brzinu grijanja od 10 K/min i identifikovati temperaturu staklastog prelaza (T_g) i temperaturu kristalizacije (T_c),
- drugi uzorak koristiti za mjerjenje mikrotvrdoće (Hv_1),
- treći uzorak termički tretirati u peći za žarenje pet minuta na temperaturi koja je 10 K niža od T_g ,
- nakon hlađenja izmjeriti mikrotvrdoću (Hv_2),
- četvrti uzorak termički tretirati u peći za žarenje pet minuta na temperaturi koja je 50 K viša od T_c ,
- nakon hlađenja izmjeriti mikrotvrdoću (Hv_3),
- diskutovati rezultate,
- popuniti tabelu 6.2.

Tabela 6.2: Izvještaj za zadatak Termička relaksacija metalnog stakla

$T_g =$	$T_c =$	$F =$	$t =$	Diskusija
Hv_1				
Hv_2				
Hv_3				

LABORATORIJSKA VJEŽBA 7:

Fazni dijagrami

Zadaci

1. Legura Pb-Bi-Sn
2. Legura Zn-Cu-Sn

Teorijski uvod i eksperiment

Čisti metali su obično takvih svojstava da se ne mogu koristiti bez prethodne obrade. Skoro uvijek se miješaju ili međusobno ili se dodaju nemetalii kako bi im se poboljšala svojstva u zavisnosti od toga u koje svrhe će se koristiti. Općenito, spoj dva hemijska elementa se zove hemijski spoj. Spoj u kojem je najmanje jedan element metal i pokazuje metalna svojstva se naziva legura.

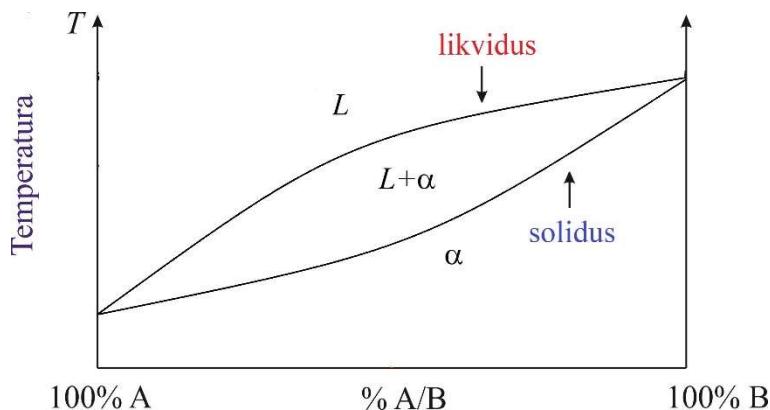
Ukoliko se čistom elementu A doda čisti element B i pri tome atomi B zamjene atome A u nekim čvorovima rešetke, onda se ova smjesa zove supstitucijska čvrsta otopina. Ukoliko se element B smjesti u intersticijske položaje u rešetki elementa A, onda nastaje intersticijska čvrsta otopina. Ukoliko se i element A može otopiti u matrici elementa B, onda su ovi elementi međusobno potpuno topivi. Ako su ispunjeni uslovi da postoji određeni afinitet za stvaranje nove strukture A_xB , onda se ovaj spoj zove intermedijatni spoj, a ako je jedan od elemenata metal, onda je to intermetalni spoj ili češće intermetalik.

Iz praktičnih razloga su uvedeni fazni dijagrami, kako bi bilo lakše odredilo koji spojevi mogu uopšte nastati miješanjem dva ili više elemenata. Ravnotežni fazni dijagrami prikazuju fazne promjene kod metala ili legura u ovisnosti od sastava, pritiska i najčešće temperature.

Fazni dijagrami elemenata koji su međusobno potpuno topivi u cijelom području koncentracija i na svim temperaturama, imaju oblik leće ili cigare i postoji samo jedna njihova faza. Osnovni uslov da bi elementi bili potpuno topivi su da oba elementa imaju približno istu veličinu atoma i da kristaliziraju u istu rešetku. To su izomorfni sistemi, a neki od primjera su: Ge-Si, Bi-Sb, Nb-W.

