

SVEUČILIŠTE U SPLITU
FAKULTET ELEKTROTEHNIKE, STROJARSTVA I
BRODOGRADNJE

POSLIJEDIPLOMSKI DOKTORSKI STUDIJ
STROJARSTVA

KVALIFIKACIJSKI DOKTORSKI ISPIT

**UTJECAJ PARAMETARA PROIZVODNJE I
TOPLINSKE OBRADE NA MEHANIČKA
SVOJSTVA PJENA NA BAZI ALUMINIJA**

Karla Grgić

Split, lipanj 2024.

SADRŽAJ

1. UVOD.....	4
2. PODJELA PJENA	5
2.1. Podjela prema materijalu od kojeg su izrađene.....	5
2.2. Podjela prema vrsti ćelija	5
3. PRIMJENA PJENA.....	7
4. METODE PROIZVODNJE METALNIH PJENA	9
4.1. Metoda puhanja agensom za pjenjenje.....	9
4.2. Metoda upuhivanja plina u talinu.....	11
4.3. Metoda pjenjenja s dodatkom agensa u rastaljeni materijal.....	12
4.4. Metoda ubrizgavanja metalne taline u kalup polimerne pjene ili voska	13
4.5. Metoda kemijskog taloženja metala iz parne faze na kalupu izrađenom od polimerne pjene	14
4.6. Metoda vrućeg izostatičkog prešanja nakon kojeg nastupa plin ekspandira.....	15
4.7. Metoda taloženja na polimerne kugle iz parne faze	17
4.8. Metoda u kojoj se, nakon sabijanja dvaju pomiješanih materijala, jedan otapa	18
4.9. Metoda eutektičkog povezivanja plina i metalne legure	19
4.10. Usporedba metoda.....	19
5. SVOJSTVA PJENA.....	21
5.1. Fizikalna svojstva	22
5.1.1. Gustoća	22
5.1.2. Anizotropija	23
5.1.3. Veličina pora	25
5.1.4. Toplinska i električna vodljivost.....	26
5.2. Mehanička svojstva	27
5.2.1. Tlačna svojstva	27
5.2.2. Apsorpcija energije	36

5.3. Usporedba svojstava pjena napravljenih različitim metodama	40
6. AGENSI ZA PJENJENJE.....	42
6.1. Agensi za otvorene čelije.....	42
6.2. Agensi za zatvorene čelije	42
6.2.1. Titanijev hidrid	43
6.2.2. Kalcijev karbonat.....	44
6.2.3. Dolomit MgCa(CO ₃) ₂	50
6.2.4. Usporedba agenasa	52
6.2.5. Predtretman agensa za pjenjenje.....	61
7. STABILIZATORI I LEGIRNI ELEMENTI.....	63
7.1. Stabilizatori	63
7.2. Oksidi	70
7.3. Legirni elementi	71
8. TOPLINSKA OBRADA.....	73
9. METODE OPTIMIZACIJE PJENE	79
10. PJENE OD ODVOJENIH ČESTICA.....	83
10.1. Otvorene čelije	84
10.2. Zatvorene čelije	84
ZAKLJUČAK	88
LITERATURA	89
SAŽETAK.....	102
POPIS OZNAKA I KRATICA	103

1. UVOD

Pjene postaju sve traženiji materijal zbog optimalne kombinacije njihovih svojstava [1] [2]. Posjeduju dobru optimizaciju između ekološkog aspekta, cijene i lagane strukture [3]. Nastale su imitacijom prirodnih oblika kao što su kost, spužva, koralj i ostali [1]. Mogu imati izgled saća ili poliedarski trodimenzionalni oblik [3]. Najveća prednost ovih materijala je niža gustoća u odnosu na bazni materijal od kojeg su dobivene [4], [5]. Otpriklike 75 % do 95 % pjene sačinjava prazni prostor, tj. pore [6]. Mogu se izrađivati od čistih metala kao što su aluminij, nikal, bakar i titanij ili od njihovih legura, kao i od čelika [5]. U novije pjene se izrađuju od polimernih materijala [1].

Postoji više načina izrade metalnih pjena. Jedni od njih su: upuhivanje plina u talinu, dodavanje agensa u rastaljeni materijal, pjenjenje sabijenih agensa i baznog materijala, izrada pjena prema kalupu od voska ili polimera, sabijanjem dvaju materijala od kojih je jedan topiv i ostali. Karakteriziraju se prema izgledu ćelija, pa tako mogu biti s otvorenim ili zatvorenim ćelijama. Isto tako mogu biti uspoređivane prema relativnoj gustoći, anizotropiji, veličini i obliku čestica [7], [8]. Svi ovi načini dijele se u dvije metode, jedna je direktno pjenjenje što uključuje direktni unos plina u talinu, dok je drugi način pomoću agensa za pjenjenje što uključuje indirektno pjenjenje [9].

Pjene imaju sličnu toplinsku ekspanziju kao i bazna legura od koje su napravljene, a smanjenu toplinsku provodljivost zbog porozne strukture. Mogu se reciklirati u svoju baznu leguru. Prednost pjena je visoka apsorpcija energije zbog koje se često upotrebljavaju u transportnoj i automobilskoj industriji [10]. Aluminijeve pjene imaju visoku otpornost na toplinu i postojane su na povišenim temperaturama [6], [11]. Koriste se i kao „sendvič“ strukture pri čemu se, s manjom masom, postiže dobra čvrstoća i krutost [12]. Mogu biti primjenjive za redukciju zvuka. Isto tako primjenu nalaze i u brodogradnji, svemirskoj industriji, kao i u građevinskoj industriji [9]. Pjene od titanija i magnezija koriste se u medicinske svrhe kao nadomjestak kosti ili za uporabu u dentalnoj medicini [9].

Veliki problem kod izrade pjena je ponovljivost i reproduktivnost. Potrebno je reducirati trošak, ali da ne bude velika redukcija mehaničkih svojstava. Pritom se velika pažnja posvećuje stabilizatorima koji se dodaju te agensima za pjenjenje [12]. Kao najčešći agens koristi se titanijev hidrid, dok su najčešći stabilizatori aluminijev oksid, silicijev karbid i kalcij.

2. PODJELA PJENA

2.1. Podjela prema materijalu od kojeg su izrađene

Metalne se pjene sve više koriste zbog većeg opterećenja koje mogu podnijeti u odnosu na polimerne pjene [3]. Za izdržavanje većih sila, polimeri nisu dovoljno kruti, a keramičke pjene su krhke. Time metalne pjene predstavljaju optimum za slučajevе većih opterećenja [13]. Čvršće su i stabilnije na povišenim temperaturama [13]. Najčešće korišteni materijali za izradu pjena su aluminij, željezo, nikal i titanij te njihove legure [1].

Aluminijeve pjene imaju prednost nad polimernima zbog bolje apsorpcije energije, kao i veće mogućnosti oblikovanja te mogućnosti zavarivanja [5]. Nisu zapaljive i, kao jedna od najvećih prednosti je činjenica da, nisu štetne za okoliš [14].

Čelične pjene bolje apsorbiraju energiju, ali zbog visokog tališta čelika, lakša je izrada aluminijskih pjena jer je njihovo talište dosta niže [5].

Titanijeve pjene koriste se kao implantati u dentalnoj medicini, kao i magnezijeve koje se mogu koristiti u medicinske svrhe. Takve vrste pjena nisu štetne za ljudski organizam i mogu poslužiti kao nadomjestak kostiju. Zbog svoje šuplje strukture, pjene se mogu izgledom pora i masom usporediti s ljudskom kosti [15]. Isto tako se legure kroma i kobalta koriste za slične svrhe [16].

Polimerne pjene su fleksibilne, ali imaju nedostatak što se ne mogu koristiti na višim temperaturama. Neke od njih mogu ispuštati toksične plinove, manja im je mogućnost recikliranja ili je taj proces skup, dok negorive metalne pjene nisu otrovne i lakše se i jeftinije recikliraju [17].

Keramičke pjene imaju dobru otpornost na toplinu, dobru čvrstoću i dobro podnose rad u težim uvjetima, ali su dosta krhke za razliku od metalnih [17].

2.2. Podjela prema vrsti ćelija

Pjene se, po građi, mogu podijeliti na one s otvorenim i zatvorenim ćelijama [4]. Otvorene ćelije imaju povezane pore, dok su, kod zatvorenih ćelija, pore razdvojene zidovima [18][19]. Prva vrsta nastaje na način da se materijal, koji se koristi kao čuvar prostora (engl. *space holder*), rastali, izlijje ili toplinski razgradi [4]. Omogućuju fluidu da se neometano kreće i omogućuju toplinski prijenos, dok zatvorene ćelije imaju bolju apsorpciju energije [18].

Pjene sa zatvorenim ćelijama nastaju pomoću agensa za pjenjenje metodama istiskivanja u topлом i hladnom stanju, ekstruzije ili ostalih metoda [20]. Za pjenjenje zatvorenih ćelija koriste se hidridi, karbonati i bikarbonati [12]. Zatvorene ćelije imaju manju apsorpciju vlage i veću dimenzijsku stabilnost. Ako su otvorene ćelije napunjene zrakom, služit će kao dobar izolator, a ako su vodom, smanjit će se izolacijsko svojstvo [21].

3. PRIMJENA PJENA

Pjene se primjenjuju kao materijali za zaštitu od požara, a zbog dobrih izolacijskih svojstava koriste se kao toplinski izolatori u građevinarstvu [6]. Koriste se za apsorpciju energije, a nalaze se i u „sendvič konstrukcijama“ kao ispuna i u dijelovima koji služe za sprječavanje udarnih oštećenja [5]. One imaju najveću primjenu u transportnoj industriji zbog visoke otpornosti na udarce što sprječava rasipanje energije. Iz tog razloga pjene mogu apsorbirati više energije od krutog materijala, npr. aluminija i njegovih legura [22], [23]. Na taj način smanjuje se šteta transportnog sredstva i povećava sigurnost putnika [24]. Koriste se kao dodatno ojačanje sa unutarnje strane branika, a primjenu nalaze i kao ojačanja gornjeg dijela karoserije i okvira vrata [25]. Mogu poslužiti i kao poklopci prtljažnika, motora i klizni automobilski krov [26]. Ukoliko bi se takva ojačanja, koja služe za povećanje sigurnosti putnika, izrađivala od punog materijala, vozilo bi bilo dosta teže. Na taj način bi se proturječilo zahtjevima za povećanjem efikasnosti i smanjenjem potrošnje goriva. Zbog toga su pjene izvrstan izbor za takve primjene jer imaju manju masu, a visoku apsorpciju energije čime postignuto je zahtijevano povećanje sigurnosti u prometu, ali i u još nekim industrijama [27] [9]. Također je bitno naglasiti kako se, u današnje vrijeme, sve više teži smanjenju mase prijevoznih sredstava. Time se omogućuju veće brzine koje mogu dovesti do povećanja opasnosti od nesreća, kao i povećanja štete. S obzirom na mogućnost apsorpcije energije pjena, one daju balans između manje mase i smanjenja štete ukoliko do sudara dođe [10]. Na ovaj način bi se kod automobila smanjila težina, a uvelike ojačala apsorpcija energije i uz to smanjila težila samog vozila [3]. Aluminijске pjene mogu podnijeti 60 do 70 % deformacije pod gotovo jednakim naprezanjem i ima mogućnost velike apsorpcije udarne energije [28], [29].

Pjene mogu poslužiti i kao biomedicinski implantati. Materijali koji se inače dodaju kao imitacija kostiju ili u neke druge medicinske svrhe, dodatno se poboljšavaju na način da se od njih izrađuju pjene s manjom masom [30].

Metalne pjene nisu dovoljno raširene, unatoč potencijalu koji imaju s obzirom na svojstva. Glavni razlozi su loš marketing i visoke cijene zbog korištenja skupih dodataka i metalnih prahova koji nisu isplativi [31]. Osim u automobilskoj, primjenu nalaze u svemirskoj i građevinskoj industriji [27], [32]. Najčešći komercijalni materijali su legure aluminija, nikla, magnezija, olova, titanija, željeza, bakra pa čak i zlata. Jedne od poznatijih komercijalnih izvedbi su pjene tvrtke Cymat Aluminum Corporation iz Kanade. Ona je jedna od vodećih proizvođača pjena dobivenih upuhivanjem plina. Kao stabilizatori za tu vrstu koriste se silicijev karbid, magnezijev i aluminijev oksid. Proizvodnja se kreće na 900 kg/h, a paneli koji se

dobivaju širine su 1 metra [10]. Sendvič strukture koriste se u izradi dijelova broda zbog svoje antikorozivnosti, u ovisnosti o materijalu, kao i niže mase [10]. Primjenjuju se u industriji papira kao valjci za papir [10].

Pjene s otvorenim čelijama koriste se kao izmjenjivači topline, elektrode za baterije i filteri. Određene vrste mogu se koristiti u medicinske svrhe, a primjenu nalaze i kao pročišćivači vode [1], [33]. Isto tako pjene s otvorenim čelijama mogu poslužiti za kontrolu protoka tekućine i za zvučnu izolaciju [6], [33].

Pjene sa zatvorenim čelijama postavljaju se u dijelove strojeva, kućišta uređaja i na mjestima gdje je potrebna zaštita osjetljivih dijelova [34], [35].

Paneli napravljeni od pjena imaju nisku toplinsku vodljivost, otpornost na vlagu i UV zračenje. Mogu se potpuno reciklirati i nisu štetni za okoliš. Imaju primjenu u arhitekturi i industriji namještaja [25].

Polimerne se pjene koriste u svakodnevnom životu pa ih tako nalazimo u industriji hrane, skladištenju i prijevozu hrane. Primjenu nalaze i kao polimerni beton koji je zamjena za klasični [31]. Koriste se kao ojačanja na krovu i okviru vrata [25].

Aluminij ima dobru savitljivost, mali omjer mase po volumenu, dobru koroziju otpornost, dobru toplinsku i električnu provodljivost i laku obradivost. Time je poželjan materijal za izradu pjena, posebice u industrijama koje teže niskoj masi uređaja [6]. Aluminijeve odvojene čestice imaju mogućnost ponovne reciklaže zbog otpornosti na koroziju i zahtijevaju samo 5 % energije za proizvodnju u odnosu na primarnu proizvodnju aluminija [11]. Aluminijeve pjene izrađene u Bratislavi IMMM SAS ugrađene se u dijelove Ferari Modena 360 i Audi Q7. Poznavanje svojstava pjena na različitim temperaturama važno je zbog njihove primjene na visokim temperaturama, primjerice u zgradama gdje je bitna zaštita od požara ili u transportnim industrijama gdje je takva temperatura učestala [36].

Problem kod materijala u obliku pjene je postizanje homogene strukture i ponovljivosti. Takav proces izrade treba se sagledati u teorijskom i praktičnom smislu [3]. Teška je garancija, posebice u širokoj primjeni da će dvije pjene, napravljene na identičan način, imati jednaka svojstva apsorpcije, kao i jednaku mikrostrukturu i izgled [3]. Ono što predstavlja najveći problem je balans između visokog troška proizvodnje i tehnološkog napretka [37].

4. METODE PROIZVODNJE METALNIH PJENA

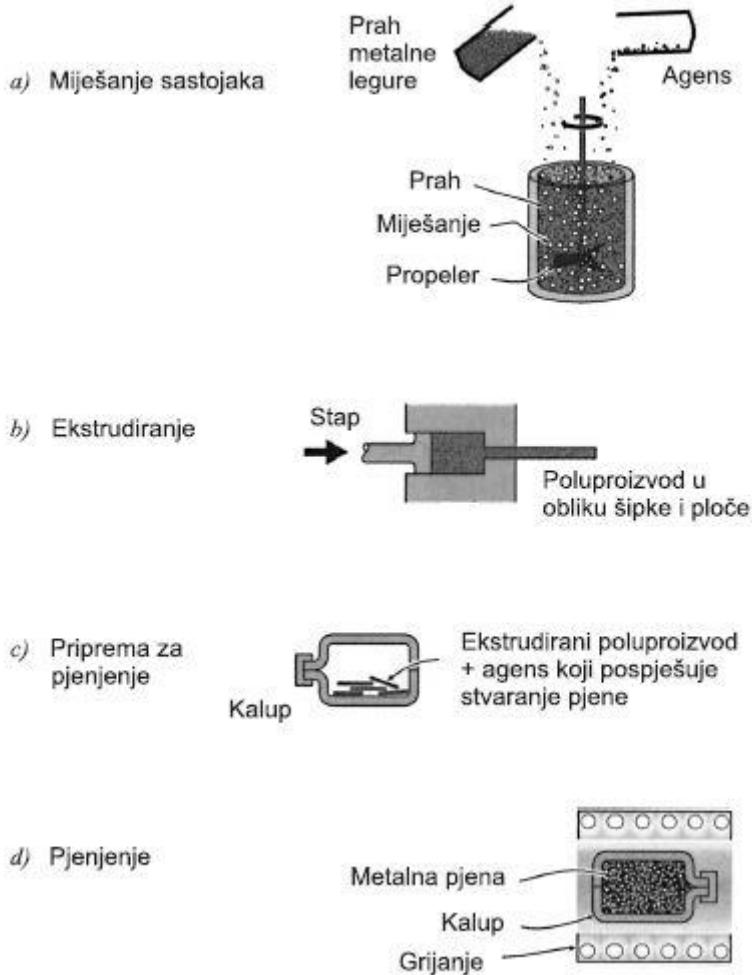
S obzirom na zahtjeve raznoraznih industrija, razvijeno je više metoda proizvodnje pjena. One se razlikuju i prema vrsti čelija koje mogu biti otvorene i zatvorene. Dijele se na:

- metodu pjenjenja s prethodnom ekstruzijom ili sabijanjem pomiješanih agensa za pjenjenje i baznog materijala (*engl. powder method*),
- metodu upuhivanja plina u talinu,
- metodu puhanja s dodatkom agensa u rastaljeni materijal,
- metodu ubrizgavanja metalne taline u kalup polimerne pjene ili voska,
- metodu kemijskog taloženja metala iz parne faze na kalupu izrađenom od polimerne pjene,
- metodu vrućeg izostatičkog prešanja nakon kojeg plin ekspandira,
- metodu taloženja na polimerne kugle iz parne faze,
- metodu u kojoj se, nakon sabijanja dvaju pomiješanih materijala, jedan od njih otapa,
- metodu eutektičkog povezivanja plina i metalne legure [38], [9], [7] .

4.1. Metoda puhanja agensom za pjenjenje

Metoda se sastoji iz više koraka i konačna pjena ima zatvorene čelije.

- a) Prvi korak je povezivanje baznog materijala i agensa za pjenjenje. Agens je spoj koji se povišenjem temperature razlaže jednim dijelom na plin koji omogućuje ekspanziju baznog materijala, slika 4.1 a). U ovom se dijelu može dodati i stabilizator koji omogućuje bolje pjenjenje.
- b) Drugi dio procesa je sabijanje, valjanje ili ekstruzija mješavine u hladnom stanju. Za postizanje veće kompaktnosti, nastavlja se sabijanjem ili ekstruzijom u topлом stanju, slika 4.1 b).
- c) Prema temperaturi razlaganja agensa, zagrije se grijач ili peć u koje se ubaci uzorak, slika 4.1 c). Najpoznatiji i najčešće korišteni agens naziva se titanijev hidrid.
- d) Nakon zadržavanja uzorka u peći, razlaganjem se ispušta plin i materijal poprima oblik pjene, slika 4.1 d). Hlađenje je najbolje izvoditi na zraku kako ne bi došlo do deformacija tankih zidova materijala [38].



Slika 4.1. Proces nastanka pjene pomoću agensa za pjenjenje: Miješanje sastojaka, b)

Ekstrudiranje, c) Priprema za pjenjenje, d) Pjenjenje [38]

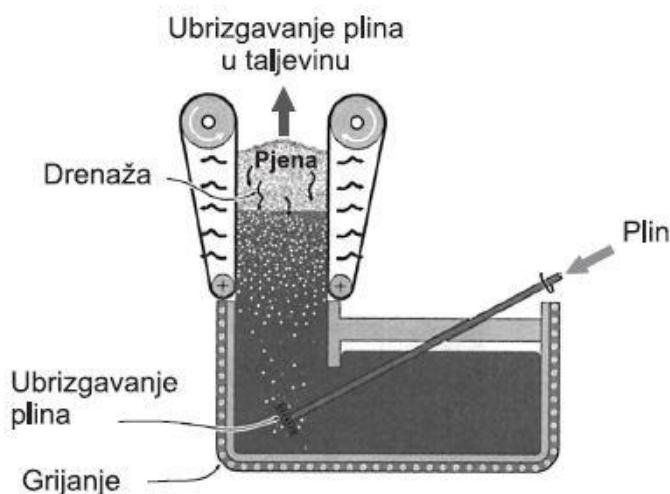
Ova metoda omogućuje izradu pjene s kompleksnim oblicima zbog mogućnosti izrade kalupa koji se priladi željenom proizvodu [17]. Poznatijeg je naziva Alulight. Prvi napravljeni proizvodi su iz tvrtke Mepura iz Ranshofena u Austriji. Agens koji se koristio bio je titanijev hidrid [10], [7]. Ovakav proces može se koristiti i za proizvodnju pjene u polurastaljenom stanju [39].

Ovaj postupak podloga je za „sendvič konstrukciju“ koju je razvio institut Fraunhofer u Bremenu [40]. Ta konstrukcija sastavljena je od pjene koja se nalazi s unutarnje strane. Vanjska se strana sastoji od dvije ploče koje se, valjanjem prije pjenjenja ili ljepilom nakon pjenjenja, povezuju s unutrašnjim dijelom [24], [38]. Na konačne strukture koje su dobivene lijepljenjem, veliki utjecaj ima okoliš, a veza između ploča i pjene nije dovoljno jaka te je sama priprema

kompleksnih komponenti dosta teža. Druga metoda uključuje proces izrade pjena s dodatkom agensa. Ovakva metoda omogućuje stvaranje kompleksnijih struktura i čvršću vezu ploča i pjene. Nedostatak ove metode je veći gubitak vremena i energije te također teža izrada većih komada [41]. Sendvič paneli imaju visoku apsorpciju energije, tlačnu čvrstoću i nisku toplinsku provodljivost [12], [41].