Na slici 7.1. je dat primjer faznog dijagrama sa međusobno potpuno topivim elementima A i B. Likvidus je linija iznad koje je tvar stabilna u tekućem stanju,

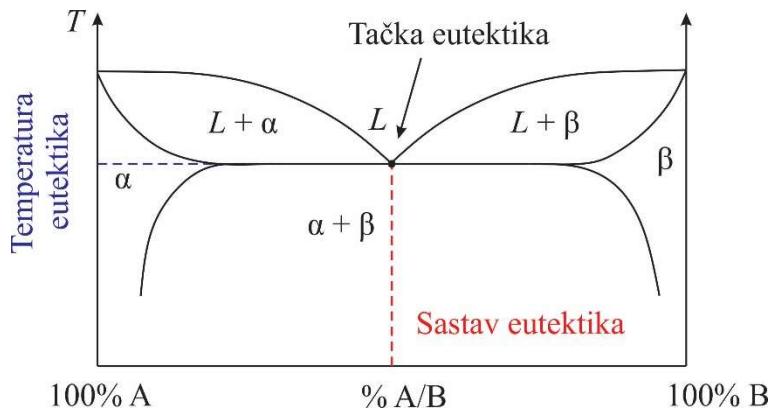
a solidus linija ispod koje je tvar stabilna u čvrstom stanju. Između likvidusa i solidusa je smjesa tečne i čvrste faze.



Slika 7.1: Primjer faznog dijagrama sa međusobno potpuno topivim elementima A i B

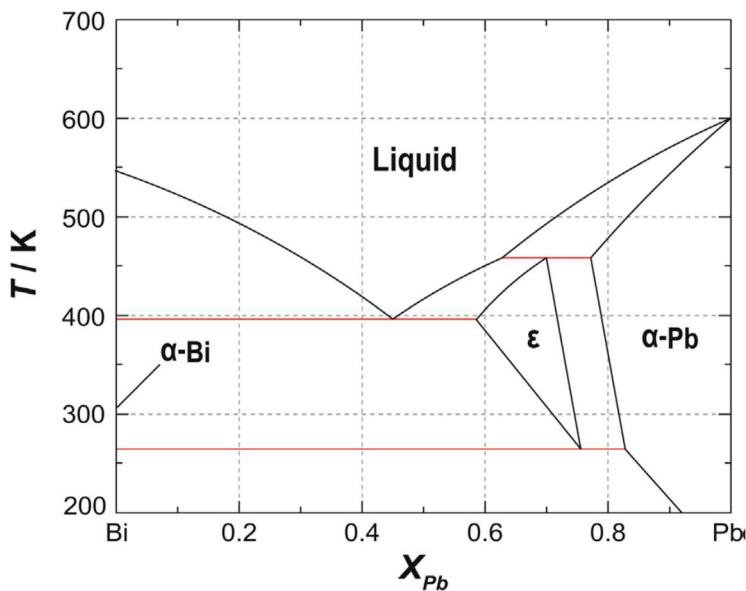
Ako su elementi djelimično međusobno topivi, onda su njihovi fazni dijagrami eutektički. Tačka eutektika je najniža temperatura topljenja legure i u njoj se taljevina pretvara u dvije čvrste faze.

Primjer eutektičkog faznog dijagrama je na slici 7.2.



Slika 7.2: Primjer eutektičkog faznog dijagrama

Za izvođenje eksperimenta je potreban fazni dijagram Bi-Pb (slika 7.3).



Slika 7.3: Fazni dijagram Bi-Pb (preuzeto iz: N. Odaira, T. Fujiwara, Y. Arita, Behavior of Lead-Bismuth eutectic (LBE) expansion caused by phase transition in response to heat treatment, Nuclear Engineering and Design, Volume 365, 2020, 110714,<https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2020.110714.>)

Prilikom proizvodnje, legure se tope u pećima za žarenje, koje su dobro izolovane i žarenje se odvija u sobnoj atmosferi. Peći se mogu programirati za različite načine grijanja. Ukoliko je legura koja se žari reaktivna, onda se koriste posebne vrste peći koje rade u vakuumu ili atmosferi inertnog gasa (npr. argona, azota, helija).