4.2. Metoda upuhivanja plina u talinu

Pjenjenje kod metode taljenja može biti direktno ili indirektno. Direktna metoda uključuje ubacivanje plina u talinu, dok indirektna metoda unosi agens za pjenjenje kojeg se miješa sa prahom ili odvojenom česticom i on se zagrijavanjem razlaže na plin koji sačinjava pore [5]. Direktno pjenjenje dovodi do nepravilne strukture i veličine pora, a to se može popraviti stabilizatorima koji podižu viskoznost taline [42]. Ovaj se proces razlikuje od prethodnog po tome što je bazni materijal rastaljen prije povezivanja s agensom za pjenjenje, slika 4.2. Izvodi se na način da se, rastaljenom materijalu, dodaje plin koji može biti atmosferski zrak, CO₂, O₂, N₂, vodena para ili neki inertni plin, kao što je argon. Osim agensa za pjenjenje u obliku plina, talini se dodaje još i stabilizator. On služi za povećanje viskoznosti taline, čime se usporava njezin tok i time onemogućuje spajanje mjehurića plina i posljedično koagulacija. Kao stabilizatori mogu se koristiti materijali: SiC, Al₂O₃, ZrO₂, MgO, TiB₂. Volumni udio stabilizatora u cijelokupnoj mješavini najčešće je od 10 do 20 %. Nakon dodatka stabilizatora, potrebno je miješanje zbog što ravnomjernej raspodjele u talini. Ovaj postupak je uglavnom primjenjiv za dobivanje aluminijeve pjene zbog visoke otpornosti aluminija na oksidaciju. Nakon spajanja svih dijelova, pjena se izvlači na površinu i hladiti se. Veličina ćelija ovisi o protoku plina, brzini ubrizgavanja, miješanju i postotku stabilizatora. Pozitivna strana ovog procesa je što se može regulirati veličina pa se mogu izrađivati komadi većih dimenzija. Isto tako, proces je jeftin jer ne koristi skupe agense za pjenjenje i bazni materijal ne mora biti do kraja usitnjen jer se prije ostalih dodataka rastali. Ovakva metoda poznata je pod nazivom Hydro-Alcan [38], [43]. Metode koje se vezuju na izradu pjena iz rastaljenog materijala, pogodnije su za izradu većih blokova. Ovom metodom, na rubovima plina, stvara se oksidni film koji onemogućuje stvaranje većih pora. Manja poroznost kod ovih metoda daje više mikropora jer se time plin bolje rasprši [43].

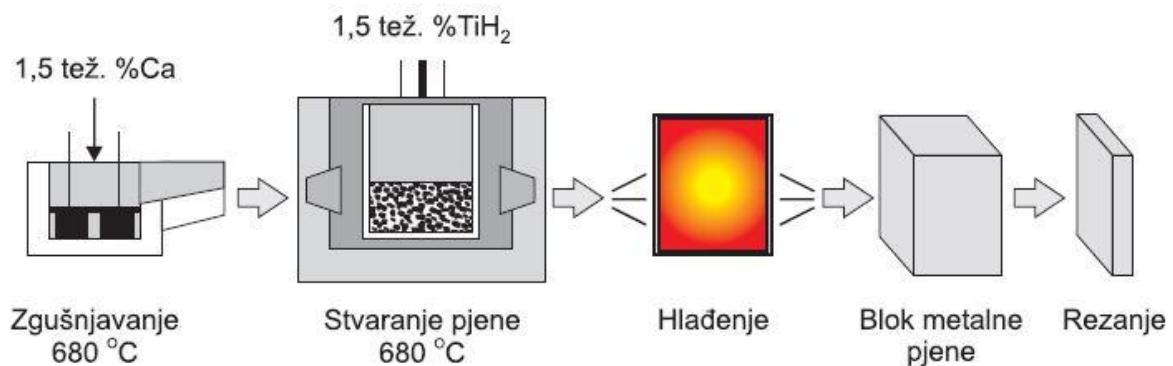


Slika 4.2. Proces upuhivanja plina u taljevinu [38]

Još jedan od procesa naziva se Cymat i jedan je od vodećih proizvodnih procesa za izradu pjene. Sastoji se od upuhivanja plina uz dodatak stabilizatora silicijevog oksida ili aluminijevog ili magnezijevog oksida od 10 do 20 %. Plinovi koji se dodaju su zrak, dušik ili argon. Pjene napravljene ovim procesom mogu se rezati na bilo koji oblik, ali nedostatak je otežana obradivost zbog dodatka keramičkih čestica [10]. Procesom upuhivanja plina (Ar, N, zrak) u talinu, mogu se isto proizvesti „sendvič“ konstrukcije [27].

4.3. Metoda pjenjenja s dodatkom agensa u rastaljeni materijal

Metoda ima prednost, kao i prethodna, što se u procesu materijal najprije rastali, slika 4.3. Za razliku od prethodne, ova metoda koristi agens za pjenjenje. Uz to, može se dodavati stabilizator u talinu. Nakon dodatka agensa za pjenjenje, zagrijavanjem na temperature razlaganja, stvaraju se pore. Temperatura na kojoj se pjeni ovisi o agensu koji se koristi. Utjecaj na pore ima temperatura procesa, tlak i vrijeme. U odnosu na metodu upuhivanja plina, ovo je skuplji proces jer koristi skuplji agens. Isto tako mogu se dodatnim valjanjem postići slomljeni zidovi ćelija pri čemu se povećava zvučna izolacija [38]. Metoda taljenja dobra je kod aluminija i legura zbog relativno nižeg tališta, ali nije dobra ni ekonomski isplativa za legure koje imaju visoko stojište. AlMg10 ima puno bolja svojstva mehanička u odnosu na čisti aluminij [44].



Slika 4.3. Proces pjenjenja s dodatkom agensa u rastaljeni materijal [38]

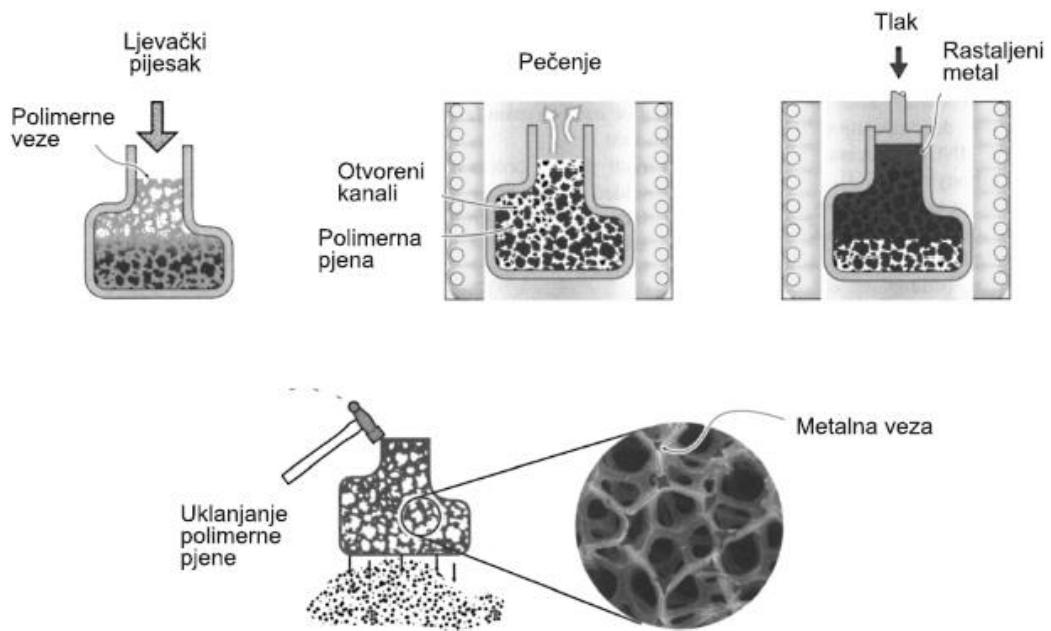
Komercijalni naziv za ove pjene je Alporas. Prvi patent za komercijalnu metodu taljenja imala je tvrtka Shinko Wire, u Amagasaki Cityju u Japanu 1980tih godina. Oni su patentirali proces s dodatkom kalcija u talini kako bi se podigla viskoznost. Zatim su dodavali TiH_2 te pjenili. Patent je dodijeljen 1987. u SAD-u i, s obzirom da je istekao, druge tvrtke ga mogu koristiti [31]. Najčešće je izrada ovakvim postupkom orijentirana na aluminijeve legure, ali razvojem agenasa viših temperatura razlaganja, omogućena je izrada pjene od čelika ili legura nikla [38]. Dodatak kalcija povećava viskoznost postupka što omogućuje stabilizaciju. Negativnost ovog procesa vidljiva je u cijeni procesa, u slučaju da se koristi skupi prah titanijevog hidrida [10].

Općenito metode ubacivanja agensa ili upuhivanja plina proizvode uzorke koji su termodinamički nestabilni i njihova proizvodnja je otežana. Pomicanje mjeđurića po talini uzrokuje curenje pjene, puknuće ili koagulaciju na jednom ili više mesta. Stoga je za ovu metodu bitno ostvariti veću viskoznost prilikom pjenjenja, primjerice dodatkom stabilizatora [45].

4.4. Metoda ubrizgavanja metalne taline u kalup polimerne pjene ili voska

Kalup, koji se koristi za izradu ovih vrsta pjena, može biti izrađen od polimernih pjena s različitim dimenzijama pora i oblika, slika 4.4. Takav kalup se premaže keramičkim prahom i potom suši na zraku. Zatim se materijal ugradi u ljevački kalup nakon čega se kalup peče za postizanje čvrstoće, a za to vrijeme polimerna pjena ispari. Na taj način unutar kalupa, ostaje oblik pjene koja se u konačnici želi dobiti. U kalup se ulije rastaljeni bazni materijal, tj. legura od koje se želi dobiti pjena i hlađi se do sobne temperature. Ukoliko postoji veći otpor tečenju nekog materijala, regulira se dodatnim tlakom prilikom ulijevanja u kalup. Krajnji proizvod je

jednak polimernoj pjeni koja je služila za prototip. Ovaj proces komercijalno se naziva ERG DUOCEL [38].

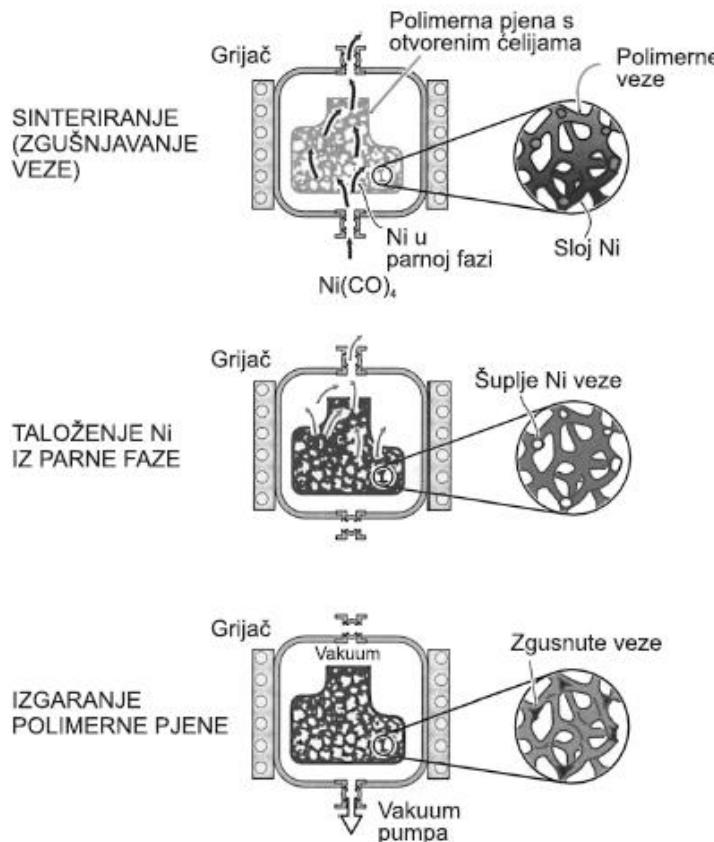


Slika 4.4. Proces ubrizgavanja metalne taline u kalup polimerne pjene ili voska [38]

Kod ovakvog procesa, ćelije su otvorene. Bazni materijali mogu biti raznovrsni jer ne zahtijevaju posebne temperature pjenjenja [38].

4.5. Metoda kemijskog taloženja metala iz parne faze na kalupu izrađenom od polimerne pjene

Osim u prethodno navedenoj metodi, polimerne pjene mogu biti baza za nastanak metalnih pjena primjenom postupka kemijskog taloženja iz parne faze CVD (*engl. Chemical Vapour Deposition*), slika 4.5. Na njih se evaporacijom ili elektrotaloženjem nanose metalni materijali. U CVD uređaj stavlja se polimerna pjena i njoj se dodaje Ni(CO)₄ koji se, zagrijavanjem na 100 °C, raspada na nikal i ugljikov monoksid CO. Nikal se taloži u parnoj fazi na polimerni materijal te se, nakon njegovog taloženja na površini pjene, ona uklanja i spaljuje infracrvenim zagrijavanjem. Moguće je povećati gustoću postupkom sinteriranja [38].



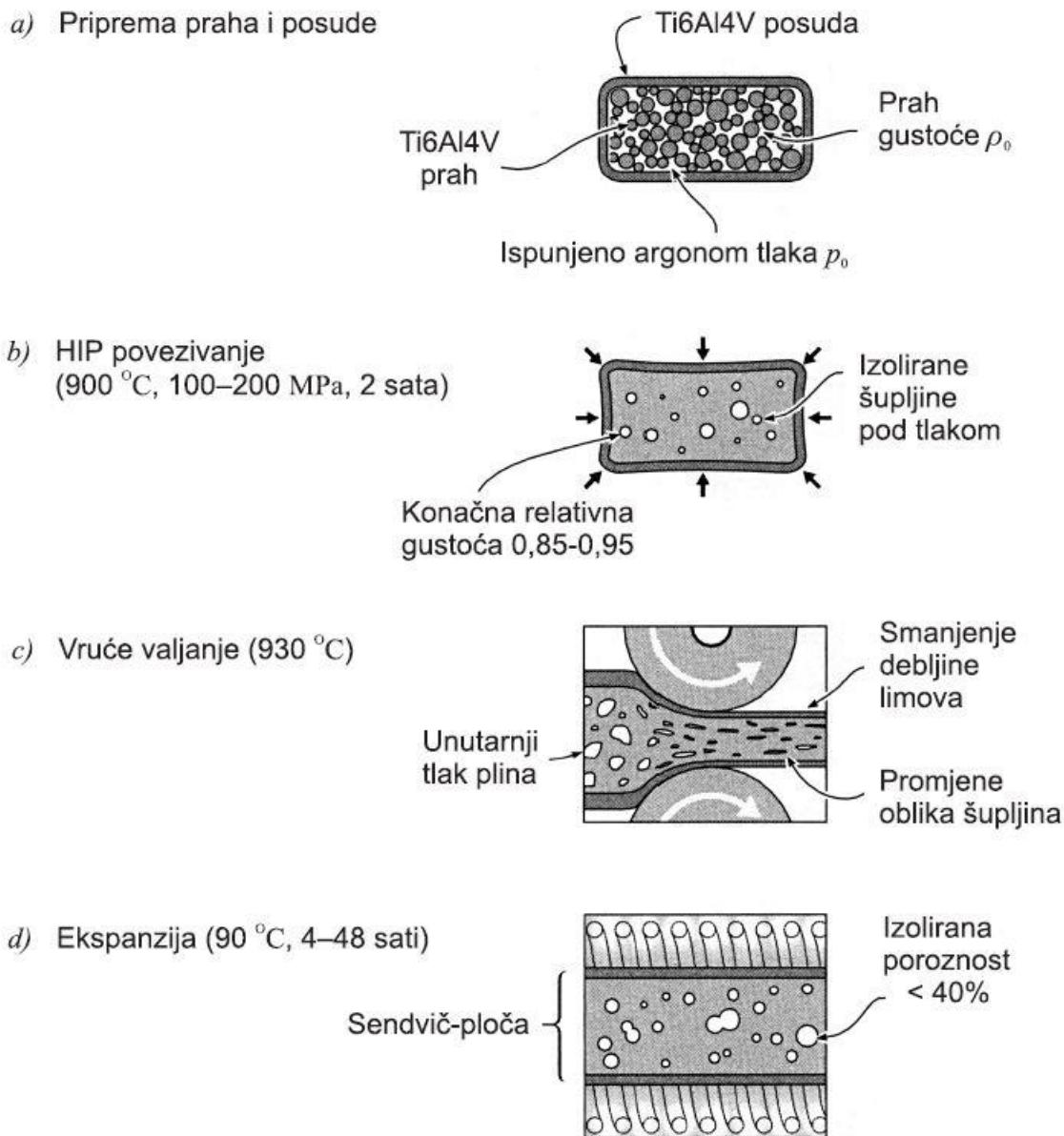
Slika 4.5. Izrada pjene taloženjem na čelijaste pravoblike [38]

Prvi ovakav postupak napravila je tvrtka INCO u Kanadi. Nedostatak ovog procesa je dodatak $\text{Ni}(\text{CO})_4$ koji je otrovan i štetan za okoliš. S obzirom na to, potrebne su posebne regulacije za industrijalizaciju ovakvog postupka [38].

4.6. Metoda vrućeg izostatičkog prešanja nakon kojeg nastupa plin ekspandira

U ovoj se metodi koristi legura koja predstavlja bazni materijal i inertni plin koji služi za stvaranje pora, slika 4.6 a). Argon je često korišten i niske je topljivosti u metalima. Prvo se dodaje prah baznog materijala u posudu koja je izrađena od istog materijala. Kako bi se mogao provesti proces, kisik se izvuče iz posude kako ne bi vezao na sebe materijal. Potom se dodaje inertni plin. Koristeći vruće izostatičko prešanje, gustoća se smanjuje i time raste tlak u šupljinama, slika 4.6 b). Nakon toga se materijal podvrgne procesu vrućeg valjanja na temperaturi iznad 900 °C, slika 4.6. c). Tim se procesom dobiju usmjerene šupljine unutar materijala koje se raspoređuju u smjeru u kojem se odvijao proces valjanja. Na kraju se procesa zagrijava na otprilike 90 °C i zadržava na toj temperaturi otprilike 48 sati. Kako se visokom

temperaturom, povisuje i tlak, dolazi do širenja pora i posljedično smanjenja gustoće, slika 4.6 d).

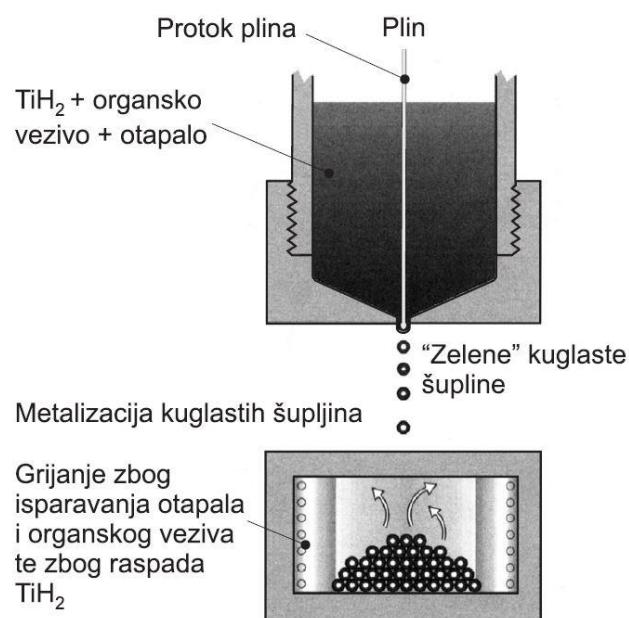


Slika 4.6. Proces vrućeg izostatičkog prešanja nakon nastupa plin ekspandira [38]

Prvu pjenu, izrađenu ovom metodom, koristila je tvrtka Boeing. Ovakva je struktura proizvela sendvič-ploču jer se prvotna posuda nije pjenila kao ostatak materijala, već je ostala u krutom stanju. Pjene titanijevih legura najčešće se izrađuju ovim postupkom čime se povećava cijena postupka, kao i zbog korištenja skupljeg inertnog plina [38].

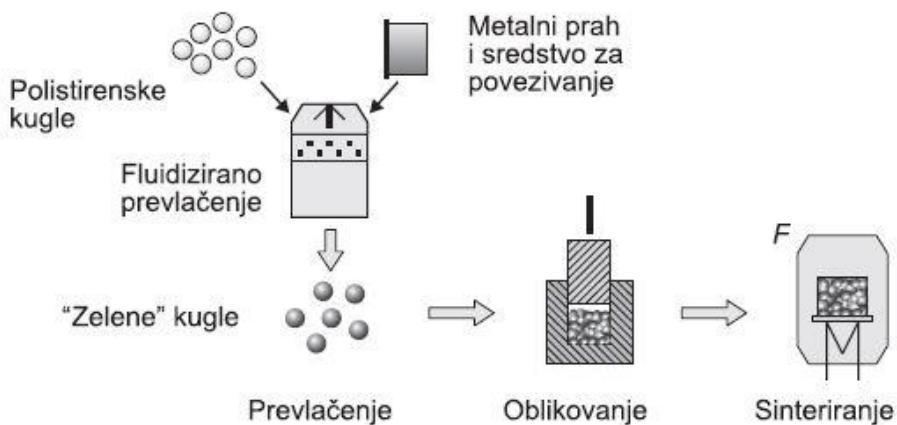
4.7. Metoda taloženja na polimerne kugle iz parne faze

Proces započinje miješanjem agensa za pjenjenje s organskim dodatkom koji omogućuje bolju povezanost s otapalom. Na slici 4.7. prikazan je proces u kojem kugle prolaze kroz „toranj“ i time se očvršćuju. Zagrijavanjem na više temperature, uklanja se otapalo i hlapi organski dodatak. Ovakvim postupkom moguća je proizvodnja pjene od nehrđajućeg čelika ukoliko se kombiniraju Fe_2O_3 i Cr_2O_3 . Ovaj postupak je primijenjen u SAD-u na sveučilištu Georgia Tech [38].



Slika 4.7. Proces taloženja na polimerne kugle iz parne faze [38]

Drugi proces započinje prevlačenjem polistirenskih kugli metalom uz dodatak sredstva za povezivanje. Nakon toga se kugle sinteriraju za dobivanje homogene smjese s porama, slika 4.8. Ovakvim procesom mogu nastati otvorene i zatvorene ćelije. Ovaj proces je proizведен u Fraunhoferovom institutu u Bremenu. Proces je izrađen za proizvodnju pjena od nehrđajućeg čelika X2CrNiMo (AISI – 316L) [38].

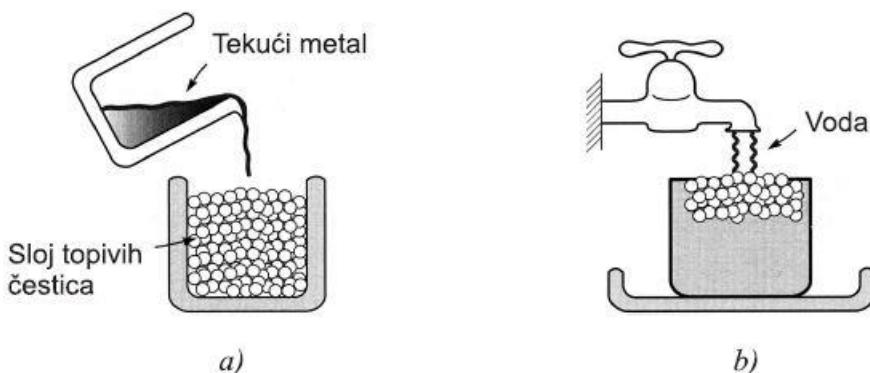


Slika 4.8. Proces taloženja na polimerne kugle iz parne faze [38]

4.8. Metoda u kojoj se, nakon sabijanja dvaju pomiješanih materijala, jedan otapa

Prvi korak ove metode sastoji se od spajanja dvaju materijala od kojih svaki ima volumeni udio veći od 25 %. Jedan od materijala je bazni materijal, a drugi je topiva tvar, tj. čuvar prostora (*engl. space holder*). Drugi korak je sabijanje kako bi se dobila što veća kompaktnost. Nakon povezivanja, smjesa se stavi u otapalo, najčešće vodu. Topivost se može ubrzati i zagrijavanjem. Otapanjem topive tvari, ostaju pore u jednakom obliku kao što je bio oblik topive tvari. Od češće spomenutih topivih stvari, koristi se NaCl, tj. kuhinjska sol ili himalajska sol [38].

Drugi je način prikazan na slici 4.9. U njemu se metalna talina ulijeva na nakupinu čestica materijala koji je topiva i potom se hlađi. Na mjestima topivog materijala, ostaju pore [38].

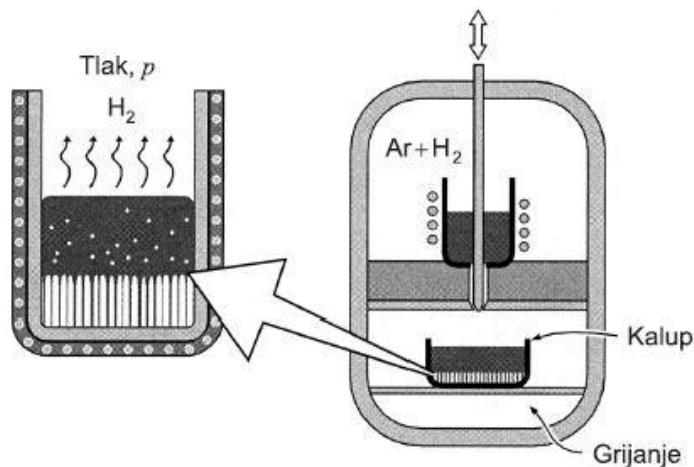


Slika 4.9. Proces u kojem se, nakon sabijanja dvaju pomiješanih materijala, jedan otapa [38]

4.9. Metoda eutektičkog povezivanja plina i metalne legure

U ovoj metodi mogu se koristiti metali i legure aluminija, berilija, kroma, bakra, željeza, magnezija, mangana i nikla [38].

Proces započinje zagrijavanjem legure u posudi pod tlakom vodika najčešće od 0,5 MPa do 1 MPa, a može iznositi i do 5 MPa, slika 4.10. Talina se poveže s vodikom i ulije u kalup. Hlađenjem se, iz taline, eutektičkom pretvorbom dobije spoj metala ili legure i plina. Ovakvi materijali imaju naziv GASAR ili GASERIT [38].



Slika 2.10. Proces otapanja plina u taljevini zbog djelovanja visokog tlaka [38]

4.10. Usporedba metoda

Svaka metoda ima prednosti i nedostatke. Kod metode upuhivanja plina, proizvodi se pjena koja je teško obradiva zbog velikog udjela keramičkih čestica u ulozi stabilizatora. Metode taljenja i miješanja prahova su skupe zbog dodatka titanijevog hidrida i kalcija. Metoda pjenjenja nakon sabijanja ima prednost u odnosu na metode proizvodnje pjene iz taline jer se pjenjenje izvodi u kalupu različitih dimenzija, pri čemu nastati proizvodi kompleksnijeg oblika [46]. Za razliku od nje, proizvodnja iz taline, služi za stvaranje pravilnih oblika pjena na višim temperaturama pjenjenja [47]. U ovim metodama stvaraju se krhki spojevi na zidovima ćelija koji degradiraju svojstva [48]. Dobivanje pjene direktno ili indirektno iz taline ima negativnu stranu jer brzo pore koaguliraju, dobije se grubo zrno i curenje taline je prisutno, iako je sam proces brz [49]. Manja je stabilnost dobivena ovim postupkom [39]. Za razliku od njega upjenjavanjem nakon sabijanja, proces je nehomogen, a vremena pjenjenja po slojevima se razlikuju [49]. Kod ove metode mogu se ipak postići bolja svojstva i radi se za uzorke manjih dimenzija [39] [50]. Kako bi se postigla veća viskoznost taline i pri tome stabilizirao krajnji

produkt, tj. pjena, potrebno je dodati stabilizirajući agens [51]. Metode direktnog upuhivanja u talinu su jeftinije, ali rezultiraju srednjom kvalitetom pjena, dok su indirektne metode s korištenjem agenasa za pjenjenje vrlo visoke kvalitete, ali i većih troškova [37].

Sintaktičke pjene imaju bolja mehanička svojstva od tradicionalnih pjena. Kao primjeri dodataka koji sačinjavaju takvu vrstu pjena su: pepeo (*engl. fly ash*), cenofsere, šuplje keramičke i metalne čestice i ostalo. Injekcijski postupak (*engl. infiltration*) omogućuje postizanje homogenosti i kontrolirane strukture. Jedne od metoda su: gravitacijsko prešanje (*engl. gravity assisted pressure infiltration*), prešanje suprotno gravitaciji (*engl. counter gravity infiltration*) i plinom potpomognuto prešanje (*engl. gas/vacuum assisted pressure*). [52] [53] [54]. U izradi sintaktičkih pjena sudjeluju i ekspandirano staklo, staklene mikrosfere i ekspandirani perlit [53][55]. Ovakva vrsta pjena nastala je zbog težnje za kontrolom oblika pora i potrebe redukcije troškova. Dodatkom ovih čestica, koje mogu biti i otpadne, smanjuje se potreba za dodacima skupih stabilizatora. Čestice koje se unose kontroliraju se na način da se dobije željena veličina pore i tako utječe na mehanička svojstva. Pokazano je kako ekspandirano staklo ne utječe na povećanje čvrstoće pjene [53]. Hibridne pjene nastaju povezivanjem metalne legure s polimerom. Takva vrsta pjena opasna je zbog zapaljivosti polimera na visokim temperaturama [17].

Dodatna metoda odnosi se na postupak miješanja rastaljenog materijala (*engl. stir casting method*). Odvija se u zatvorenoj peći. Unutar nje smješta se motor koji se rotira i miješa talinu, a kasnije se dodaju i agensi za pjenjenje. U članku se radilo o dodatku magnezijevog i kalcijevog karbonata koji su poželjni zbog niske cijene [56]. Pokazalo se kako se s ovom metodom dobiva veći nivo naprezanja i čvrstoća od injekcijskog postupka [53]. Novija metoda koju je patentirao Hangai predstavlja zavarivanje pod tlakom agensa i materijala (*engl. friction stir welding*). Vrši se indirektno pjenjenje u kojem se spoj agensa i materijala tlači na povišenim temperaturama i time agens predstavlja izvor plina koji je potreban za pjenjenje [57]. Što je više prolaza ovom metodom, zrno postaje finije [41]. Ovaj proces je kratkotrajan i može se postići visoka produktivnost jer ne zahtjeva dugotrajno zagrijavanje [58]. Tvrdoća se povećava ovim postupkom i njegova prednost je što djeluje na površinu lokalno [59].

5. SVOJSTVA PJENA

Na svojstva same pjene utječu: gustoća, struktura ćelija, debljina i geometrija zidova pjena, anizotropnost i ostalo [5]. Jednako tako utječu i mikrostrukturne značajke koje se u manjoj mjeri opisuju u većini radova. Jedni od njih su kemijski sastav, kao i oblik samog materijala koji se koristi kao baza pjene [28]. Jedno od bitnih svojstava pjene je i zakrivljenost zidova, oblik i veličina pora te raspodjela [60]. Osim što svojstva pjene ovise o gustoći, ona ovisi o obliku, veličini, orientaciji i materijalu ćelija pjene kao i o temperaturi samog pjenjenja [61]. Porozni materijali imaju dobru obradivost [18]. Namještanjem povoljnih uvjeta obrade pjena, može se postići visoka obradivost i smanjena deformacija te izbjegnut lom zidova. Svakako je za njih karakteristično da ipak imaju manju obradivost od čvrstog materijala [62]. Veća je apsorpcija vibracija pjene od baznog materijala [56].

Vanjski utjecaj na izradu ima veliku ulogu u postizanju konačne strukture pjene. Autori su ispitivali izradu pjene s istim parametrima obrade i pokazano je kako uzorci nisu jednakih svojstava. U budućnosti bi se ovakva proizvodnja trebala u potpunosti automatizirati kako bi se spriječio utjecaj čovjeka na svojstva, posebice za pripremu uzorka kao što je miješanje komponenti [30]. Kvaliteta pjena uvelike ovisi o proizvodnim parametrima i radnicima. Za poboljšanje ovoga potrebno je napraviti automatiziranu liniju. Jedan od razloga automatizacije je izbjegavanje kontakta radnika s vrućim materijalom na 700 do 800 °C. Težina kalupa u koji se ubacuje talina mora biti takva da je radnik može prenijeti. Tijekom upjenjavanja radnik nadgleda proizvodnju. Radnik osim nadgledanja, mora na vrijeme izvaditi uzorak iz peći kako bi se izbjegli nedostatci zbog prekomjernog zagrijavanja. Automatizirana linija bi služila da se postigne homogenost i ponovljivost procesa. Uzorak ima 3 faze zagrijavanja. Prva je ekspanzija u krutom stanju koja je manja od ostalih dijelova. U drugom dijelu, velik je udio ekspanzije jer je materijal prešao solidus liniju. Treći dio je veliki porast do maksimuma ekspanzije gdje se više ne otpušta plin i pjena kreće koagulirati, događa se kolaps i curenje taline. U članku je prikazana linija koja je napravljena tako da ima dvoja vrata, jedna na početku prve faze i jedna na kraju treće faze i sve je povezano prozorom iz kojeg se može kontrolirati proces. Hlađenje se automatiziralo kako bi se jednoliko hladilo i kako bi se izbjegle nesavršenosti, pogoršanje mehaničkih svojstava i smanjenje broja dijelova koji se odbacuju. Ovakav dio omogućuje izradu kompleksnih dijelova i lakše povezivanje u „sendvič“ strukture bez korištenja zavarivanja i lijepljenja te spajanja vijcima što smanjuje svojstva. Metoda izrade iz prahova smanjuje potrebu za sekundarnim završnim procesima obrade površine jer uzorci budu približno završnog oblika. Ovom linijom se izbjegava utjecaj utreniranosti radnika,

sigurnost je osigurana, nema zahtjeva za maksimiziranjem težine jer se može raditi s bilo kojom masom, a kontroliranim radom izbjegava se utjecaj odbačenih dijelova. Količina proizvodnje se može povećati i ubrzati [17].

5.1. Fizikalna svojstva

5.1.1. Gustoća

Osnovno svojstvo pjene je relativna gustoća koja se računa kao omjer gustoće pjene ρ_f i gustoće osnovnog materijala ρ_s [25]:

$$\rho = \frac{\rho_f}{\rho_s} \quad (5.1)$$

Postoje dva tipa pjena prema gustoći. Jedne su homogene s jednolikim izgledom ćelija, a druge su s promjenom gustoće po presjeku [63]. Veličina zrna metala je veća uz pore jer se on sporije na tim mjestima hlađi zbog manje toplinske provodljivosti [32].

Efikasnost pjenjenja i maksimalna poroznost mijere se kao:

$$P_{fmax} = 1 - \frac{V_i}{V_f}, \quad (5.2)$$

gdje je V_i inicijalni volumen prekursora, a V_f krajnji volumen pjene [46].

Isto tako se efikasnost pjenjenja η može prikazati kao:

$$\eta = 1 - \frac{\rho_f}{\rho_s}. \quad (5.3)$$

Veća gustoća pjene, daje manju efikasnost [37].

Koefficijent ekspanzije izražava se kao razlika visine pjene i prekursora ($H - h_d$) podjeljena sa visinom prekursora h_d [64].

Veličina sile kod sabijanja prekursora ima malo utjecaja na gustoću. Veći utjecaj na tlačna svojstva imaju veličina i oblik pore, nego sama gustoća. Uzorak s najmanjom gustoćom ima najlošija mehanička svojstva [65].

Promatrane su pjene četiri različite legure: AlSi7, AlCu13Mg4, AlSi6Cu4 i AlSi8Mg4. Sve 4 legure aluminija imaju malu ekspanziju pri niskim brzinama zagrijavanja. Razlog tome je dugo zadržavanje uzorka na temperaturi razlaganja i gubljenje plina dok legura još nije polurstaljena. Drugi razlog je da, zbog dugotrajnog zagrijavanja, raste količina oksida na

površini čime se ekspanzija usporava. Mg je poznat da podiže oksidaciju. Pri većim brzinama zagrijavanja, oksidni sloj se može razbiti na fragmente [66].

5.1.2. Anizotropija

Anizotropija se može razviti u dva smjera: strukturalna anizotropija i anizotropija materijala [67], [68]. Ona utječe na svojstva pjene čija nejednolikost ovisi o anizotropnosti same pjene [67].

Omjer stranica (*engl. cell aspect ratio*) prikazuje stupanj anizotropnosti pjene, a izražava se kao omjer promjera u smjeru i i j : [5]

$$K_{ij} = \frac{d_i}{d_j}, \quad (5.4)$$

gdje su d_i i d_j srednje veličine prosječnih promjera čelija u smjeru D_i i D_j . Promjer neke pore može se razlikovati od prosječnog u smjeru pjenjenja zbog gravitacijskog istjecanja taline kod postupka pjenjenja, kao i što može doći do razlike zbog različite brzine hlađenja pri skrućivanju. Pjena, kojoj se ispituje tlačno naprezanje u smjeru najmanjeg promjera, ima najveću granicu stlačivanja i najbolja mehanička svojstva. Zaključuje se da sa smanjenjem promjera dolazi do poboljšanja svojstava u određenom smjeru ispitivanja [5].

Još jedna od mogućnosti računanja anizotropnosti je prema izrazu:

$$R = \frac{L_1}{L_2} \quad (5.5)$$

L_1 i L_2 predstavljaju prosječne vrijednosti promjera čelije. Ovakvi promjeri dobiju se brojanjem količine pora po jedinici dužine u dva pravca koja su međusobno okomita.

Izraz za prosječni promjer je:

$$L_1 = \frac{1,5}{N_c}, \quad (5.6)$$

gdje je N_c broj pora na jednom pravcu. Izraz vrijedi i za L_2 [67]. Omjer promjera s relativnom gustoćom pjene od 0,12 do 0,18 je 1,36 s tolerancijom od $\pm 0,14$ [67].

Još jedan od načina uključuje omjer longitudinalne i transverzalne vrijednosti promjera koji se povezao na, u slučaju obrađenog pokusa, 400 pora na površini. Time se dobije omjer anizotropnosti pora [68].

Prema pokusu ispitivanja anizotropnosti pjena dobivenih taljenjem s dodatkom TiH₂ i Ca, vidljivo je kako omjer anizotropnosti raste najprije s relativnom gustoćom, a zatim opada. Kod pjene s relativnom gustoćom do 0,25, omjer je veći, a to je znak da je anizotropnost promjera pora veća. Porastom gustoće iznad tog iznosa, anizotropnost opada i omjer je blizu 1 [68].

Općenito se može zaključiti kako je manja poroznost na dnu pjene, a veća na vrhu zbog utjecaja gravitacije, što također utječe na anizotropnost. Pore su tijekom pjenjenja metodom miješanja prahova usmjere u z osi, a tijekom sabijanja usmjerene je prema horizontalnoj osi. Uzorci s manjom varijacijom poroznosti, mogu podnijeti veće deformacije tijekom tlačnog testa. Povećanjem varijacije, uz prisutnost većih pora, može se dogoditi da pjene ne mogu prijeći 70% maksimalne deformacije [69]. Pjene dobivene metodom miješanja prahova, nakon ekstruzije imaju eliptični oblik zbog pozicioniranja prahova u smjeru ekstruzije. Anizotropnost im ovisi o dobrom miješanju prije deformacije [28].

Nehomogenosti pora mogu biti vezane za temperaturnu razliku između temperature razlaganja agensa za pjenjenje i temperature taljenja legure, u slučaju da se pjena proizvodi takvim procesom. Zbog te razlike, nastaju nepravilne pore u početku pjenjenja što rezultira većim nepravilnostima na kraju samog processa [70]. Kako bi se moglo utjecati na ovu razliku, kao mogućnost se navodi dodatno legiranje baznog materijala, čime se solidus temperatura približava temperaturi razlaganja ili drugi način koji uključuje predgrijavanje agensa za pjenjenje. Time se, na površinu agensa, veže kisik koji odgadja razlaganje agensa pri čemu se temperatura razlaganja i solidus temperatura poklapaju [70].

Bez toplog sabijanja ne može se uspješno provesti proces pjenjenja. Još jedan od faktora koji utječe na izgled pjene je i temperatura razlaganja. Ukoliko je temperatura razlaganja dosta manja od temperature tališta, može doći do loma prekursora. Zato se, dodatkom dodatnih elemenata, snižava temperatura tališta i omogućuje pjenjenje. Ako je temperatura pjenjenja preniska, dulje je vremena potrebno za pjenjenje. Vanjski površinski dijelovi će se pjeniti, a unutarnji neće i doći će do loma prekursora. Isto tako nije dobro predugo hlađenje jer se povećavaju pore [71].

Kod injekcije plina u talinu, moguća je anizotropija zbog gravitacije. Omjer anizotropije je omjer transverzalne veličine celije naspram longitudinalne. Ovisnost anizotropije je i u razlici sastava slojeva pjene. Razlog tome je stvaranje oksidnog sloja koji je najveći na površini [72].

Koagulacija ovisi o više faktora: broju pora, stadiju pjenjenja, vremenu zagrijavanja, brzini ekspanzije i ostalo. Nastanak svake koagulacije vezan je za nestabilnost tekućine filma koji vodi do povećanja pore. Prelazak iz stabilnog filma u nestabilni posljedica je njegovog sužavanja. Ovo se može dogoditi zbog ekspanzije ili kolapsa u tečenju dovodeći do debljine na kojoj film puca [73].

Stabilizacija procesa je najveća ako se upjenjavanje provodi na temperaturama koje su malo ispod ili malo iznad temperature tališta aluminija ili njegove legure koja se koristi za izradu pjena [37].

5.1.3. Veličina pora

S porastom brzine miješanja, veličina pora se smanjuje, dok se broj pora povećava [74]. Za provjeru izgleda pora, jedan od programa je Digital Image Correlation [75].

Srednja veličina polumjera D_m pora računa se kao:

$$D_m = \frac{S_i}{\sum_{i=1}^n S_i} * \sqrt{\frac{S_i}{\pi}}, \quad (5.7)$$

gdje je S_i površina i -te pore, a broj pora koji se mjerio bio je minimalno 200 [76].

Sfernost i -te pore određuje se kao:

$$\varphi_i = \frac{4\pi A_i}{C_i^2} * 100\%, \quad (5.8)$$

gdje je C_i opseg i -te pore, a A_i površina i -te pore. Ukupna se sfernost izražava kao:

$$\varphi = \sum_{i=1}^n \frac{A_i}{A} * \varphi_i, \quad (5.9)$$

pri čemu A predstavlja prosječnu površinu, a A_i površina i -te pore [47].

Parametri za postizanje homogenosti su: pravilan odabir agensa pjenjenja, prosječna veličina čestica i morfologija, kemijski sastav, nivo oksidacije, homogena distribucija agensa, homogenost aluminijске matrice, temperatura i vrijeme pjenjenja, koagulacija te pogrubljivanje zrna ćelija [77]. Veliki utjecaj, osim ovih navedenih parametara, imaju i kut spoja tekućine i krute tvari, viskoznost i napetost površine kod taljenja. Za stabilizaciju je najbolje držati temperaturu u bliskom intervalu između temperature taljenja aluminija ili njegove legure koja se koristi. Potrebno je, također, kontrolirati vrijeme upjenjavanja kako bi

se postigla željena homogenost. Veličina pora i poroznost povećavaju se s vremenom pa će, pri tome, s dosta kraćim vremenom pore biti manje kao i poroznost [37].