Slika 7.4: Peć za žarenje i pribor za rad

Na slici 7.4 je prikazana programabilna peć za žarenje, model MF 207, čija je zapremina komore 7 litara i najveća dopuštena temperatura $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ koja se može održavati 60 minuta. Za grijanje i topljenje legura se koriste posebne keramičke i grafitne posude koje su stabilne do visokih temperatura. Grafitna posuda za topljenje može izdržati temperature do $2000\text{ }^{\circ}\text{C}$. Potrebno je koristiti i nosač/kliješta. Set za peć za žarenje je na slici 7.4 i sadrži grafitni kalup, kermičku posudu, grafitni štapić i kliješta.

Mjerenje

Zadatak 1: Legura Pb-Bi-Sn

Pribor:

- 2,5 g olova,
- 2,5 g kalaja,
- 5,0 g bizmuta,
- kermička posuda za žarenje,
- peć za žarenje,
- diferencijalni skenirajući kalorimetar,
- pribor za peć za žarenje,
- vaga.

Postupak mjerenja:

- 2,5 g olova staviti u epruvetu/čašu i Brenerovim grijačem zagrijati do topljenja, ili staviti u peć za žarenje na temperature od $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ pet minuta,
- rastopu dodati 5,0 g bizmuta i čekati dok se smjesa ne homogenizira,
- iz faznog dijagrama očitati na kojoj temperaturi treba žariti tu smjesu (cca $150\text{ }^{\circ}\text{C}$),
- smjesu žariti deset minuta i nakon toga hladiti do sobne temperature,
- toj smjesi dodati 2,5 g kalaja i opet žariti do $150\text{ }^{\circ}\text{C}$,
- nakon toga za dobijenu leguru odrediti temperaturu topljenja. Postoje dva načina: ili snimiti DSC krivu iz koje se fazni prelaz topljenja registruje kao oštra endotermna reakcija ili leguru staviti u čašu ključale vode i uočiti da li se legura topi. Popuniti tabelu 7.1.

Tabela 7.1: Izvještaj za zadatak Legura Pb-Bi-Sn

Temperatura topljenja olova (°C)	
Temperatura topljenja bizmuta (°C)	
Temperatura topljenja kalaja (°C)	
Temperatura topljenja legura Pb-Bi (°C)	
Temperatura topljenja legura Pb-Bi-Sn (°C)	
Zapažanje	

Zadatak 2: Legura Zn-Cu-Sn

Pribor:

- pločica bakra,
- pločica cinka,
- 4 g cinka,
- 15 g bakra u prahu,
- 3 g granula kalaja,
- dvije kermičke posude za žarenje,
- peć za žarenje,
- uređaj za mjerenje mikrotvrdoće,
- pribor za peć za žarenje,
- vaga.

Postupak mjerena:

- izmjeriti tvrdoću bakra i cinka koji su u obliku pločica,
- u jednu porculansku zdjelicu staviti 4 g cinka i 6 g bakra tako da prah bakra potpuno prekrije granule cinka,
- u drugu porculansku posudicu izvagati 2-3 g granula kalaja i prekriti sa prahom od bakra,
- obje keramičke posude se stavljuju u peć i žare na 1000 °C između 10 i 15 minuta,
- izvaditi posudice i pustiti da se hладе do sobne temperature,
- u prvoj posudi treba nastati žuta legura prekrivena slojem bakaranog oksida,
- u drugoj posudi treba nastati bronca, prekrivena bakarnim oksidom,
- izmjeriti mikrotvrdoću nastalih materijala,
- popuniti tabelu 7.2.