Proizvodnjom pjene iz taline, tlak plina argona ili vakuma koji se umjerava, daje ovisnost o konačnoj ekspanziji i veličini pjene. Smanjenje tlaka uzorkuje pogrubljenje zrna. Razlog tome je što volumen jedne pore raste prilikom reduciranja tlaka i veća je mogućnost pogrubljenja zrna. Porastom tlaka, homogenost pora je veća, a ekspanzija se smanjuje. Reduciranjem tlaka, zidovi ćelija su tanji i s obzirom na nepravilne pore, mehanička svojstva su lošija [2].

Homogenost rasporeda pora, može se izračunati kao:

$$\mu = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (D_i - \bar{D})^2}, \quad (5.10)$$

gdje je: n broj pora, D_i promjer i -te pore, a \bar{D} srednja veličina promjena [47].

Uspoređeni su uzorci s finim zrnom aluminija, grubim zrnom aluminija i uzorci izrađeni od aluminijevih listića. Svi uzorci koji imaju oblik listića su imali kolaps i nisu korišteni za daljnji rad. Time je pokazano kako je bitno kakav je izgled samih materijala koji se koriste za izradu pjene. Poroznost pjena raste s porastom tlačne sile prilikom izrade prekursora, tako da je najbolja oko 700 MPa. Isto tako s porastom temperature, raste i poroznost. Najveći rast su imali uzorci pjenjeni na 750 i 800 °C, u odnosu na 650 i 700 °C, iako su uzorci na 800 °C doživjeli raniji kolaps od uzoraka na 750 °C. Fini prah aluminija je pokazao bolju efikasnost od grubog [46].

5.1.4. Toplinska i električna vodljivost

Toplinska i električna vodljivost ovise o relativnoj gustoći pjene, jednako kao i zvučna izolacija [27]. Za postizanje veće električne vodljivosti, oksidni sloj Al₂O₃ se mora razbiti unutar pjene jer on ima manju provodljivost od aluminijeve legure [78].

Manje pore koje se dobiju u pjeni rezultiraju manjom električnom provodljivosti pjene jer pora zauzima veći dio materijala, dok veće pore rezultiraju većom provodljivosti. Ako su zidovi kod većih pora tanki, onda to spušta provodljivost [79].

Pjene imaju nisku toplinsku vodljivost u usporedbi s baznim materijalom [4], [5].

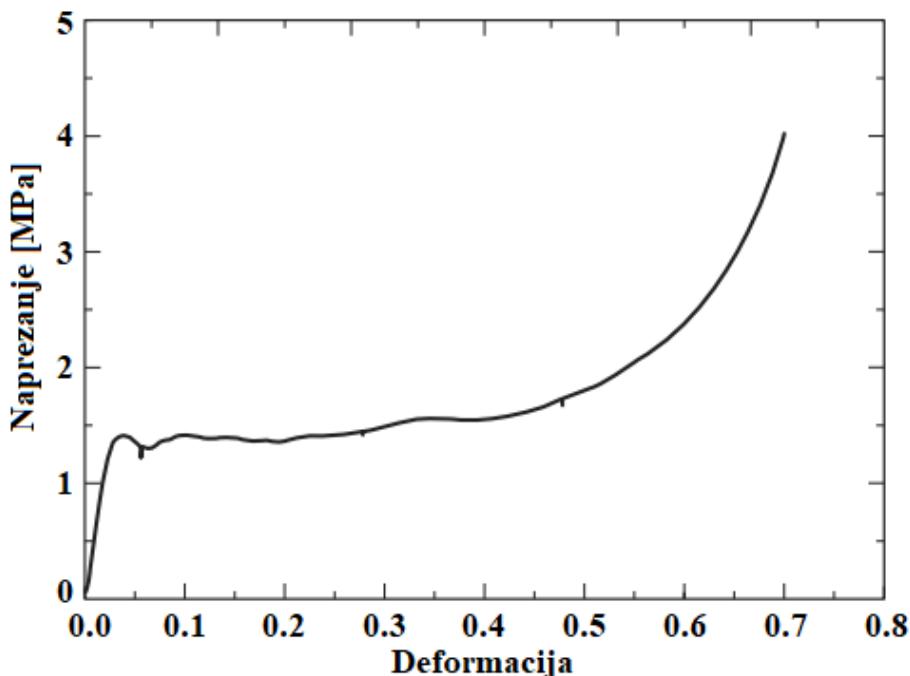
Električna otpornost pjena je veća nego kod punog materijala zbog šupljina zraka. Toplinska vodljivost se, u članku [80] smanjila s 237 W/mK punog materijala na 1,1 W/mK

pjene. Vezano za električnu provodljivost, ako su pjene iste prozornosti, manja je vodljivost s manjom veličinom pore. Razlog tome je činjenica da je u pjenama s manjim porama ima više međufaznog dijela koji je spojen s aluminijskim oksidima nastalim i sinteriranjem, a oksidi su izolatori [1].

5.2. Mehanička svojstva

5.2.1. Tlačna svojstva

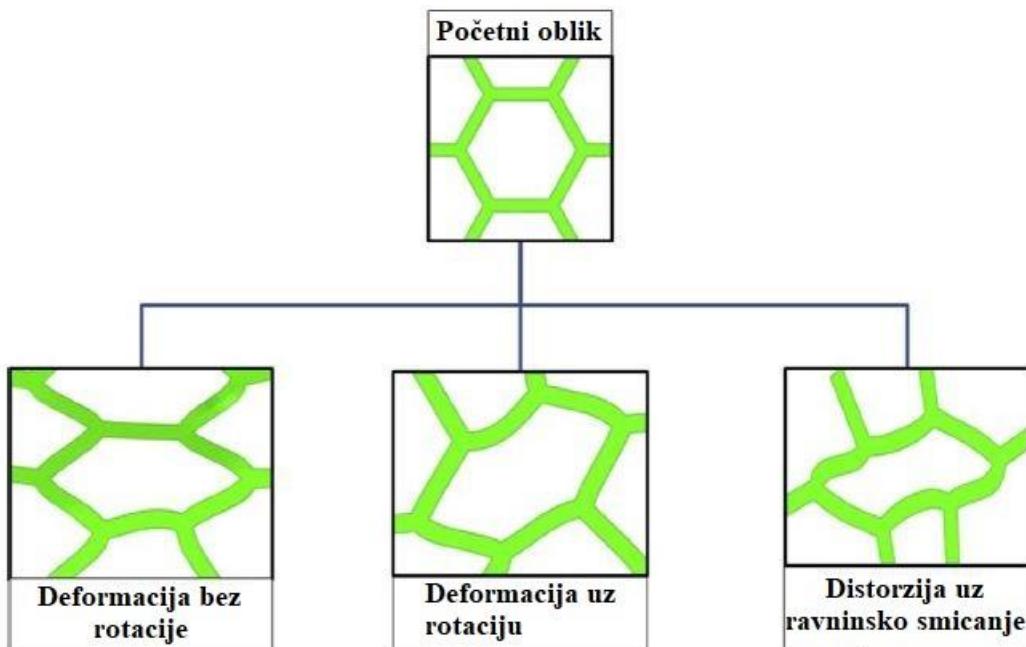
Tlačni test sastoji se od tri faze, slika 5.1. Prva započinje s linearnom elastičnom deformacijom zidova uz dodatno istezanje i savijanje. Iz ovog područja može se dobiti Youngov modul elastičnosti prema nagibu dijagrama. Specifično je područje jer ima oblik pravca [25].



Slika 5.1. Dijagram naprezanje – deformacija [7]

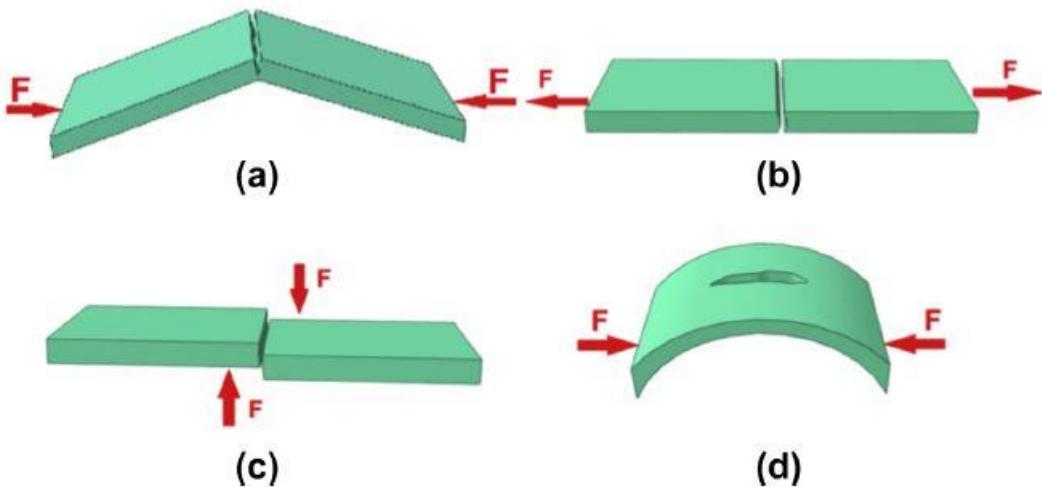
Proteže se od početka deformacije do granice stlačivanja [3]. Razlika između prvog maksimuma i minimuma u krivulji naprezanja povećava se s porastom gustoće. Njezinim porastom raste i granica stlačivanja [53]. Drugi dio je plastična deformacija koja ima veliku ulogu u svojstvu apsorpcije energije. Deformacija pora nije jednolika zbog njihovog nepravilnog i nejednakog izgleda i strukture. Najslabiji dijelovi se deformiraju prvi, a ostali s porastom deformacije. Ovaj dio započinje lomljenjem zidova i završava kada se i zadnji zid

pjene uruši. Neke pjene mogu imati veći nivo naprezanja (*engl. plateau stress*), ali dosta kratak pa je planirana izdržljivost nedovoljna [36]. On se veže za plastičnu deformaciju koja se odvija nakon prvog maksimuma u kojem je bilo elastično područje. U tom području događa se kolaps slabijih ćelija dok na kraju sve ne dožive kolaps [53]. Deformacija može nastati na tri načina. Prvi je deformacija bez rotacije, kada je deformacija materijala paralelna sa smjerom deformacije. Drugi je način deformacija uz rotaciju, slika 5.2. Tada dolazi do smicanja kod zidova ćelija uz deformaciju. Treći slučaj je ravninsko smicanje. Maksimalno smicanje je na rubovima zidova koja su u suprotnom smjeru jedan od drugog [25].



Slika 5.2. Načini deformacije zidova ćelija [25]

Mehanizmi loma mogu biti podijeljeni u 4 skupine. Model, prikazan na slici 5.3. (a), uključuje savijanje zidova, model (b) i (c) na slici 5.3., rezultat su razvlačenja i smicanja zidova zbog žilave deformacije pri čemu dovode do loma. Zadnja mogućnost, vidljiva na slici 5.3. (d) kombinacija je elongacije i izvijanja ćelija [25].



Slika 5.3. Mehanizam loma [25]

Tlačna čvrstoća može se izvući iz izraza:

$$\sigma_f(\rho) = \sigma_s \left(\frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^{T_f} \quad (5.11)$$

gdje su $\sigma_f(\rho)$ i ρ tlačna čvrstoća i gustoća pjene, a σ_s i ρ_s tlačna čvrstoća i gustoća baznog materijala. Indeks T_f je karakteristika za tlačnu čvrstoću koja je, za aluminij, u intervalu od 1,8 do 2,1. U slučaju da nema promjene strukture, tada je taj indeks moguće zanemariti [36]. Tlačna čvrstoća može se još definirati i kao gornja granica stlačivanja ili kao donja granica stlačivanja ili je neki autori definiraju kao prosjek. Ako se ne može očitati granica stlačivanja jer je krivulja glatka i bez lokalnog maksimuma, onda se interpolira granica stlačivanja s početnom deformacijom. Jedan dio autora uzima 10 ili 20 % deformacije i tu vrijednost naprezanja smatra granicom stlačivanja [81]. Ona se smanjuje porastom veličine pora, dok deformacija zgusnutosti počinje na većoj deformaciji za veće pore [5]. Neki autori smatraju da se granica stlačivanja, kod poroznosti manje od 74 %, računa kao ekstrapolacija s dijelom nivoa naprezanja, dok s poroznosti većom od 74 % se ona jasno iščitava iz dijagrama. Kod većih pora, povrat nakon pada u dijagramu će biti dulji pa će se granica jasno vidjeti [54].

Omjer plastičnog naprezanja (*engl. plastic collapse stress*) može se izraziti kao:

$$\frac{\sigma_L^*}{\sigma_T^*} = \frac{2R}{1 + \left(\frac{1}{R} \right)}, \quad (5.12)$$

gdje su σ_L^* i σ_T^* plastična naprezanja u longitudinalnom i transverzalnom smjeru.

Ovakav omjer raste s porastom anizotropnosti [68].

Još jedan od načina računanja omjera je:

$$\left(\frac{\sigma_{pl}^*}{\sigma_{ys}} \right) = 0,3 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{1,5}, \quad (5.13)$$

gdje je prvi omjer plastično naprezanje naspram granice stlačivanja, a drugi omjer gustoće pjene i gustoće baznog materijala. Kolaps započinje na najslabijem dijelu ćelija i raste s vremenom. Brzi rast dijagrama vidljiv je kad se spoje svi zidovi ćelija. Produljenje zone nivoa naprezanja povezano je s padom gustoće. Biaksijalni test daje veću apsorpciju koja nastaje kao zbroj apsorpcije u dva smjera [82].

Za plastično naprezanje vrijedi:

$$\sigma^* = K \left(\frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^n, \quad (5.14)$$

pri čemu je K koeficijent vezan za granicu stlačivanja, a n koeficijent vezan za relativnu gustoću i brzinu naprezanja [67].

Udio pada naprezanja nakon inicijalnog skoka (*engl. stress drop ratio*) izražava se kao:

$$R_{sd} = \frac{\Delta\sigma}{\sigma^*}, \quad (5.15)$$

gdje je σ^* inicijalni skok naprezanja, a $\Delta\sigma$ razlika inicijalne najveće vrijednosti naprezanja i najvećeg pada naprezanja koji je nastupio nakon njega [8], [67]. Manji udio rezultira ravnijim dijelom granice stlačivanja [67].

Tlačna čvrstoća računa se još i kao:

$$\sigma = \frac{F}{A \times P_{stvarna}}, \quad (5.16)$$

gdje je F tlačna sila, A površina poprečnog presjeka i $P_{stvarna}$ poroznost pjene koja se dobije iz izraza:

$$P_{stvarna} = 1 - \frac{\rho_{stvarna}}{\rho_{Al}} \quad (5.17)$$

gdje je ρ_{Al} gustoća aluminija, a $\rho_{stvarna}$ gustoća pjene [46].

Gustoća ima veliki utjecaj na nivo naprezanja što je vidljivo prema njegovoj formuli:

$$\sigma_{pl} = A \left(\frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^B, \quad (5.18)$$

gdje je A koeficijent očvršćivanja, ρ_s gustoća baznog materijala, ρ gustoća pjene, a B je eksponent relativne gustoće i ide od 1,5 do 3 [63]. S porastom relativne gustoće, raste i nivo naprezanja [5]. U usporedbi s jednolikom gustoćom, pjene s različitim gustoćama po slojevima nemaju značajni nivo naprezanja. Granica stlačivanja je manja kod uzoraka slojevite gustoće, a naprezanje raste više, dok je kod uzoraka s jednolikom gustoćom veća [63].

Pjene su napravljene pomoću taljenja s dodatkom TiH₂. Omjer promjera s pjenom relativne gustoće od 0,12 do 0,18 je 1,36 s tolerancijom od $\pm 0,14$. Veću srednju vrijednost promjera ima longitudinalni smjer (smjer pjenjenja), kojemu je veća i granica stlačivanja. Uz to, dio koji uključuje granicu stlačivanja mu je dosta nepravilniji i neravnomjeran., ali je veći nego u transverzalnom smjeru kao i apsorpcija energije [67].

Nivo naprezanja se također može računati kao:

$$\sigma_{pl} = \frac{\int_0^{\varepsilon_d} \sigma(\varepsilon) d\varepsilon}{\varepsilon_d}, \quad (5.19)$$

pri čemu je: $\sigma(\varepsilon)$ trenutno naprezanje, a ε_d deformacija zgusnutosti [63]. Fluktuacija naprezanja nakon granice stlačivanja, tj. u dijelu nivoa naprezanja je karakteristika krhkih pjena. Na takvo kretanje utječe bazni materijal s krhkim fazama. Nakon granice stlačivanja, ćelije se deformiraju i pucaju što uzrokuje dijelom pad naprezanja. Sila se, potom, prebacuje na susjedni dio i naprezanje ponovno raste do idućeg pada. Promjer velikih ćelija tijekom deformacije se smanjuje dok se ne deformira. Pri tome se broj ćelija s velikim porama smanjuje, a povećava s manjim [83]. Čak se smatra da se nivo naprezanja može računati kao aritmetička sredina naprezanja kada je deformacija u rasponu od 20 do 40 % [53].

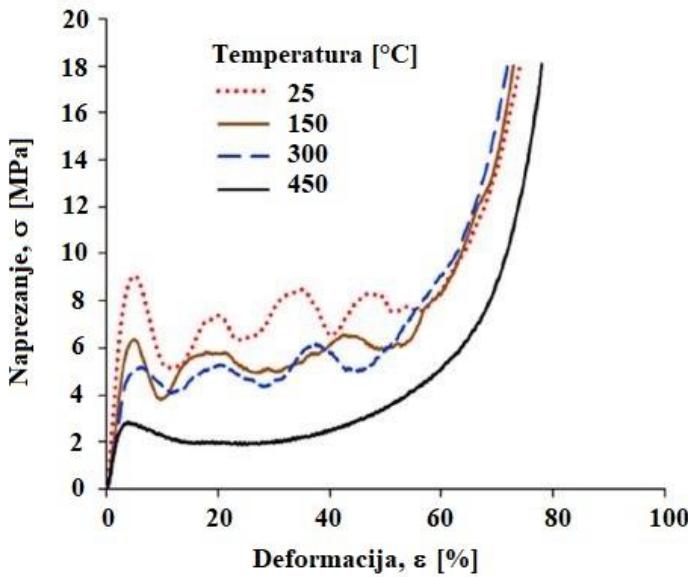
U trećem dijelu dodiruju se suprotni zidovi pore pri visokim deformacijama. Naprezanje počinje ponovno rasti pa se, s malim promjenama deformacije, napravi veliki skok u naprezanju. Ovaj dio započinje deformacijom zgusnutosti [25]. Deformacija započinje na najslabijim dijelovima i kada dosegne veći dio, na najslabijem dijelu dolazi do loma. Ćelije se počinju doticati i nestaje praznog prostora [36], [53]. Na maloj deformaciji 1-2 % pjena se elastično deformira. Drugi dio koji je u koji završava u intervalu od 60 do 80 % deformacije predstavlja nivo naprezanja, a ostalo, iznad tog postotka, odgovara početku deformacije zgusnutosti [84]. Deformacija zgusnutosti događa se kada efikasnost apsorpcije dođe do maksimuma. Pjena s većom gustoćom ima manje pore, kolaps pjene odvija se ranije, smanjuje se plastični dio u dijagramu i deformacija zgusnutosti započinje ranije [63].

Deformacija zgusnutosti može se računati prema izrazu:

$$\varepsilon_D = 1 - A \frac{\rho_f}{\rho_s}, \quad (5.20)$$

pri čemu je A konstanta materijala koji iznosi za aluminijeve pjene od 1,4 do 3 [36].

Autori su istražili kako promjena temperature utječe na promjenu svojstava pjene prilikom tlačnog testa. On je proveden na pjenama napravljenim procesom taljenja legure A356 s dodatkom 1 % TiH₂ pri temperaturama od 25, 150, 300 i 450 °C. Povećanjem temperature s 25 na 450 °C, tlačna čvrstoća opada 2.62 puta s 6.87 na 2.62 MPa. Na sobnoj temperaturi, pjena se krhko ponaša. U početku je porast naprezanja jednolik s porastom deformacije do granice stlačivanja, a zatim opada. Tijekom sabijanja na sobnoj temperaturi, pokazalo se da deformacije rastu i očvršćivanje je vidljivo kroz valoviti dio nivoa naprezanja. Porastom temperature, dinamička rekristalizacija i omekšavanje se javljaju i reducira se valovito područje. Time krhka legura s nižom temperaturom, na višima se ponaša kao žilava legura. Na 25 °C vidljiv je krhki lom, dok je na 150 °C malo mekši, ali tu dolazi i do smanjenja čvrstoće. Na 300 stupnjeva, postignuto je dodatno omekšavanje, iako imao nekih ostataka krhke strukture. Granica stlačivanja i nivo naprezanja se smanjuju. Na 450 °C struktura može biti stlačena bez pucanja zidova, žilavost se vidi u nedostatku valovitog područja kod nivoa naprezanja, a ima najmanja naprezanja pri deformaciji, slika 5.4. Na 450 °C, prilikom tlačenja, pore su deformirane, a na nižim temperaturama su vidljivi i lomovi prilikom tlačenja. Na 192 °C ova legura prelazi iz krhkog u žilavo stanje kad prijeđe navedenu prijelaznu temperaturu. Povišenjem temperature, smanjuje se mogućnost apsorpcije energije, dok je kod 25 i 150 °C najveća apsorpcija energije [85].



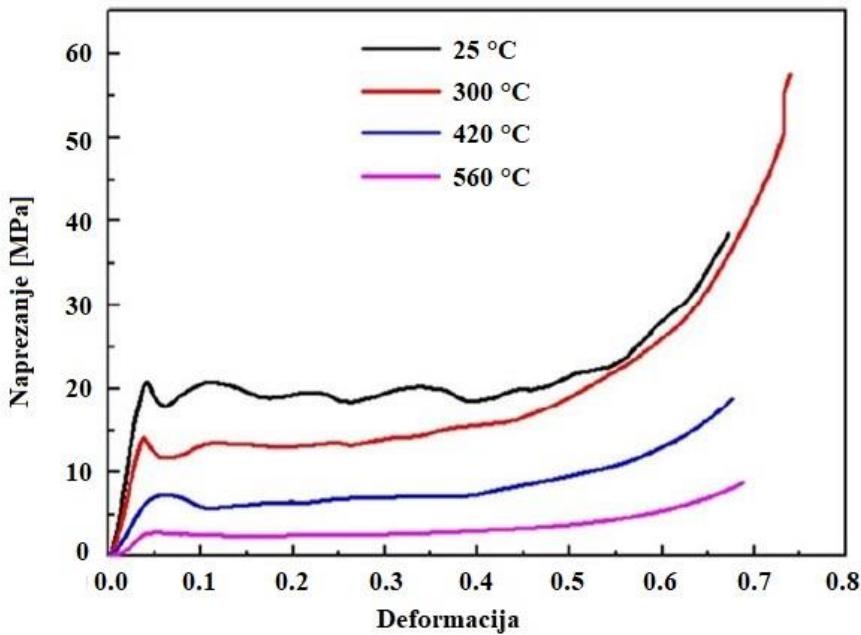
Slika 5.4. Promjena tlačnih svojstava s promjenom temperature sabijanja [85]

Još su jedni autori istražili ponašanje pjene prilikom tlačnog testa na različitim temperaturama. Pjene su izrađene korištenjem 0,4 % TiH₂ metodom s prahom Alulight. Ispitivanja na višim temperaturama su provedena na 100, 200, 300, 400, 500 i 550 °C te sobnoj temperaturi. Najveća ovisnost svojstava na sobnoj temperaturi, bila je primarno u baznoj leguri, a potom u anizotropnosti i pukotinama te poroznosti same pjene. Postoje dva mehanizma loma, žilavi i krhki. Legure AlSi12 i AlMg1Si0,6 imale su žilavi prijelom. Uobičajeno lijevane legure imaju krhki, dok gnječilačke imaju plastičnu deformaciju. Kod krhkikh legura, pucanje slojeva dolazi sloj po sloj što dovodi do velikog pada naprezanja i srednji dio krivulje tlačnog testa konstantno raste i pada, što je pokazano i u radu [86] gdje je vidljivo da, nakon granice stlačivanja, nastupa pad. Veličina prvog pada naprezanja ovisi o prosječnoj veličini pora. Za žilave legure, plastično izvijanje je prisutno kod svih zidova čelija koje dovodi do naknadnog širenja pjene na bočnim stranama što dovodi do glatke zone nivoa naprezanja. Kod viših poroznosti, pad naprezanja može biti vidljiv i kod pjene čistog aluminija i gnječilačkih legura zbog povišene heterogenosti. Svojstva pjene na višim temperaturama ovisi o baznoj leguri koja se koristi. Za žilave materijale, ako je temperatura iznad 0,3 $T_{taljenja}$, toplina omogućuje dislokacije, difuzijski tok i rekristalizaciju metala. Kod krhkikh legura, ta temperatura omogućuje pojavu koagulacije pora i dolazi do žilavog loma i zaglađenje krivulje. S porastom temperature, nivo naprezanja i tlačna čvrstoća se smanjuju prilikom tlačnog testa. Kod nekih legura javlja se očvršćivanje. Deformacija zgusnutosti značajno raste s temperaturom, što je vidljivo kod legure AlSi12. Žilavi materijali imaju gotovo temperaturno neovisne vrijednosti.

Elastičnost bavnog materijala omogućava zidovima celija postizanje više relativne deformacije. Ujedno je i deformacija uvjetovana smanjenjem tlačne čvrstoće na višim temperaturama. Pjena AlSi12 je do 200 °C elastično krhka, a iznad žilava. Porast plastičnosti AlSi12 povećava deformaciju zgusnutosti s porastom temperature. Krhka pjena prvo se deformira i puca na najslabijem dijelu, dok su ostali dijelovi netaknuti jer su elastičniji. Visoka čvrstoća materijala, sprječava kasniju punu deformaciju već srušenih zidova. Kada se svi zidovi uruše, ostaje još malo slobodnog prostora za sabijanje i taj se prostor još dodatno uruši. Porast naprezanja u tom dijelu je sporiji. Žilave pjene se deformiraju na najslabijoj liniji, a daljnja deformacija ne mora biti njoj susjedna, nego prva najslabija linija. Manja čvrstoća omogućava naknadnu deformaciju srušenih zidova, slobodni volumen nakon deformacije je manji, a bočna ekspanzija je veća. Porast temperature općenito rezultira padom tlačne čvrstoće i apsorpcije, a rastom deformacije zgusnutosti i duljine nivoa naprezanja. Al99.5 i AlMg1Si0.6 imaju žilavi prijelom, a AlSi12 krhki do 200 °C, a iznad mješavinu. Iznad 300 °C nema razlike među legurama u ponašanju [36]. Slične rezultate dobili su i autori u radu [87].

Potrebno je pažnju posvetiti i temperaturi pjenjenja. Ukoliko je previsoka temperatura, debljina zidova se smanjuje, a pore rastu. Promjer celija s visokim temperaturama raste i lakše je doći do loma pjene. Na nižim temperaturama, nastaje više zidova koji daju pjeni veću otpornost deformaciji [88].

Pjene su izrađene od Al-Si legure procesom taljenja na 750 °C, uz dodatak 3% Ca. Tretirani TiH₂ s 1,5% dodao se leguri i zagrijavao na 660 °C u vremenu od 6 minuta. Temperature za tlačni test bile su 25, 300, 420 i 560 °C. Ispitivalo se statičko i dinamičko naprezanje. Sve krivulje tlačnog testa započinju s linearnim dijelom, a nakon postizanja maksimuma, dolazi do naglog pada opterećenja. To može biti posljedica krhkosti zidova. Maksimum označava tlačnu čvrstoću pjene. Ona porastom temperature s 25 na 560 °C, pada više od 7 puta s 20,87 MPa na 2,84 MPa, slika 5.5.



Slika 5.5. Dijagram naprezanja i deformacije na razlicitim temperaturama sabijanja [89]

Ovo je moguće zbog omekšavanja zidova čelija legure do dinamičke rekristalizacije ili rasta zrna zbog visoke temperature koje dovodi do omekšavanja. Nagli pad naprezanja vidljiv je na nižim temperaturama. Nivo naprezanja manje oscilira na višim temperaturama. Ovo je povezano s varijacijom načina deformacije. Zbog krhkosti, prijelom zidova čelija započinje na najslabijim područjima što rezultira naglim padom krivulje u tlačnom dijagramu. Dinamička tlačna čvrstoća raste s porastom brzine deformacije, a pada s porastom temperature sa maksimalnih 37 MPa na 25 °C na minimalno 9,45 MPa na 560 °C. Na zadnjoj temperaturi postoji, na kraju, lagani pad čvrstoće s brzinom, ali to je zbog mogućeg odstupanja većih pora ili nepravilnosti. Veće temperature rezultiraju manjom čvrstoćom pjene zbog efekta omekšavanja na višim temperaturama. Povećanje čvrstoće događa se povećanjem brzine deformacije, a smanjuje se s porastom temperature [89].

Metodom taljenja napravljena je pjena od legure A365, 1% TiH₂ i 2% Ca. Tlačni se test izvodio na 3 temperature, -196, 25 i 250 °C. Najveći dio apsorbirane energije je u dijelu nivoa naprezanja od 5 do 60 posto deformacije. Kružnih čelija ima otprilike 22 i 34 %, dok su ostalo eliptične, gledajući sve smjerove sabijanja. Javljuju se najviše i eliptične čelije u x smjeru oko 34 % tako da im je veći promjer paralelan sa silom tlačenja i one mogu podnijeti veće naprezanje. 63,4 % je eliptičnih pora u y smjeru i one su okomite na smjer sabijanja i mogu podnijeti manje naprezanje. U z mjeru čelije su pod kutom, najviše oko 45 °C na zadanu silu, a takve će čelije izdržati veće naprezanje od y smjera, a manje od x smjera. Razlika najvećeg

naprezanja na granici stlačivanja i najmanjeg padom s granice stlačivanja naziva se amplituda. Najveći pad nakon granice stlačivanja je kod x smjera, a najmanji kod y. Mehanička svojstva padaju s porastom temperature. Kolaps čelija je krhak na -196 °C, a žilav na 25 °C. Deformacija zgusnutosti najveća je u svim smjerovima na 250 °C gdje je vidljivo žilavo ponašanje materijala, dok je nivo naprezanja najveći kod -196 °C gdje je primjetna krhkost [90].

Prosječna sila loma za pjene koje su napravljene u sendvič konstrukciji:

$$P_{af} = P_{ae} + C\sigma_{pl}b^2, \quad (5.21)$$

gdje su P_{af} prosječna sila loma tube punjene pjenom, P_{ae} prosječna sila loma prazne tube i σ_{pl} nivo naprezanja. C je koeficijent očvršćivanja koji je povezan s interakcijom između tube i unutrašnjosti, a b^2 kvadrat duljine tube. Veća gustoća pjene dovodi do veće apsorpcije energije, dakle povezana je i s unutrašnjosti tube. Tuba je napravljena od aluminija 6061 i pjene su umetnute unutar te tube. Pjene su napravljene taljenjem s TiH₂ kao agensom i dodatkom kalcija i dušika. Prema dijagramu sile pomaka vidljivo je da je veća vrijednost sile napunjen tube, nego samih tube i pjene. Sila pjene u tubi je veća od zbroja prazne tube i pjene bez tube. Ostatak predstavlja utjecaj interakcije pjene i tube. Zaključak je da se apsorbira više energije kada je veća interakcija između jezgre pjene i tube [76].

5.2.2. Apsorpcija energije

Apsorpcija energije pojedine pjene računa se kao:

$$W_v = \int_0^{\varepsilon_d} \sigma(\varepsilon) d\varepsilon, \quad (5.22)$$

gdje su naprezanje σ i deformacija ε dijelovi dijagrama ovisnosti naprezanja o deformaciji dobivenog nakon tlačnog ispitivanja, dok ε_d predstavlja deformaciju zgusnutosti [3], [5]. Kod deformacije zgusnutosti naprezanje naglo poraste pri maloj promjeni deformacije [5]. Pjene sa jednolikom gustoćom sabijaju se sloj po sloj, a pjene slojevite gustoće sabijaju se od sloja najmanje gustoće prema većoj. Najbolja mehanička svojstva pokazuju pjena slojevite gustoće kojoj su najveće pore smještene u sredini, a manje na rubovima [63]. Aluminijske pjene mogu apsorbirati do 10 J energije volumenu od 1 cm³ [5]. Za bolju apsorpciju energije, poželjno je da materijal ima što veću ravnu liniju dijagrama, tj. nivo naprezanja [3]. Apsorpcija energije raste s porastom relativne gustoće [5]. Ona ovisi o interakciji različitih vrsta opterećenja, primjerice savijanja i izvijanja, također ovisi i o očvršćivanju te stopi deformacije. Očvršćivanje utječe na način da povećava udarnu silu, a smanjuje deformaciju [3]. Apsorpcija

energije pada s porastom temperature sabijanja [36]. Ako je sila veća od sile nivoa naprezanja, kapacitet apsorpcije je veći, a u protivnom je manji. Kod većih sila, vidljivo je kako je potpuno aktiviran nivo naprezanja te je tada kapacitet pjena s većom gustoćom, veći [3].

Apsorbirana je energija još definirana i kao površina dijagrama do 50 % deformacije e i definirana je standardom kao apsorpcija energije (W_{50}).

$$W_{50} = \int_0^{e_{0,5}} \sigma de, \quad (5.23)$$

pri čemu je σ naprezanje.

Apsorpcija energije može se računati i kao:

$$E(d) = \int_0^d F(x)dx, \quad (5.24)$$

Pri čemu je $F(x)$ tlačna sila, a d deformacija [61].

Kako bi se evaluirala apsorpcija energije, moguće je usporediti dobivenu apsorpciju s apsorpcijom idealnog apsorbera koji postiže konstantno naprezanje uz povećanje deformacije. Prema tome je moguće je računati efikasnost apsorpcije energije W_e :

$$W_e = \frac{W_{50}}{\sigma_{max} * e_{0,5}}, \quad (5.25)$$

s tim da je σ_{max} najveće naprezanje do 50 % deformacije.

Efikasnost apsorpcije energije parametar je koji prikazuje omjer trenutnog materijala koji apsorbira energiju i idealnog materijala koji može apsorbirati te se može prikazati i jednadžbom [3]:

$$\eta = \frac{\int_0^s F(s')ds'}{F_{max}(s)s}, \quad (5.26)$$

gdje je F_{max} najveća sila koja se postiže do deformacije s , a $F(s')$ trenutna sila. Idealni apsorber odmah postiže maksimalno naprezanje i održava ga tijekom tlačnog procesa [3]. Deformacija zgušnutosti se pojavljuje kada efikasnost apsorpcije dođe do maksimuma [63].

Efikasnost apsorpcije može se računati i prema izrazu:

$$\eta(\varepsilon_a) = \frac{\int_0^{\varepsilon_a} \sigma(\varepsilon)d\varepsilon}{\sigma_a}, \quad (5.27)$$

pri čemu je: $\sigma(\varepsilon)$ trenutno naprezanje, a σ_a naprezanje deformacije zgušnutosti ε_a [63].

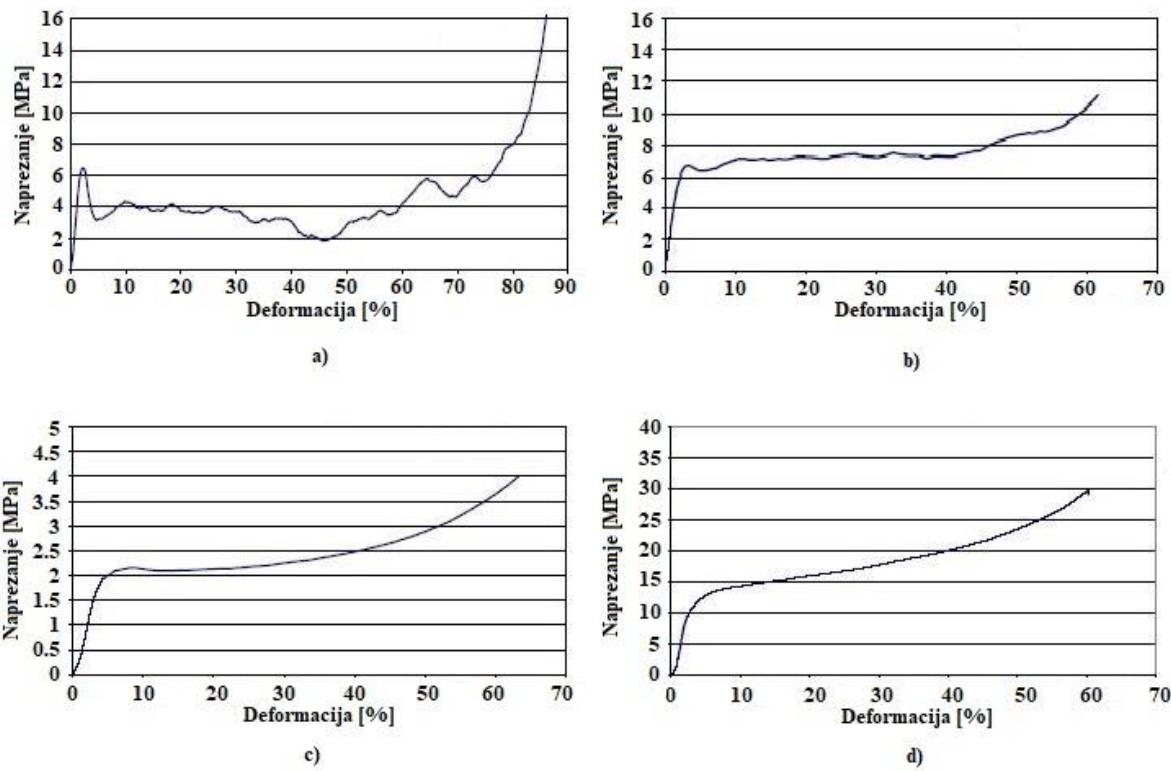
Pjene napravljene Alulight procesom s TiH₂ agensom, pokazale su da, manje relativne gustoće, dovode do duže linije nivoa naprezanja, ali pri manjim naprezanjima. One s manjom gustoćom apsorbirale su više energije pri manjim silama (20, 30 kN) od pjena s većom gustoćom. Nadalje, kod sile od 40 kN, pjene s manjom i srednjom gustoćom apsorbirale su više energije, dok su pjene s najvećom gustoćom apsorbirale najviše energije pri sili od 50 kN. Isto tako, najveći koeficijent efikasnosti apsorpcije energije pri gotovo svim silama imale su pjene s najmanjom gustoćom, osim kod najvećih sila [3].

Specifična apsorpcija energije računa se kao:

$$E_v = \frac{\int_{\varepsilon_0}^{\varepsilon_d} \sigma d\varepsilon}{\rho}, \quad (5.28)$$

gdje je ε_0 veličina na početku bez deformacije, ε_d je deformacija zgusnutosti te σ naprezanje i ρ gustoća materijala. [21].

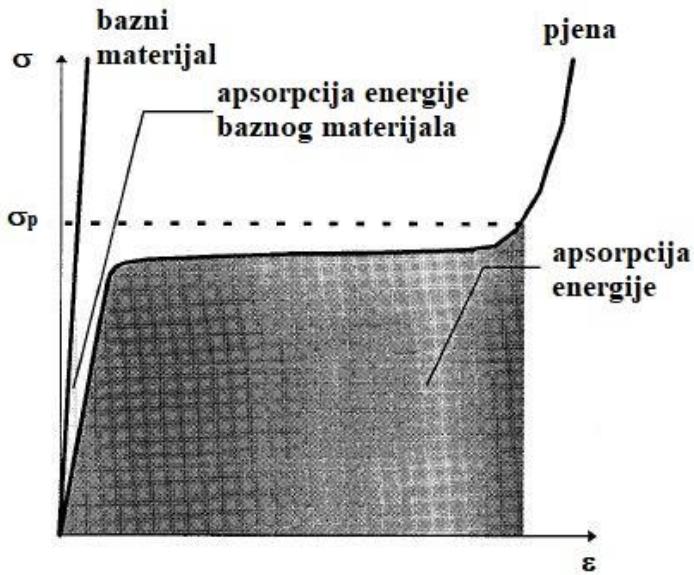
Pjene se mogu deformirati na više načina. Vidljive su četiri skupine dijagrama prema ponašanju pjena tijekom tlačnog testa: jako krhka pjena sa značajnom dezintegracijom, krhka pjena bez značajne dezintegracije, žilava pjena sa vidljivim ravnim dijelom nivoa naprezanja i žilava pjena bez ravnog dijela nivoa naprezanja, slika 5.6. Prvi lokalni maksimum je nazvan naprezanje kolapsa, a zadnji maksimum je kraj nivoa naprezanja. To je mjesto gdje efikasnost apsorpcije više ne raste. Krhka pjena pukne kroz dezintegraciju tijekom drugog dijela plastičnog naprezanja. Kod žilave imamo plastičnu deformaciju i gotovo nema dezintegracije ni loma. Prvi pad u dijagramu može nastupiti odmah nakon rasta u elastičnom području ili nakon određene deformacije. Veliki padovi dovode do smanjenja efikasnosti apsorpcije. Duljina deformacijske dužine je manja kod žilavih jer nema dezintegracije. Žilave pjene nemaju izraženi pad nakon granice stlačivanja, slika 5.6. b) i c). Kod tih pjena, nivo naprezanja je gladak jer ne dolazi do očvršćivanja. Za razliku od njih, krhke pjene imaju valovito područje nivoa naprezanja jer se sabija sloj po sloj, a nakon sabijanja svakog sloja, sila na dijagramu pada, a zatim opet raste, slika 5.6. a) i b) [91].



Slika 5.6. Usporedba dijagrama naprezanje-deformacija za a) krhku pjenu, b) krhku pjenu, c) žilavu pjenu s ravnim nivoom naprezanja, d) žilavu pjenu bez ravnog dijela nivoa naprezanja [91]

Apsorpcija energije ovisi o temperaturi na kojoj se vrši tlačni test. U radu je napravljen tlačni test na temperaturama 25, 200, 350 i 500 stupnjeva. Apsorpcija energije pada s rastom temperature ispitivanja [92]. Apsorpcija energije cijevi ispunjene pjenom, veća je od prazne cijevi [93].

Sa slike 5.7., vidljivo je kako pjena može apsorbirati više energije za razliku od punog materijala jednake bazne legure [94] [6]. Bazni puni materijal ima veću gustoću. Iz tog razloga naprezanje koje on može podnijeti je dosta veće, ali nema izraženi nivo naprezanja. Materijal manje gustoće prolazi kroz konstantni dio naprezanja i ima veću apsorpciju jer mu je površina ispod krivulje naprezanja veća. Utjecaj na apsorpciju ima i materijal, kao i gustoća pa tako legura AlMgSi0,6 s 0,4% TiH₂ apsorbira više nego AlSi10 s 0,8% TiH₂ [94].