Tabela 7.2: Izvještaj za zadatak Legura Zn-Cu-Sn

Sila utiskivanja _____	Vrijeme utiskivanja: _____
Mikrotvrdoća bakra (H_V)	
Mikrotvrdoća zinka (H_V)	
Mikrotvrdoća kalaja (H_V)	
Mikrotvrdoća legure u prvoj keramičkoj posudi (Zn-Cu)	
Mikrotvrdoća legure u drugoj keramičkoj posudi (Sn-Cu)	
Zapažanje	

LABORATORIJSKA VJEŽBA 8:

Termoparovi

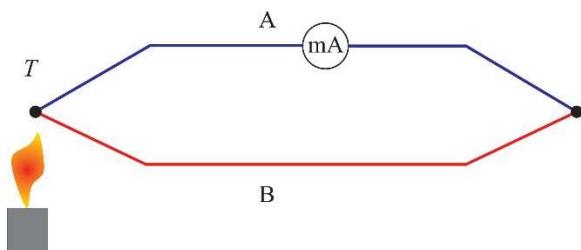
Zadatak:

1. Izmjeriti temperaturu termoparam, živinim termometrom i digitalnim termometrom

Teorijski uvod i eksperiment

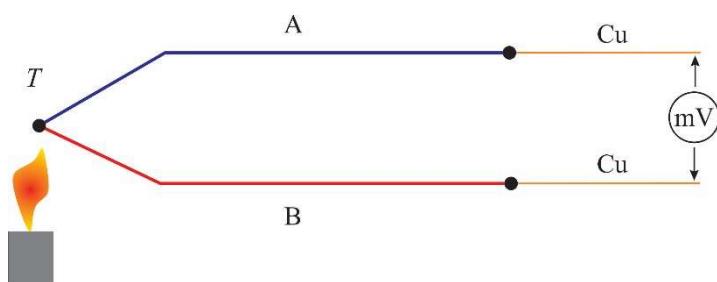
Temperatura je jedna od sedam osnovnih fizikalnih veličina. Najjednostavnije se definiše kao mjera zagrijanosti čvrstih tijela, tečnosti i gasova, a fundamentalno predstavlja mjeru za srednju brzinu kretanja čestica u njima. Mnoga fizikalna svojstva se mijenjaju sa temperaturom pa se tokom eksperimentalnih mjerena vrlo često mjeri, a u industriji je to najčešće mjerena veličina. Postoji više načina mjerena temperature – korištenjem termometara na bazi tečnosti (živa ili alkohol), gasnih termometara, optičkih pirometara, ali najvažnije mjesto zauzima mjerjenje temperature koristeći termoparove.

Fizikalna osnova termopraova je Seebeckov efekat. Thomas Johann Seebeck je spojio dva metalna provodnika u zatvoreno električno kolo, ali su njihovi spojevi slučajno bili na različitim temperaturama. U blizini se nalazio kompas čija se igla zakrenula iz čega je zaključio da je u kolu potekla električna struja i stvorila magnetno polje u svojoj blizini te pomjerila magnetnu iglu. Ova pojava je poznata kao Seebeckov efekat koji govori da ukoliko u električno kolo spojimo dva različita metala/metalne legure, ali njihova spojista budu na različitim temperaturama, javiće se mala elektromotorna sila (EMS) koje se naziva termoelektromska sila (TEMS) i ona će uzrokovati tok struje. TEMS je ustvari potencijal koji nastaje zbog razdvajanja naboja u provodniku. Shematski prikaz Seebeckovog efekta je dat na slici 8.1.



Slika 8.1: Shematski prikaz Seebeckovog efekta

Termopar bi bio spoj dva različita metala/metalne legure čiji se jedan spoj ili grije ili hlađi, a drugi održava na stalnoj temperaturi. U ovom kolu se osjetljivim instrumentom mjeri razlika potencijala koja je funkcija temperature (slika 8.2). Spojište se može stvoriti i lemljenjem metala/metalnih legura, ali ovo nije preporučljivo za termoparove koji mjeru temperature veće od 100 °C pošto legura za lemljenje ima nisku temperature topljenja (između 100 i 150 °C). Poželjno je metale variti u inertnoj atmosferi bez prisustva kisika.



Slika 8.2: Shematski prikaz električnog kola u kojem se direktno mjeri TEMS

U praksi, umjesto spajanja multimetra u kolo i stvaranja neželjenog spojišta, konstruiše se kompenzator hladnog spojišta.

Iako se teoretski u termoparu mogu koristiti bilo koja dva metala/metalne legure, poželjno je koristiti materijale sa većim koeficijentom električne otpornosti i što je moguće manjim koeficijentom temperaturne ovisnosti otpornosti. U praksi postoje standardni parovi kod kojih je funkcionalna zavisnost promjene TEMS sa temperaturom poznata i dovoljno velika za to temperaturno područje da bi TEMS uopšte bila mjerljiva. Također, za mjerjenje većih temperatura je potrebno imati provodnike većeg poprečnog presjeka. U tabeli 8.1. su dati standardni parovi koji se koriste kao termoparovi.

Tabela 8.1: Standradni termoparovi

Oznaka/tip	Termopar	Temperaturno područje
J	željezo-konstantan	-200 °C – 1200 °C
K	chromel-alumel	270 °C – 1372 °C
T	bakar-konstantan	270 °C – 400 °C
E	chromel-konstantan	270 °C – 1000 °C
R	platina 13 % rodij – platina	50 °C – 1768 °C
S	platina 10 % rodij – platina	50 °C – 1768 °C

Alumel, chromel i konstantan su metalne legure koje su komercijalno patentirane i osmišljene su namjenski za korištenje u termoparovima.

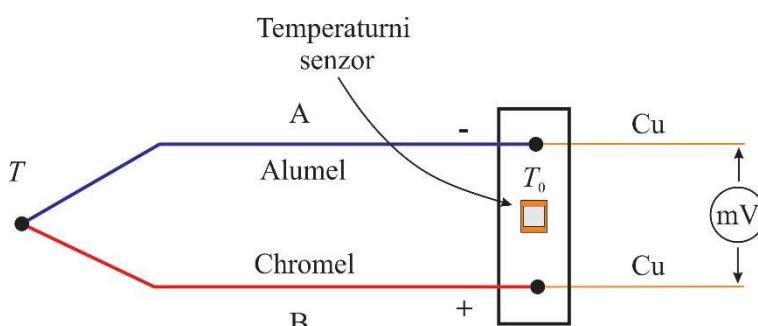
Alumel je legura koja se sastoji od 95 % nikla, 2 % aluminija, 2 % mangana i 1 % silicija. Ima temperaturu topljenja na $1399\text{ }^{\circ}\text{C}$. Koeficijent električne otpornosti je $0,294 \cdot 10^{-6}\text{ }\Omega\text{m}$. Chromel je legura koja se sastoji od 90 % nikla i 10 % hroma. Ima temperaturu topljenja na $1427\text{ }^{\circ}\text{C}$. Koeficijent električne otpornosti je $0,706 \cdot 10^{-6}\text{ }\Omega\text{m}$.

Konstantan je legura koja se sastoji od 55 % bakra i 45 % nikla. Ima koeficijent električne otpornosti od $4,9 \cdot 10^{-7}\text{ }\Omega\text{m}$, dok je temperaturni koeficijent otpornosti mali, pa se njegov otpor praktično ne mijenja sa temperaturom. Temperatura topljenja je $1210\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Za veoma male temperature se koriste posebni termoparovi u obliku tankih filmova kao što je npr. CERNOX (keramika).