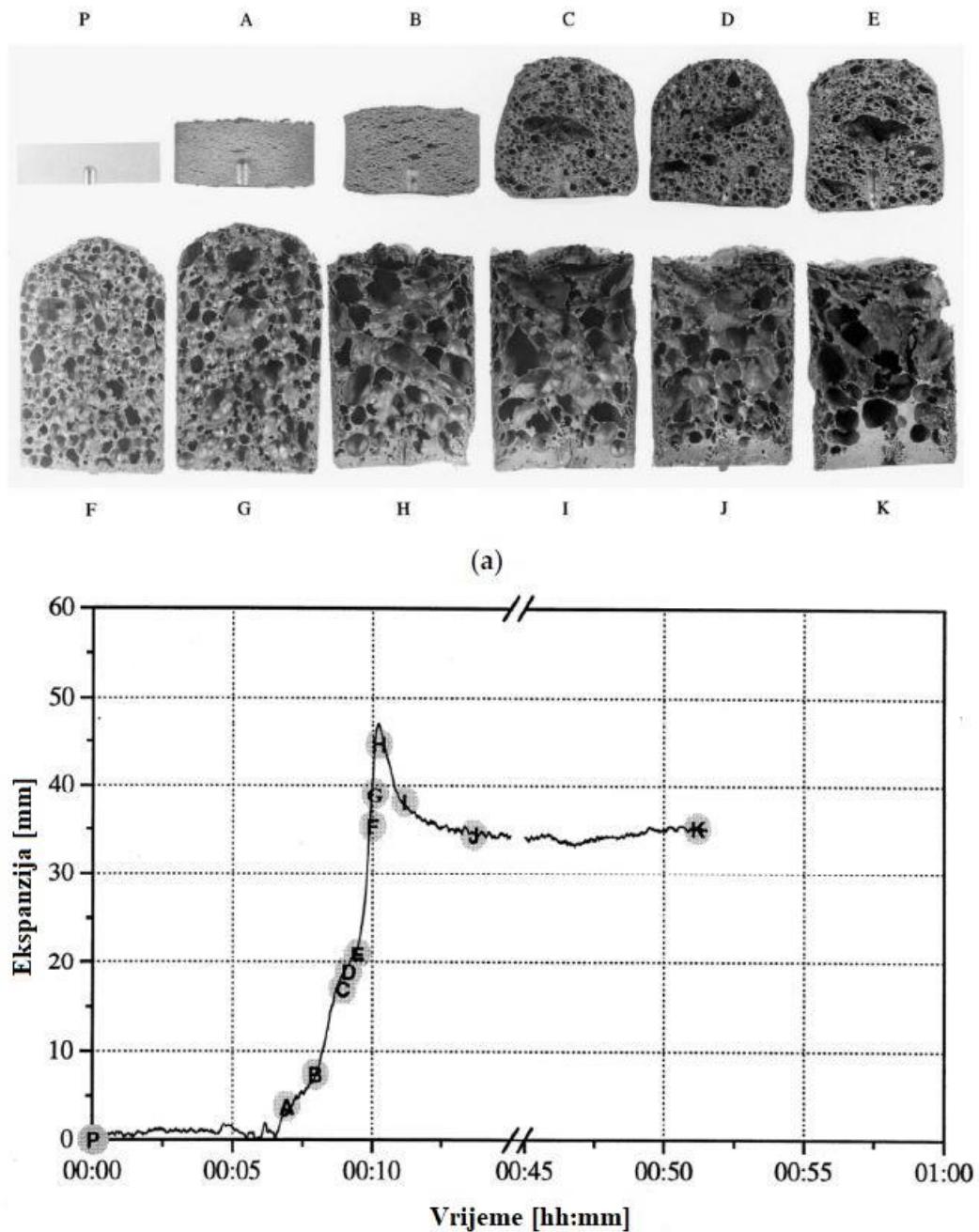
Slika 5.7. Usporedba tlačnih svojstava punog materijala i pjene [95]

5.3. Usporedba svojstava pjena napravljenih različitim metodama

Postoje dva glavna načina dobivanja pjena s obzirom na svojstva koja se mogu postići. Kako je već prethodno navedeno, dijele se na stvaranje mjehurića plina u polurastaljenom ili rastaljenom stanju te na stvaranje pora izravnim upuhivanjem plina u rastaljeni materijal [6]. Direktna metoda s ubacivanjem čestice od koje se dobiva pora je jeftinija, ali daje srednju kvalitetu uzorka, dosta lošiju u usporedbi s indirektnom metodom. Glavna mana indirektne metode je skuplja izrada, iako je proces stabilniji i bolja je kvaliteta krajnjeg proizvoda [37]. Metoda taljenja je efektivna metoda, ali se koristi više za stvaranje pravilnih oblika, dok metoda prahova ima mogućnost oblikovanja pjena i dosta manje temperature pjenjenja [47]. Tolerantnija je na nečistoće praha [96]. Spada u najčešće korištene metode, ali ako smjesa nije dobro izmiješana može doći do većih pora koje nisu prihvatljive zbog pogoršanih mehaničkih svojstava [32]. Kod izrade pjena metodom taljenja, atmosfera peći, tlak i reaktivnost plina s talinom imaju najveću ulogu u gustoći pjene. S porastom gustoće, raste i granica stlačivanja. Gustoća kod ovakvog procesa izrade nema utjecaj na tvrdoću. Na pjene utječe i faktor senzitivnosti mehaničkih svojstava na koji veliki utjecaj ima senzitivnost baznog materijala, efekt mikroinercije, protok plina u ćeliji, oblik i veličina pore te nepravilnosti pore [97].

Upuhivanje plina u talinu jedna je od metoda pjenjenja, ali je kontrola tog procesa otežana pa se njome manje rukuje [32]. Kod nje je vidljiva anizotropija uzorka zbog gravitacije [72]. Lasersko taljenje jedna je od novijih metoda koja omogućava izradu dijelova kompleksnijeg oblika [32].

Metoda prahova omogućuje dobivanje pjene s manjim, homogeno raspoređenim porama [50]. Sa slike 5.8. vidljivo je kako se pjena različito ponaša s različitim vremenima pjenjenja. Može se zaključiti da je vrijeme pjenjenja jedan od bitnih faktora za postizanje homogene strukture i veće ekspanzije. Vrijeme treba pratiti za svaku leguru i svaku količinu agensa posebno jer unutar jedne minute može doći do koagulacije i od rasta pjene do urušavanja [98].



Slika 5.8. Promjena ekspanzije s promjenom vremena pjenjenja [98]

6. AGENSI ZA PJENJENJE

6.1. Agensi za otvorene čelije

Najčešći čuvar prostora (*engl. space holder*) je kuhinjska sol, a od ostalih se koristi ureja, himalajska sol, šećer, polimerni materijali, karbonati i ostalo. Sol ima visoku temperaturu tališta i brzo otapanje u vodi. Nije toksična i njezina cijena je minimalna, u odnosu na druge. Mana je što pjene napravljene korištenjem soli brže korodiraju ako ona zaostane u porama [1] [99] [100].

Upjenjavanje s urejom započinje miješanjem prahova, kompaktiranjem i sinteriranjem na 500, 550 i 600 °C. Gustoća pada s porastom postotka ureje i temperature sinteriranja. Na 500 °C je najmanja tlačna čvrstoća jer se prahovi aluminija ne povežu dovoljno. Na 550 °C i omjeru 50 % ureje je najveća čvrstoća u odnosu na druge udjele od 60 i 70 %. Povećanjem ureje, smanjuje se čvrstoća. To je povezano s većim brojem pora. Povećanjem temperature, smanjuje se čvrstoća vjerojatno zbog povezanosti oksida na višim temperaturama. Miješanje je potrebno za postizanje ujednačene strukture [101]. Još su jedni autori potvrdili kako je optimalan dodatak NaCl do 60 %, gdje se poveća poroznost, ali ne smanjuju se mehanička svojstva u većem postotku [102].

6.2. Agensi za zatvorene čelije

Najčešći agensi za zatvorene čelije su karbonati i hidridi. Primjeri su TiH_2 , $CaCO_3$, MgH_2 , ZrH_2 , a kao alternative se koriste $LiBH_4$, $LiAlH_4$ [103] [104]. Općenito metalne hidride karakterizira: visoka toplinska vodljivost, električna otpornost, tvrdoća, ali i krhkost [70]. Razlaganje hidrida se obično odvija od 500 do 700 °C, što je dosta manja temperatura od temperature razlaganja karbonata [70]. Metoda taljenja radi se s agensom za pjjenjenje ili upuhivanjem plina [103]. Još jedan od agenasa koji se može koristiti je K_2CO_3 , ali za materijale s većom temperaturom tališta od aluminija [79]. Polimer koji je korišten kao agens za pjjenjenje je $(CH_3)_3SiO((CH_3)HSiO)nSi(CH_3)$. Ovaj je agens dodan metodom zavarivanja pod tlakom kako bi se pokazala mogućnost zamjene titanijevog hidrida. Koliko god je titanijev hidrid dobar kao agens, dobiva se Al_3Ti spoj koji je krhak. Hidrid je vatro i eksplozivno opasan i mora se s njim pažljivo rukovati. Sam je proces ponovljen kroz više prolaza kako bi se agens dobro izmiješao u baznom materijalu. Nakon toga je izvršena piroliza za dobivanje pora u materijalu. Što je manja temperatura pirolize bila, veća je gustoća. Kod većih temperatura, preko 600 °C,

gustoća počinje rasti zbog bijega plina. Toplinska obrada može povećati apsorpciju do 80 % [105].

6.2.1. Titanijev hidrid

TiH_2 se često koristi kod metoda s rastaljenim aluminijem zbog svoje slične temperature raspada s temperaturom tališta aluminija. Prilikom razlaganja nastaju na titanij i vodik [42] [96]. Brzo se razlaže i ima visoki specifični udio vodika. U procesu FORMGRIP stvara se zaštitni sloj oksida na površini praha TiH_2 koji eliminira problem preuranjenog razlaganja plina [96]. Ima jednu od najnižih temperatura razlaganja od otprilike $490\text{ }^{\circ}\text{C}$, dok ostali česti agensi imaju dosta veću temperaturu [42]. On ima veću gustoću od aluminija pa može doći do taloženja na dnu taline [106], [107]. Loša strana titanijevog hidrida je u tome što proizvodi hidrid i postoji mogućnost od zapaljenja [51]. Isto tako potrebni su stabilizatori jer može doći do izlaska plina tijekom disperzije u talini [108]. Zbog temperaturnog neslaganja s talištem legure, moguće je da se plin otpusti dok je još legura u krutom stanju. To se može rješavati predtretmanom TiH_2 ili ubrzanjem procesa taljenja. Cijena agensa je otprilike od 80 do 100 dolara po kilogramu što povećava cijenu cjelokupnog procesa pa bi naknadni tretmani još dodatno podigli tu cijenu. Njegov trošak predstavlja 10 % cjelokupnog troška pjene, a 25% od troška početnog materijala [104]. Kako bi se poboljšala produktivnost pjenjenja s titanijevim hidridom, njega se predoksidira, a neki autori su prikazali proces elektroplatiranja niklom. Pokazalo se kako se poroznost pjene povećala. Spomenuto je i kako dodatkom agensa zvučna izolacija najprije opada, a zatim raste [109].

Kod pjena s titanijevim hidridom u rastaljenom stanju, javljaju se faze Al , Al_4Ca i Al_3Ti koje su svjetlo sive boje, dok istim postupkom dodatkom kalcijevog karbonata nastaju Al i Al_4Ca jednake boje [28] [42]. Aluminij i kalcij s titanijem na visokim temperaturama stvaraju navedene spojeve jer je titanij na tim temperaturama reaktivniji. Ti spojevi povećavaju viskoznost i čvrstoću, ali smanjuju žilavost. Kao posljedica, mogu biti vidljive mikropukotine [110]. Titanijev hidrid i intermetalni spoj Al_4Ca daju maji Youngov modul i igranicu stlačivanja, od same aluminijeve matrice, iako je tvrdoća tih spojeva veća. Oni, zajedno s Al_3Ti , smanjuju žilavost i imaju krhki lom [28]. Autori u članku [28] napominju da pjenjenje s titanijevim hidridom dovodi do krhkosti zbog faza koje nastaju miješanjem hidrida i aluminija. Jedne od tih faza su Al_2Ti i Al_3Ti . Krhke faze u pjeni, ubrzavaju nastanak pukotina.

Autori su pjenili aluminijevu leguru na $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ u trajanju od 10 minuta s dodatkom 1, 2, 3, 4 i 5 % TiH_2 . Najveća tlačna čvrstoća javlja se s dodatkom 2 % TiH_2 , u odnosu na ostale,

dok su najmanje čvrstoće izmjerene pjenama s dodatkom od 1 i 5 %. S obzirom na jednako vrijeme pjenjenja pri temperaturi od 800 stupnjeva, vidljivo je da uzorci 3, 4 i 5 % koaguliraju jer imaju veći postotak TiH₂ i vrijeme je, za te postotke, predugo tako da su se pore spojile i koagulirale [111]. Autori su promatrali veličinu pore, kao i poroznosti na pjeni napravljenoj metodom taljenja. Pri tome su varirani, temperatura, brzina miješanja i postotak TiH₂ (1- 2 %). Zaključak je da s porastom temperature upjenjavanja i brzine miješanja, a smanjenjem postotka TiH₂ dolazi do smanjenja veličine pora. Porast postotka poroznosti događa se s porastom temperature, a smanjenjem brzine miješanja i postotka TiH₂, pri čemu postotak TiH₂ predstavlja najutjecajniji faktor [4].

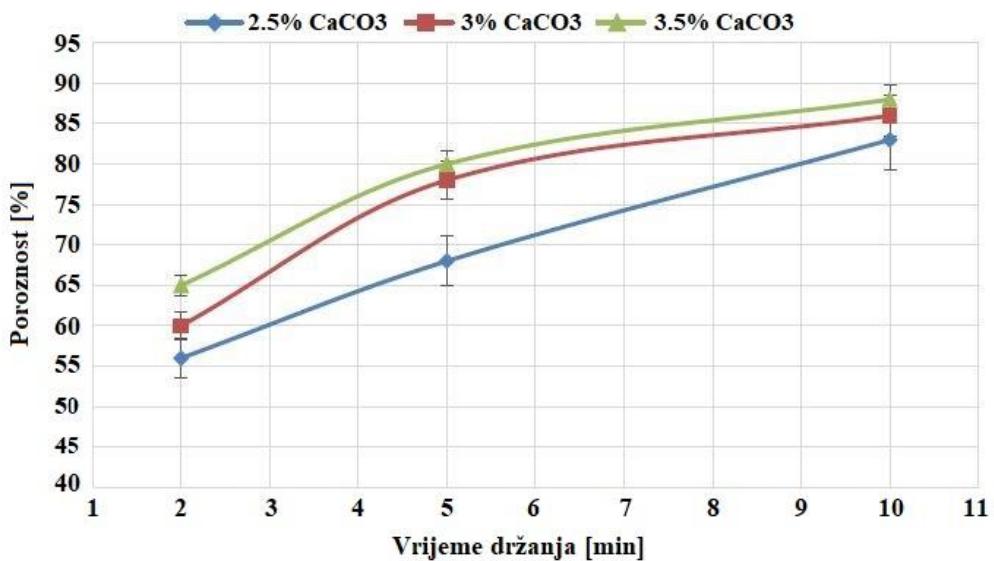
Materijali koji su korišteni u radu [112] bili su Al 1050 i spoj A 5083 + Al 1050 s dodatkom 20 % AlMg5. Pjenjenje s 0,05 % TiH₂ izvedeno je na temperaturama od 690 do 730 °C. Uzorci na najvišim temperaturama od 720 i 730 °C bili su pregrijani i time se smanjila kvaliteta same pjene. Najbolje pjenjenje je na 710 i 690 °C. Optimalna temperatura koja je zabilježena je 690 °C jer je uzorak, pjenjen na toj temperaturi, imao homogenu strukturu. Legura koja je imala jednoličnu raspodjelu i homogenost bila je legura Al 1050.

6.2.2. Kalcijev karbonat

Prah CaCO₃ se, u rastaljenoj otopini, razlaže na ugljikov dioksid koji tvori pore u baznoj leguri. Bijela je anorganska tvar. Karakterizira ga to što je dosta jeftiniji od TiH₂ pa je to jedna od većih prednosti zamjene tih dvaju agenasa [32] [113]. Proizvodnjom pjena metodom taljenja, postiže se, korištenjem ovog agensa, finija zrna [113]. Negativnost procesa je što se ovaj karbonat razlaže na višim temperaturama što rezultira štetnim utjecajem na stabilnost tijekom taljenja, kao i skrućivanja na kraju. Potrebno je više praha kalcijevog karbonata kako bi ekspanzija pjene bila jednak ekspanziji koristeći TiH₂ (1,5 % TiH₂ jednake je ekspanzije kao i otprilike 10 % CaCO₃). S obzirom da se, u ovom slučaju, stvara više produkata oksidacije, materijal nakon pjenjenja može postati krhak [64]. CaCO₃ ima gustoću od 2,71 do 2,83 g/cm³, što je slično gustoći aluminija pa gravitacijski neće utjecati na homogenost procesa. Time će pore biti raspoređene duž cijelog materijala. Razlaganje ovog agensa je između 660 i 930 °C. S istim prosječnim veličinama čestica, karbonat daje veću poroznost i finije zrno od hidrida [107]. Za razliku do TiH₂ koji tvori vodik koji se ne spaja s ostalim elementima, produkt razlaganja karbonata CO₂ tvori s legurom aluminija spojeve kao što su CaO, Al₂O₃, Al₄C₃, MgAl₂O₄. Time se stabilizira pjena na način da se povećava viskoznost i sprječava koagulacija i krupnozrnata struktura na kraju procesa stvaranjem tog zaštitnog sloja. Najveća mana ovog

agensa je visoka temperatura razlaganja pri kojoj on povećava troškove proizvodnje (700 do 900 stupnjeva). Za razliku od njega TiH_2 ima dosta manju temperaturu razlaganja od aluminija i legura, zbog čega je potrebno provesti metode tretiranja površine kako bi se izbjeglo njegovo rano i brzo razlaganje te kako bi se dobila stabilnija pjena [37]. Dodatak karbonata između 0,5 i 4 % talini, dovoljan je za proizvesti okside koji će stabilizirati pjenu [114]. Pri visokim temperaturama, mjehurići zraka rasprše se po talini te stvaraju plinove CO i CO₂, a u spoju s aluminijem stvara se aluminijev oksid koji stabilizira talinu. Povećanje viskoznosti važno je za spriječiti bijeg plina iz taline što se radi dodatkom stabilizatora [29]. Porast CaCO₃ ne utječe značajno na tvrdoću materijala [32].

Pjene su napravljene od praha A356 i 2,5 do 3,5 % CaCO₃. Oksidi nastali na unutarnjim zidovima celija sprječavaju porast pora i koagulaciju. Produljenje vremena držanja, povećava poroznost i količinu razloženog karbonata. On ima višu temperaturu razlaganja i sporije se razlaže od TiH_2 . Promatrano je vrijeme do 10 minuta. Veća je ekspanzija s većim vremenom, ali stopa ekspanzije raste do 5 minuta, a kasnije je ta stopa puno manja [108].



Slika 6.1. Ekspanzija pjene s kalcijevim karbonatom i različitim vremenom držanja [108]

Što je veći postotak karbonata, veći je rast pore s porastom vremena tijekom svih minuta, kao što je veća i poroznost. Promjene poroznosti s 3 na 3,5 % nisu bitno drugačije pa se vezano za tu činjenicu može koristiti 3 % CaCO₃. Porast pore ima svoj limit, a ovisnost mu je i o stabilizirajućim česticama, kao i o vrsti i količini agensa. Najoptimalnije je 3% CaCO₃ zbog homogene strukture pora što povlači i dobra mehanička svojstva. Manje vrijeme miješanja vodi do nehomogenosti u rasprostranjenosti agensa u talini [108]. Isti ovaj autor nastavio je

promatrati mehanička svojstva i zaustavljao je tlačni test na različitim razinama deformacije do 70 % (0, 20, 50, 70 %). Bitno je da visina pjene bude barem 6 - 8 puta veća od promjera. Tlačna čvrstoća mjerena je prema ekstrapolaciji nivoa naprezanja prema deformaciji 0, naprezanju u 20, 30 i 40 posto deformacije te srednjem naprezanju području nivoa naprezanja. Modul elastičnosti određen je prema namještanju linearne krivulje do 4% deformacije. Prvi dio tlačnog dijagrama je elastični dio s djelomično reverzibilnim savijanjem zidova ćelija. Drugi dio je plastična deformacija do 60 % gdje se zidovi tlače, izvijaju i pucaju. Zadnji dio je deformacija zgusnutosti gdje stres naglo raste, zidovi ćelija su spojeni i materijal ima svojstva kao i matrična legura. Ekstrapolacija je dobra za utvrđivanje deformacije zgusnutosti između drugog dijela dijagrama i rasta krivulje u zadnjem dijelu. Rast krivulje dijagrama odvija se s manjim udjelom karbonata i većom gustoćom. U ovom slučaju nema pada nakon granice stlačivanja zbog manjih pora, za razliku od primjerice hidrida koji ima veličinu pora od 4 do 10 mm, a ovdje su do 3 mm. Pora je zbog toga više i propagacija pukotina je manja zbog većeg broja pora na putu i manje udaljenosti između zidova. Porast ćelija prati pad tlačne čvrstoće. Ekstrapolacija je pokazala da, kada su krivulje više, nagib je manji, čvrstoća i apsorpcija su veće. Površina ispod krivulje naprezanja i deformacije raste za veći nivo naprezanja. Kapacitet apsorpcije energije raste s porastom tlačne čvrstoće. Rastom gustoće sa 0,12 na 0,17, modul elastičnosti raste s 21 na 37 MPa, dok čvrstoća ide od 1,65 do 4,64 MPa. Najveći je modul na gustoći 0,14 jer nju prati 3 % CaCO₃ koji daje pjenu s najvećom homogenosti. Relativan Youngov modul izražava se po Ashbyju:

$$\frac{E_f}{E_s} = \left(\frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^2 \quad (6.1)$$

E_f je Youngov modul pjene, a E_s Youngov modul baznog materijala.

Pokazano je kako on nema linearan odnos, kao što je relativna gustoća jer na njega utječe više faktora. Isto tako i gustoća nije na svakom dijelu jednaka. Kontradiktorne vrijednosti dosadašnjih radova posljedica su različitih utjecaja i anizotropnosti, kao i različitih postupaka obrade [115].