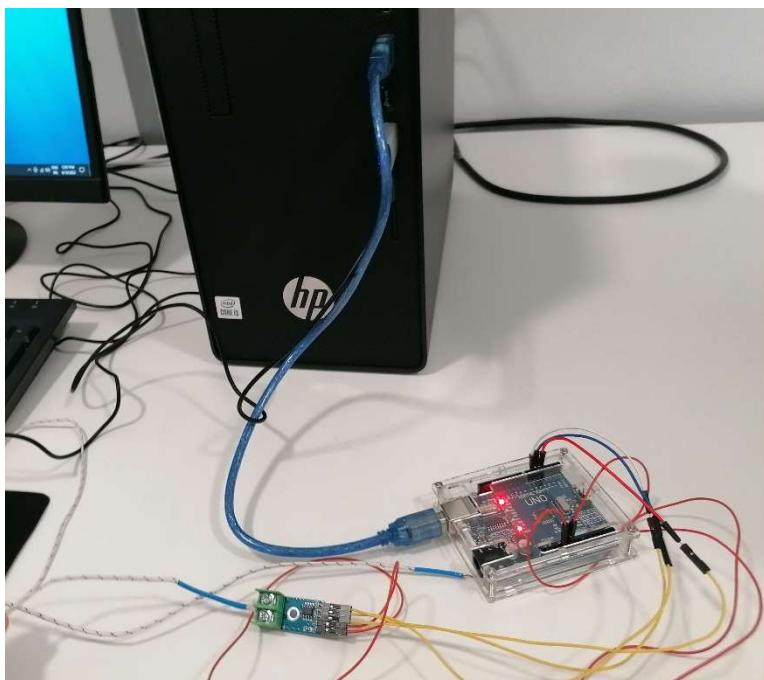
Kako jedno spojište termopara uvijek treba držati na konstantnoj temperaturi, često se za to koristi smjesa vode i leda u odgovarajućoj posudi sa dobrom termičkom izolacijom zato što su uglavnom tablični podaci za različite termoparove dati za hladno spojište od $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. Međutim, ovo je nepraktično kod preciznih i dugotrajnih mjerena pa se onda vrlo često koristi tzv. kompenzatorski spoj. Kompenzatorski spoj podrazumjeva mjerjenje temperature referentnog spojišta preciznim termistorom (silicijskom diodom) koji je povezan sa mjernim instrumentom u izotermalnom bloku. Signali iz termistora i termopara se povezuju i time se kompenzira promjena temperature referentnog spojišta, a sve se proračunava softverski.

Na slici 8.3. je dat shematski prikaz tzv. kompenzatorskog spoja.



Slika 8.3: Kompenzatorski spoj

U ovoj vježbi će se koristiti termopar alumel-chromel sa kompenzatorskim spojem MAX 6675 koji je preko mikrokontrolera Arduino povezan sa računarom i koristi odgovarajući softver za direktno očitavanje temperature (slika 8.4.).



Slika 8.4: Kompenzatorski spoj koji se koristi za vježbu

Prije pretvaranja termoelektromotorne sile u odgovarajuću temperaturu, vrši se mjerjenje temperature referentnog spojišta T_0 tj. kontinuirano se mjeri temperatura spojišta preko silicijske diode koja se nalazi na MAX6675 kompenzatoru tako da Arduino očitava napon na silicijskoj diodi i taj napon pretvara u temperatu T_0 . Za korišteni K-termopar napon se mijenja za $41 \cdot 10^{-6} \text{V}/^\circ\text{C}$. Izlazni napon U na termoparu je povezan sa temperaturom T preko relacije:

$$U = 41 \frac{10^{-6} \text{V}}{^\circ\text{C}} \cdot (T - T_0). \quad (8.1)$$

Nominalna preciznost kompenzatora MAX6675 je $0,25 \text{ } ^\circ\text{C}$, a može se koristiti za mjerena u temperturnom intervalu od 0°C do $1023,75 \text{ } ^\circ\text{C}$.

Mjerenje

Zadatak 1: Izmjeriti temperaturu termoparom, živinim termometrom i digitalnim termometrom

Pribor:

- termopar alumel-chromel,
- kompenzator MAX6675,
- mikrokontroler Arduino,
- računar,
- živin termometar,
- digitalni termometar.

Postupak mjerenja:

- temperaturu prostorije izmjeriti živinim i digitalnim termometrom,
- spojiti kompenzator sa termoparom i mikrokontrolerom Arduino,
- Arduino povezati sa računarcem pomoću USB kabla,
- pokrenuti program Arduino IDE,
- pošto je program za mjerenje temperature već podešen za korišteni K-termopar, potrebno je samo pokrenuti prenos podataka sa Arduina preko opcije Serial monitor i temperatura će se automatski početi ispisivati u program,
- program je podešen da se temperatura ispisuje svake sekunde,
- očitati temperaturu svakih deset sekundi,
- napraviti deset mjerenja,
- popuniti tabelu 8.2.

Tabela 8.2: Izvještaj za vježbu Termoparovi

Termopar	Živin termometar	Digitalni termometar
t (°C)	t (°C)	t (°C)
Opažanja: Koje su prednosti, a koji nedostaci mjerjenja temperature termoparom?		

Mjere opreza u radu sa hemikalijama u laboratoriji

- Prostoriju je poželjno uvijek provjetriti prije i poslije rada, a posebno ako se radi sa hemikalijama.
- Pažljivo raditi sa hemikalijama. Za sipanje uvijek koristiti lijevak.
- Kiselinu uvijek sipati u vodu, a nikada obrnuto.
- Ne udisati pare koje eventualno nastaju.
- Hemikalije koje nisu iskorištene ne vraćati u boce.
- Nositi zaštitnu odjeću, a poželjno i zaštite naočale.
- Vrlo važno je odmah nakon upotrebe bocu dobro zavrnuti.
- Pri sipanju i grijanju hemikalija nikada se ne naginjati iznad njih.
- Hemikalije koristiti racionalno.
- U slučaju opeketine kiselinom, odmah povrijeđeno mjesto isprati vodom. Ako je kiselina H_2SO_4 , onda se opekotina prvo osuši pa onda ispire hladnom vodom.
- Na kraju rada ruke dobro oprati.

Fizikalne konstante za neke metale

	Atomski broj	Relativna atomska masa	Gustoća (g/cm ³)	Temperatura topljenja (°C)	Toplotni kapacitet (J/Kg)	Toplotna vodljivost (W/mK)	Električna otpornost (10 ⁻⁶ Wm)	Tvrdoća po Vickersu (MPa)
Aluminij (Al)	13	26,981	2,6989	660,37	0,9	237	0,0267	167
Hrom (Cr)	24	51,996	7,19	1857	0,449	93,7	0,1265	1060
Mangan Mn)	25	54,938	7,44	1244	0,48	7,82	1,6129	500
Željezo (Fe)	26	55,847	7,874	1535	0,449	80,2	0,101	608
Nikl (Ni)	28	58,69	8,908	1455	0,444	90,7	0,0714	638
Bakar (Cu)	29	63,546	8,96	1084,5	0,385	401	0,0169	369
Cink (Zn)	30	65,39	7,14	419,58	0,388	116	0,0596	32/30
Srebro (Ag)	47	107,868	10,49	961,93	0,232	429	0,0152	251
Kalaj (Sn)	50	118,71	7,29	231,97	0,228	66,6	0,126	
Wolfram (W)	74	183,85	19,3	3387	0,13	174	0,0536	3430
Platina (Pt)	78	195,08	21,45	1772	0,13	71,6	0,106	549
Zlato (Au)	79	196,966	19,32	1064,43	0,128	317	0,022	216
Olovo (Pb)	82	207,2	11,35	323,5	0,129	35,3	0,206	5

Literatura

- T. Mihać, Praktikum iz fizike metala, Univerzitetska knjiga Sarajevo, 2001.
- F. L. Laque, H. R. Copson, Otpornost metala i legura na koroziju, Naučna knjiga Beograd, 1975.
- N. Bolf, Mjerenje temperature termoparovima, Kem. Ind. 69 (7-8) (2020) 451–454
- Cold-Junction-Compensated K-Thermocouple-to-Digital Converter (0 °C to 1024 °C), www.maximintegrated.com
- https://pt.kle.cz/en_US/index.html (pristupljeno 20. juna 2023.)
- www.phywe.com (pristupljeno 20. juna 2023.)
- A. Salčinović Fetić, „Ispitivanje termodinamičkih svojstava binarnih NiZr i ternarnih CuHfTi metalnih stakala”, doktorska disertacija, Prirodoslovno-matematički fakultet Sveučilišta u Zagrebu, 2020. link: <https://dr.nsk.hr/islandora/object/pmf:8225>