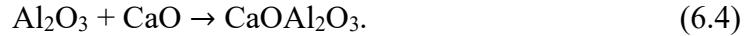
Općenito se na višim temperaturama aluminij može povezati s kisikom:



a na dovoljnoj temperaturi razlaganja, karbonat se razlaže na:



Zatim se Al_2O_3 i CaO spajaju (Al_2O_3 može se dodati i kao zasebna tvar za poboljšanje stabilizacije pjene):



Ovakav spoj koji nastaje stabilizira pjenu, a može nastati i CaAl_2O_4 [116].

Za povećanje homogenosti taline u koju se dodaje kao agens CaCO_3 , moguće je dodati razne metalne prevlake. U jednom slučaju, dodao se NaF na površinu CaCO_3 .



Topivost CaCO_3 i CaF_2 u tekućini je mala pa njihov spoj ostaje kruta tvar. Netretirani uzorak pjene daje veću gustoću od tretiranog što znači da je ova prevlaka dobra za korištenje u spoju s kalcijevim karbonatom [117].

Za razliku od TiH_2 , ovaj agens ima sporiju ekspanziju pa je proces lakše kontrolirati, nije potrebno dodavati stabilizirajuće čestice i ne izgara, kao što se i ne razlaže na najnižim temperaturama što omogućuje praćenje procesa [64].

Uzorci pjene napravljeni su s čistim aluminijem uz dodatak 3, 5, 7 i 12 % kalcijevog karbonata metodom miješanja prahova i sabijanja te metodom taljenja. Pjenjenje se vršilo na $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ i držalo 10 minuta. Dio uzorka je, nakon provedenog pjenjenja metodom iz taline, naknadno hladno sabijen.

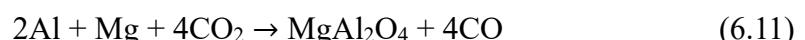
Reakcija razlaganja kalcijevog karbonata može se prikazati kao:



Ovakav bi se proces dogodio da se karbonat razlaže sam bez utjecaja rastaljenog aluminija, dok u aluminiju postoje i reakcije:



Ove reakcije mogu se dogoditi i prije temperature tališta aluminija, dok se reakcija razlaganja događa i nakon $900\text{ }^{\circ}\text{C}$. Ako je u mješavini prisutan i magnezij, dodatne reakcije su:



Termalno razlaganje karbonata manje od 30 % dovoljno je za visoku poroznost pjene. On završava razlaganje na 880 °C, ali s obzirom da se visoka poroznost postiže i do 30 %, onda se može pjeniti od 650 do 750 °C u kratkom roku od 5 do 10 minuta. Pjene napravljene metodom sabijanja pokazale su bolja svojstva i manju gustoću, iako je naknadno sabijanje donijelo poboljšanje svojstava. Najveće gustoće prekursora (više od 99 %), postignute su postotkom agensa od 3 do 7 % i manjim zrnom, dok su druge do 12 % s većim zrnom imale manju efikasnost pjenjenja. Što je manja gustoća pjene, veća je njezina efikasnost pjenjenja. Ako je gustoća prekursora oko 99 %, onda je veličina pora ispod 1 mm. Veće pore imaju one pjene s manjom gustoćom prekursora. Veće zrno agensa, dovodi do većih pora. Metoda sabijanja proizvodi pjene koje imaju ujednačene pore, dok na proizvodnju metodom taljenja utječe tok same taline pa može doći do curenja, nehomogenosti i prevelikog rasta pora. Hladno prešanje pomaže postići manje i homogenije pora kod te metode. Bolja mehanička svojstva postigle su pjene s metodom sabijanja, a najgora pjena napravljena je taljenjem bez sabijanja, a što je povezano s apsorpcijom energije koja je najveća s najvećom efikasnosti pjenjenja [107].

Legura Al-Si-Mg koristila se za izradu pjena. Prvo se na 650 °C miješalo 10 % SiC i legura. Potom je dodan 3,5 % CaCO₃ i naknadno Al12Si. Pjenjenje se provodilo od 650 do 750 °C u razdoblju od 15 minuta. Korištene su dvije vrste karbonata: obični kalcijev karbonat s 4 puta manjim zrnom i vapnenac (*engl. limestone*). Pore su znatno manje nego od TiH₂, iako su legure s karbonatima pjenjene 15 min, a s hidridom 2 min. TGA analiza je pokazala da veličina pora ne ovisi o vrsti CaCO₃, nego samo o veličini agensa. Pore su veće kod hidrida s 2 minute procesa, nego kod karbonata s 15 minuta. Pore su kod karbonata zaglađenije. Vidljivi su ostaci MgO, Al₂O₃ te MgAl₂O₄. Oksidni film je vidljiv na zidovima čelija. Ako se uzme temperatura od 650 °C, ta temperatura je manja od koje koja je potrebna da se 30 % karbonata razloži kako bi se tvorila pjena velike poroznosti do 95 %. Debljina oksida veća je na 650 °C nego 750 °C. Što je veća poroznost, veći je dio površine koji treba biti prekriven oksidom pa je njegov sloj tanji. Suprotno tome, veći postotak karbonata mora biti razložen da se stvari više kisika. Vapnenac ima manju poroznost od sintetičkog karbonata. Ako imamo manje čestice agensa od čestica bazne legure, teško je spriječiti njihovu aglomeraciju na jednom mjestu [96].

Porastom brzine zagrijavanja prekursora, raste temperatura maksimalnog razlaganja kalcijevog karbonata. Tako je primjerice za 10 K/min, 20 K/min i 30 K/min temperatura maksimalnog razlaganja 723, 763 i 770 °C. Veće pore mogu nastati korištenjem CaCO₃ kada se doda više njegovog sadržaja. Time se stvara više pora na istom području, a neke od njih se vremenom mogu i spojiti. Poroznost raste s CaCO₃, kao što raste i veličina pora. Ti porasti su

veći s 5 na 10 % dodatka CaCO_3 , nego s 10 na 15 %. Tvrdoča nema značajan porast s promjenom postotka agensa i temperature [32].

Pjena je napravljena od čistog aluminija i 3, 4 i 5 % kalcijevog karbonata uz dodataka aluminijevog oksida od 1 do 3%. Dodatkom karbonata, miješalo se brzinom 1400 o/min u vremenu od 40, 80 i 120 s. Samo pjenjenje trajalo je 10 minuta na temperaturama od 700, 750 i 800 °C. Pomoću dizajna eksperimenta napravljena je analiza parametara postotka kalcijevog karbonata, Al_2O_3 , temperature 700, 750 i 800 °C te vremena miješanja. Pokazano je kako svi parametri imaju utjecaja na tlačnu čvrstoću i poroznost. Karbonat ima najveći utjecaj na oba parametra, dok oksid ima veći utjecaj na poroznost, nego na mehanička svojstva. Najbolje svojstvo je pokazao karbonat s 3% jer mu je poroznost mala kako nije dosegao maksimum ekspanzije, dok na 4% poroznost se povećava. To je dovelo do oštrog pada u čvrstoći. Nakon 4 % smanjuje se i poroznost, kao i mehanička svojstva. Povećanje poroznosti proizašlo je i povećanjem koncentracije oksida. On povećava viskoznost i tako sprječava curenje i izlaz plina pa se stvara stabilna pjena s dobrim svojstvima. Najmanju poroznost ima pjena zagrijavana na 700 °C, dok se povećanjem sa 750 na 800 °C odvija cijelokupna pretvorba karbonata u plin. Time se smanjuje čvrstoća, kao i ostali mehanički parametri. Smanjuje se poroznost i čvrstoća, povećanjem vremena miješanja karbonata sa ostalim dijelovima zbog prevelike viskoznosti. Dobiju se i nehomogena zrna jer se pojavljuje veliki broj oksida koji će blokirati rast pjene. Prema optimizacijskom parametru, optimum se postiže s 3,6% CaCO_3 , temperaturi 734 °C, 3 % Al_2O_3 i 40 sekundi miješanja. Tada će se postići pjena s 80 % poroznosti i tlačne čvrstoće 2,87 MPa. Osim aluminijevog oksida, postoji i CaO nastao raspadom kalcijeva karbonata koji je također utjecao na viskoznost [29].

Pjene su napravljene od eutektičke Al-Si legure i različite veličine kalcijevog karbonata (150, 106, 75 i 53 mikrometra). Talina se zagrijala na 700 °C, ugasila te miješala 30-50 s i zatim se dodao kalcijev karbonat koji je bio prosijan. Mješavina je držana na 700 °C u vremenu od 3 do 5 minuta, a koristio se postotak od 3% karbonata. Što je manja veličina zrna, više je pora po vertikalnom i horizontalnom smjeru pjenjenja i gustoća se smanjila. Pokazalo se kako je pjena, napravljena s 75 mikrometara veličine karbonata, postigla homogenu strukturu [114].

Od 0,5 do 4 % CaCO_3 dovoljno je za stvoriti stabilni oksidni sloj u pjeni. Kao materijal, u radu, korištena je legura AlSi7Mg, kao stabilizator MnO_2 koji je predgrijavan 1 sat na 300 °C, a 2 na 150 °C da bi se povećala povezivost njega i legure. Kao agens, korišten je prah kamenica koji je isto predgrijavan na 200 °C na 2 sata za izbjegavanje vlažnosti i bolje povezivanje. Prah je većinski sastavljen od kalcijevog karbonata. Pjenjenje se vršilo na 670 °C. Vidljivo je kako

s 1 % dodatka, pjena nema dovoljnu stabilnost, s 3 % je optimalna, dok s 5 % nema manju gustoću niti homogenu strukturu kao s 3 %. U tome veliku ulogu ima stabilnost koja je s 3 % zadovoljena pri čemu je onemogućeno kretanje taline, a onaj dio koji je ostao bez pora je donji što je posljedica gravitacije u kojoj talina pada na dno, a plin se uzdiže [118].

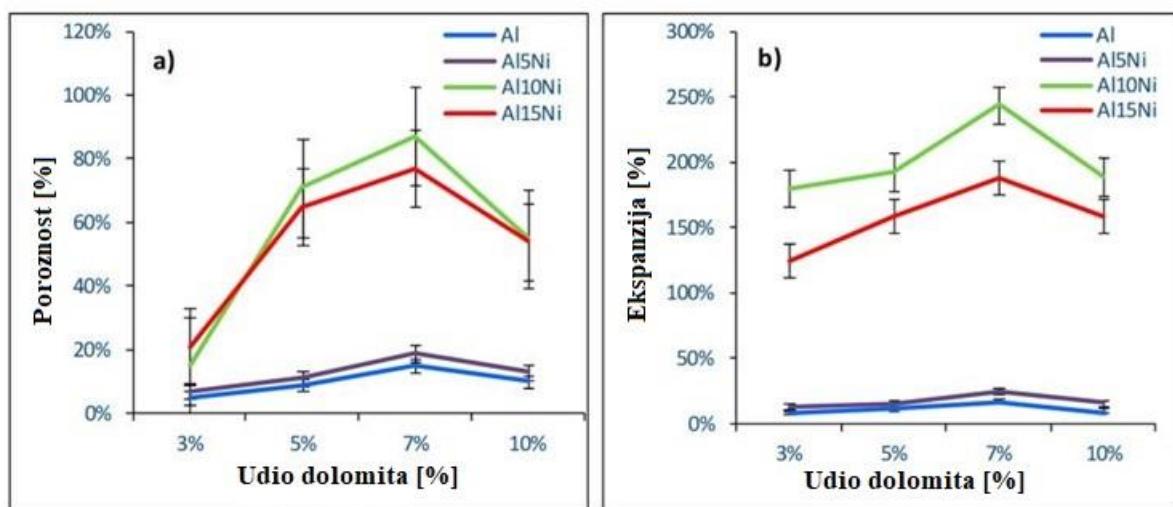
Procesom taljenja dobivene su pjene korištenjem legura Al-1000 i Al-7000, 1,5 % stabilizatora Al_2O_3 i od 2,5 do 5,5 % CaCO_3 . Najveća poroznost dobivena je s 4 % agensa. Za dobivanje poroznosti od 80 do 85 % treba se izabrati koncentraciju CaCO_3 između 3,5 i 4,5 %. Vidljivo je da, što se tiče mehaničkih svojstava, pjena s 3% CaCO_3 ima gladi nivo naprezanja i homogene pore, a tu je i najveća tlačna čvrstoća. Ona je proporcionalna gustoći, a obrnuto proporcionalna poroznosti. Vidljivo je da je Al-1000 sa stabilizatorom pokazao jednaka svojstva kao i Al-7000 bez stabilizatora pa se može zaključiti da on ne utječe na poroznost, nego agens za pjenjenje. Na veličinu pora nema utjecaj ni legura koja se koristi. Debljina zidova bila je najmanja na 4 % kalcijevog karbonata [116].

Kod pjenjenja s kalcijevim karbonatom, moguće je da dođe do ranog otpuštanja CO_2 i pri tome ne nestane sferna struktura i to se događa zbog većih temperatura pjenjenja. Pjena s magnezijem, aluminijem i cinkom napravljena je metodom sabijanja i pjenjenja, a kao prekursor se koristio CaCO_3 s udjelom od 5 %. Uzorci su nakon hladnog sabijanja sinterirani 12 sati pri čemu su stvoreni intermetalni spojevi te se na kraju vršilo pjenjenje. Ono što je bitno je da, ako se pjeni na većim temperaturama, CO_2 može izaći prije nego se legura rastali. Posljedice koje se tada događaju su: lom prekursora i izlazak CO_2 plina te stvaranje spojeva koji onemogućuju upjenjavanje. Iz tog se razloga vršilo sinteriranje i stvorili spojevi koji bi spustili temperaturu tališta. Prekursor se treba što prije rastaliti, kako bi se dobole pravilne pore. Ako zagrijavanje na temperaturu taljenja traje predugo, talina će puknuti nerastaljeni dio i dovest će do nepravilnih pora. Bitnost kod procesa je dodatkom legirajućih elemenata i sinteriranjem, smanjiti temperaturu tališta kako bi se izbjeglo prerano otpuštanje plina [119].

6.2.3. Dolomit $\text{MgCa}(\text{CO}_3)_2$

Koristi se kod metode taljenjem zbog smanjenja mogućnosti preranog oslobođanja plina tijekom disperzije praha u talini, a jedna od velikih prednosti je i njegova niža cijena u odnosu na titanijev hidrid. Smanjena stopa pjenjenja omogućuje bolju kontrolu procesa, a oksidni sloj stabilizira pore u pjeni [42]. Dolomit bi mogao poslužiti kao dobra zamjena s cijenom od 20 do 30 dolara po toni. Kod njega se razvijaju oksidi CaO i MgO kao stabilizatori te CO_2 za stvaranje pora. Jedno sabijanje nije dovoljno za postizanje kompaktne strukture. Potrebna je

dvostupanska obrada ili postupci kao što su dvoosno sabijanje ili ekstruzija prije upjenjavanja. Ekstruzija razbija oksidni film pa se čestice mogu bolje povezati. U članku [104] uzorci su najprije hladno pa toplo sabijeni na 350 °C. Nikal se koristi za podizanje intervala upjenjavanja aluminijeve legure do temperaturne razlaganja dolomita. Njime se postiže stabilnost pora. Nikal je dodan s 5, 10 i 15 %, a dolomit s 3, 5, 7 i 10 %. Neki od uzoraka djelomično su sinterirani na 450 °C u vremenu od 15 do 20 min. Temperatura sinteriranja je izabrana prema 60 do 70 % temperature taljenja aluminija ili njegove legure. Pjenjenje je vršeno na 750 do 800 °C i 16 minuta. Rezultati su pokazali da je ekspanzija uzoraka veća s porastom dodatka nikla. Sinterirani su uzorci imali od 17 do 244 % rasta, koji je bio najveći s dodatkom 10 % Ni, a ovi bez nikla su imali sličnu malu ekspanziju kao kod samo kompaktiranih uzoraka, gledajući 7 % dolomita, slika 6.2.



Slika 6.2. Ovisnost poroznosti i ekspanzije o postotku nikla i dolomita

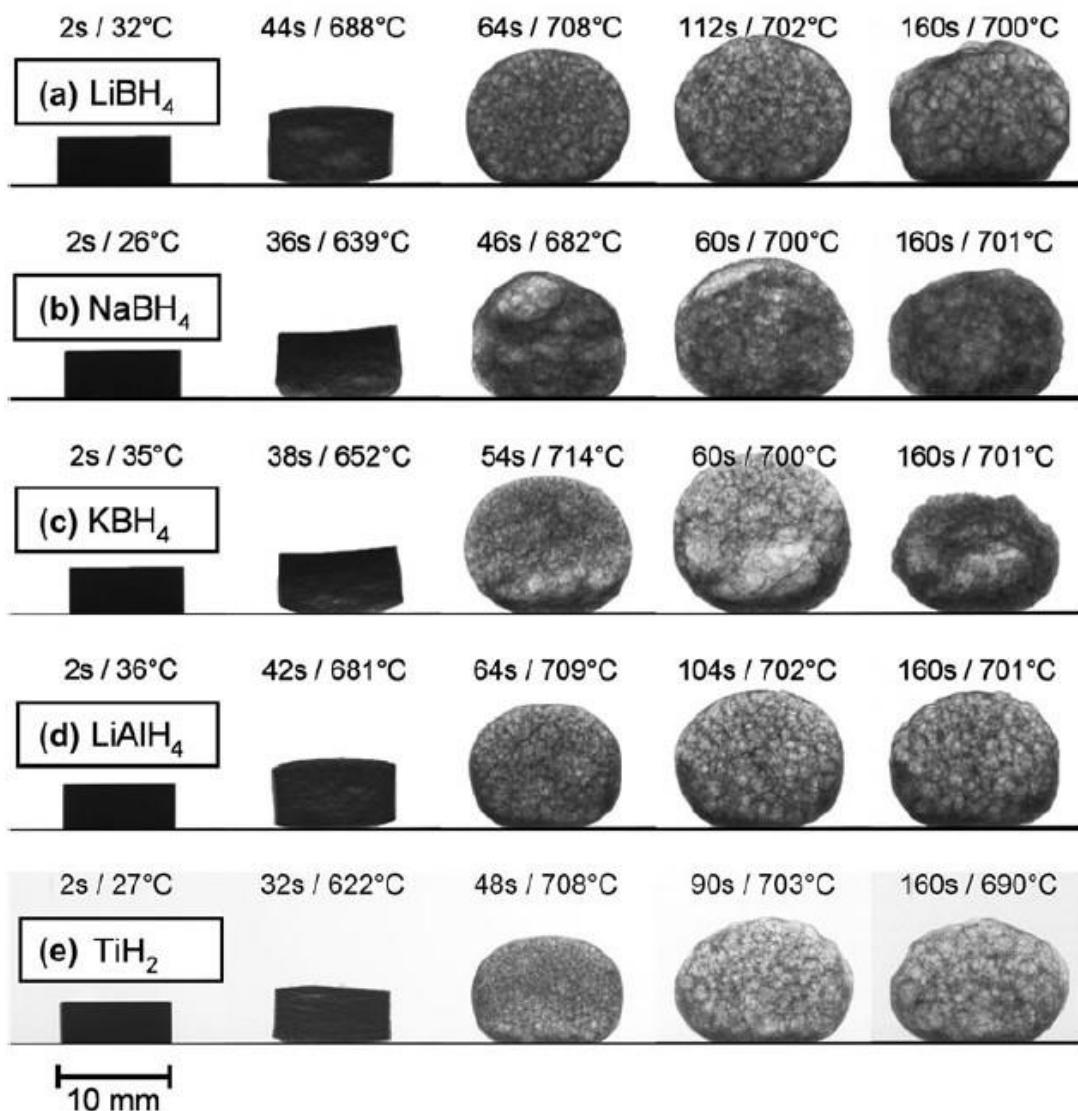
U prvoj razini razlaganja, 24 % mase se izgubi, a u drugoj u kojoj se razlaže i kalcijev karbonat dvostruko više. Sinterirani uzorak od 630 do 680 °C ima ekspanziju 80 % u roku od 5 minuta. Potom slijedi stadij mirovanja do 710 stupnjeva u vremenu od 440 sekundi. Zatim naraste dodatnih 80 % između 710 i 740 stupnjeva u 100 s. Za razliku od njega, uzorak koji nije sinteriran naraste do 640 °C oko 20 %. Daljnja ekspanzija kod ovog uzorka nije vidljiva. Ovo se vjerojatno događa zbog gubitka CO₂. Zbog toga se sinteriranje i koristi kako bi se zaustavilo prerani izlazak plina povezivanjem čestica. Čvrstoća sinteriranog uzorka bila je 123 i 157 MPa, a nesinteriranog 58 MPa za 10 % Ni. Spoj koji se javlja je Al₃Ni. Krhak je i češći je kod dužeg sinteriranja, ali je daje veću homogenost pjene. Za dobru ekspanziju, nije dovoljna samo visoka gustoća, nego i predtretman prekursora u blizini temperature sinteriranja. Dulje

vrijeme sinteriranja, rezultirat će u povećanju intermetalnog krhkog spoja. Najmanja ekspanzija je bez nikla i s 5 % nikla. Na 5 % stvara se spoj Al-Ni koji se tali na malo višoj temperaturi od čistog aluminija, ali nedovoljnoj da se približi temperaturi stvaranja CO₂. Za 10 % dodatka Ni odvija se taljenje od 640 do 710 °C, a za 15 % od 640 do 770 °C. Optimum svojstava postignut je sa 7 % dolomita i 10 % nikla [104].

Kevorkian i ostali napravili su pjenu koristeći dolomit i silicijev karbid te aluminij [37]. Dolomitni prah poslužio je kao agens za pjenjenje s tri različite veličine i postotcima od 3, 5, 7 i 12 %. Baza je bila aluminij, a dodatak za stabilizaciju SiC od 5 %. Jedni od uzoraka su miješani i sabijeni, dok su drugim uzorcima komponente dodane u rastaljeni aluminij na temperaturi od 700 °C. Neki od prekursora naknadno su sabijeni. Pjenjenje je bilo na 700 °C u vremenu od 10 minuta s obzirom da je razlaganje dolomita u intervalu od 650 do 830 °C. Prekursori koji su imali visoku gustoću, nakon pjenjenja imaju najmanju gustoću i najveću efikasnost. Isto tako im je i veličina pora najmanja. Veličina pora i efikasnost su u korelaciji, a veće zrno dolomita vodi do veće pore. Naknadno hladno sabijanje, dodatno poboljšava strukturu i homogenost s finijim porama. Veću apsorpciju energije i tlačnu čvrstoću imala je metoda pjenjenja u polukrutom stanju. Maksimalna apsorpcija energije iznosila je 6,82 MJ/m³ za pjene napravljene metodom prahova, a 5,42 MJ/m³ u rastaljenom stanju. Dodatni porast apsorpcije vidljiv je kod pjena u rastaljenom stanju koje su dodatno sabijene pa je njihova maksimalna ekspanzija iznosila 6,23 MJ/m³. Gustoća prekursora od 99 % postignuta je samo za dodatke 3 i 7 % dolomita [37].

6.2.4. Usporedba agenasa

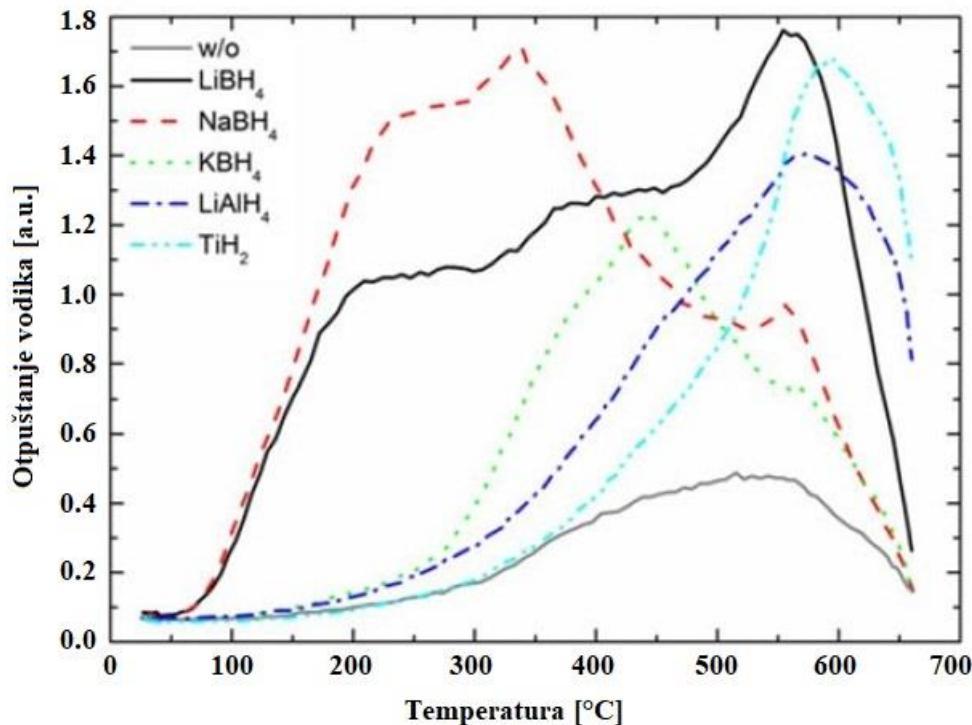
Od cjelokupne cijene proizvodnje pjene, 25% je cijena titanijevog hidrida. Karbonati kao agensi s metodom miješanja su još inferiorni naspram TiH₂. On je dobar jer ne ostaju oksidi koji se, primjerice, razvijaju uporabom karbonata i nema slabljenja matrice. Čak i ostali hidridi koji su ispitani, kao što su: ZrH₂, HfH₂, LiH₂, LaH₃, MgH₂, CaH₂, nisu pokazali prednost u odnosu na titanijev hidrid. U radu [78] koristilo se agense MBH₄ gdje slovo M predstavlja elemente Li, K i Na. Uz njih je ispitana i LiAlH₄. Svi agensi dodatni su u postotku od 0,5 %. Bazna legura bila je AlSi8Mg4 uz dodatak AlMg50. Pjenjenje je izvedeno na 700 °C, slika 6.3.



Slika 6.3. Usporedba ekspanzije pjene koristeći različite agense [78]

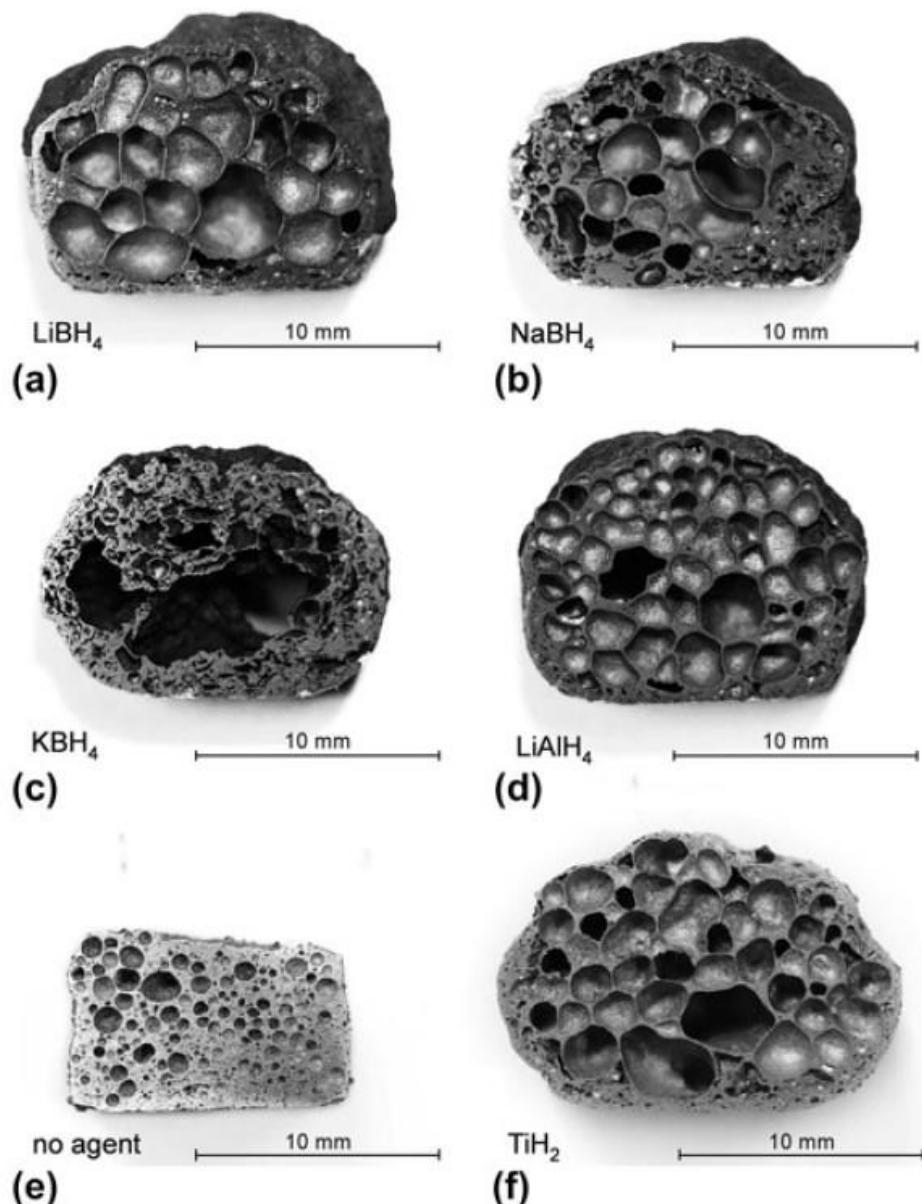
Općenito su Li i Mg dobri dodaci jer razbijaju oksidni sloj. NaBH_4 je higroskopan i upija vlagu iz okoline pa je voda prisutnija i tijekom kompaktiranja. Time se smanjuje električna vodljivost pjene s ovim agensom. Manja je deformacija zgusnutosti. Litijev borohidrid se razlaže u tri koraka. Stvara LiBH_4 , potom LiBH_2 i zatim LiH uz razlaganje na vodik, slika 6.4. LiH ostaje je stabilan iznad 900 stupnjeva. Tri efekta su moguća koristeći TiH_2 : oksidi mogu biti razbijeni tijekom sabijanja i smanjiti temperaturu oslobađanja plina, već pušteni plin akumulira se kraj agensa i radi kutni pritisak na agens i usporava razlaganje, reakcije agensa s matricom čime se stvaraju Al_3Ti , TiSi i ostali koji modificiraju otpuštanje plina. Time se plin drukčije razlaže u aluminiju, nego na zraku. KBH_4 i NaBH_4 oslobađaju plin na nižim temperaturama i na 450 °C oslobađanje plina kod tih agenasa opada. Litijeve legure također

kreću rano razlaganje, ali za razliku od natrijevih, one najveću ekspanziju imaju na dosta višim temperaturama. Litijevi spojevi i TiH_2 imaju oslobođanje do 550 stupnjeva što odgovara aluminijevim legurama.



Slika 6.4. Temperatura oslobođanja hidrida koristeći različite agense [78]

LiAlH_4 je dao najstabilnije pjene. Litijeve pjene i titanijev hidrid daju ujednačenu strukturu. Isto tako, litijeve legure su najbliže po ekspanziji i homogenosti titanijevom hidridu. Kod NaBH_4 i KBH_4 , vidljivo je curenje i koagulacija. Najgori agens je KBH_4 čija je pjena imala potpuni kolaps s jednom porom, slika 6.5. Pjene s K i Na imaju negativni efekt na film između individualnih pora. LiAlH_4 ima nižu cijenu, a i ima stabilnost [78].



Slika 6.5. Usporedbe izgleda pora koristeći različite agense [78]

Autori su napravili dvije vrste pjena kako bi usporedili mehanička svojstva, jedne s titanijevim hidridom, a druge s kalcijevim karbonatom. Pjena od materijala A356 pripremljena je taljenjem aluminija uz dodatak kalcija od 1 do 2 %. Dodan je TiH_2 od 1 % i upjenjavalo se na 700 °C u vremenu od 3 min, dok upjenjavanje sa CaCO_3 nije uključivalo zaseban dodatak kalcija i upjenjavalo se na istoj temperaturi 5 min. Relativna gustoća je 18 % veća kod karbonata i nivo naprezanja je kraći. Čvrstoća je, također, veća kod pjena s kalcijevim karbonatom i ima manje pore. S obzirom na deblje zidove koristeći kalcijev karbonat, nastupa

očvršćivanje i te pjene imaju 50 % veću apsorpciju, a manja im je deformacija zgusnutosti [120].

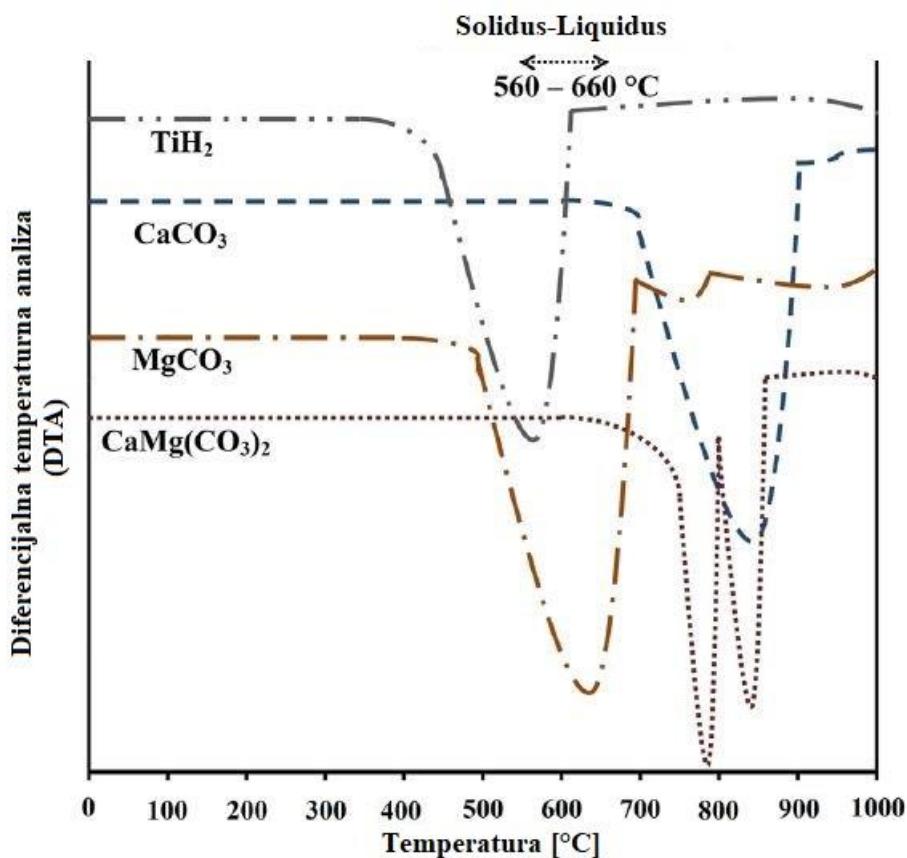
Za legure koje uključuju AlSiCu elemente, prikladno je korištenje magnezijevog karbonata i dolomita kao agenasa za pjenjenje [113]. Dio koji ostane nakon razlaganja je CO₂ i on ima stabilizirajuća svojstva jer pripada skupini oksida koji stabiliziraju pjenu [113].

Jedan od prikaza modela očvršćivanja je sljedeći:

$$\sigma = \sigma_0(1 - u\varepsilon)^{-m}, \quad (6.12)$$

gdje je σ_0 granica stlačivanja, ε deformacija zgusnutosti, m konstanta očvršćivanja koja ide od 0 do 1, u je funkcija brzine deformacije [121].

S obzirom da karbonati imaju visoke temperature razlaganja, nije potrebno obavljati predgrijavanja niti posebne tretmane za izbjegavanje preranog otpuštanja plina, dok je to kod TiH₂ slučaj zbog nižih temperatura. Zbog toga je ovaj proces stabilniji i omogućava česticama agensa za upjenjavanje da se jednoliko rasporede po talini aluminija, slika 6.6. Razlaganje titanijevog hidrida ima raspon od 400 do 600 °C. Karbonati imaju viši interval pa se tako kalcijev karbonat razlaže u intervalima od 700 do 900 °C, dok se magnezijev karbonat razlaže od 500 do 700 °C na magnezijev oksid (MgO) i CO₂. Dolomit ima temperaturu razlaganja od 700 do 850 °C [14]. Gustoća kalcijevog karbonata gotovo je jednaka gustoći aluminija i njegovih legura pa tvori homogenu viskoznu talinu prilikom upjenjavanja [51].



Slika 6.6. Usporedba temperatura razlaganja različitih agenasa [14]

Još jedni autori uspoređivali su dolomit i kalcijev karbonat. Pjene su izrađene postupkom thixo lijevanja. Pjenjeni materijali bili su AlMg4,5Mn i AlSi9Cu3, dok su za agense korišteni kalcijev karbonat te dolomit s udjelima od 3 i 5 %, a pjena je rađena s dodatkom i bez dodatka CaO od 3%. Maksimalna ekspanzija bila je kod legure sa silicijem i bakrom. Povećanje temperature pratilo je i veću ekspanziju, dok je to kod dolomita u nekim slučajevima izostavljeno jer razlaganje započinje na nižim temperaturama. Nehomogene pore pokazuju i jedna i druga struktura, iako su kod dolomita pore dosta manje nego kod kalcijevog karbonata. Dodatkom stabilizatora nisu vidljive veće pore kod dolomita. On općenito ima manje pore od karbonata zbog veće viskoznosti, iako se može dogoditi curenje pjene, tj. spajanje pora [14]. Dodaci oksida MgO i CaO dovode do stabilizacije. Kalcijev karbonat ima veću temperaturu razlaganja pa je takva struktura skuplja. Jefitnija struktura dolomita je pogodnija za izradu pjena [14].

Provedeno je, također, ispitivanje razlike magnezijevog karbonata i dolomita sa Al-Si-Cu legurom procesom miješanja prahova i sabijanjem. Magnezijev karbonat se razlaže od 520 do

570 °C, a dolomit od 740 do 850 °C. Ispitivana je razlika dodatka dolomita 2% i mješavine dolomita 2 % s 1 % magnezijevog karbonata. Pjena je, dodatkom magnezijevog karbonata, imala veću ekspanziju na nižim temperaturama. Na višim temperaturama, pri kojima je dolomitna pjena još stabilna, kod pjene s mješavinom agenasa vidljivo je spajanje pora zbog nesrazmjera temperature razlaganja dvaju agenasa. Pore magnezijevog karbonata počinju se spajati na višim temperaturama, dok se još odvija razlaganje karbonata. Na nižim temperaturama pri početku razlaganja karbonata, promjer pora je manji [113].

Izrađivala se pjena kod koje bi se gornji sloj sastojao od zatvorenih čelija, a donji sloj od otvorenih čelija. Ako je donji sloj od istog baznog materijala, izradom zatvorenih čelija u gornjem dijelu, moguće je urušavanje donjeg zbog omekšavanja i taljenja. Dodatkom donjeg sloja koji je otvorenih čelija napravljen pomoću čuvara prostora natrijevog klorida, nije bilo legura, postojala su dva nivoa naprezanja [122]. Uspoređujući otvorene i zatvorene čelije, obje pokazuju porast granice stlačivanja s porastom brzine deformacije. Otvorene čelije imaju manju čvrstoću i manju kompaktnost od zatvorenih [19].



Slika 6.7. Pjena s otvorenim i zatvorenim čelijama [122]

Pjene su napravljene od legure Al-Si-Cu i agenasa: kalcijevog karbonata CaCO_3 , titanijevog hidrida TiH_2 , magnezijevog hidroksida $\text{Mg}(\text{OH})_2$, magnezijevog karbonata MgCO_3 , magnezijevog karbonat hidroksida $4\text{MgCO}_3 \times \text{Mg}(\text{OH})_2 \times 5\text{H}_2\text{O}$ i dolomita. Hidrid otpušta vodik, hidroksid vodenu paru, karbonat otpušta hidroksid, vodu i CO_2 , dok karbonati i dolomit otpuštaju CO_2 . Magnezijev karbonat i dolomit su povoljni agensi za aluminijevu leguru jer su temperature tališta i razlaganja bliske. Karbonat se razlaže iznad 720 °C, hidroksid od 360 do 480 °C, magnezijev karbonat od 520 do 720 °C. Magnezijev karbonat hidroksid se prvo razlaže na H_2O pri temperaturi od 340 °C pa CO_2 nastaje iz raspada karbonata na 340 do 560 °C. Za

dolomit se temperatura razlaganja kreće od 440 do 740 °C. Agensi koji su korišteni u radu bili su dolomit, titanijev hidrid, magnezijev karbonat hidroksid i magnezijev karbonat. Hidrid je bio dodan za 0,4 % i puhao se do 583 °C, magnezijev karbonat hidroksid dodan je s 0,8 % i puhao do 590 °C. Tu je vidljivo puknuće u smjeru ekstruzije. Magnezijev karbonat (0,8 %) i dolomit (1,2 %) imaju homogene pore, iako su kod dolomita puno bolje raspoređene. Struktura kod karbonata je grublja nego kod dolomita. Hidrid i karbonat hidroksid su na temperaturama malo ispod 600 °C razložili se već na pola mase dok se legura nije ni otopila. Razbili su zidove polurastaljenog aluminija. Na višim temperaturama hidrid je formirao zaobljenu strukturu. Magnezijev karbonat i dolomit tek su se počeli razlagati kad se aluminij počeo topiti i ta struktura je bila stabilnija [123].

Još jedan od članaka opisuje redoslijed razlaganja najčešće korištenih agenasa. Kalcijev karbonat se razlaže na višim temperaturama, time je moguće smanjenje stabilnosti tijekom taljenja i kasnijeg hlađenja materijala. Tijekom pjenjenja odvija se oksidacija i otpuštanje plina, a može se i prije samog pjenjenja provesti zagrijavanje za dodatnu oksidaciju i stabilizaciju. Magnezijev karbonat i dolomit razlažu se na temperaturama između TiH_2 i $CaCO_3$ temperature. Prvo se razlaže magnezijev karbonat, a potom oboje. Proizvodi razlaganja su oksidi CaO i MgO , dok kalcijev karbonat daje samo CaO oksid. Njihova uporaba nije, kao kalcijev karbonat, ograničena na legure Al-Mg. U radu je korištena legura AA 2030 s temperaturom pjenjenja od 660 do 680 °C. Udio mješavine ova dva spoja dodan je od 0,7 do 5 %. Vidljivo je kako je pjena s 2,5 % imala najveći koeficijent ekspanzije. S većim udjelom karbonata, vidljivo je kako su pjene pokazale oksidaciju na gornjem površinskom dijelu koja je utjecala na ekspanziju i stabilnost pjene. Pjene s više od 3 % imaju veću viskoznost i manju mogućnost miješanja. Gustoća jezgre smanjuje se s porastom postotka karbonata, dok nakon 3,75 % gustoća raste zbog kolapsa pjene i smanjenog koeficijenta ekspanzije, tj. visine pjene. Slično se ponaša i karbonat samo s većim koncentracijama. Spori rast na 1,5 % stabilnost postiže s manjim količinama u usporedbi s kalcijevim karbonatom. S većom dužinom miješanja od 1 do 3 minute u talini se nakuplja više oksida. Miješanje pjene i postotak agensa ima veliki utjecaj na rast pjene zbog utjecaja oksida i broja pora koje nastaju te njihove veličine. Dno koje nije porozno, može biti uzrokovano curenjem taline tijekom miješanja ili težnja plina izlasku na veće visine uzorka [64].

Legura AA6061 (Al-Mg-Si) pomiješana je s 10 % $CaCO_3$ ili mramora i hladno prešana te toplo ekstrudirana na temperaturama od 475 do 545 °C. Nakon ekstruzije gustoća je bila od 2,65 do 2,69 g/cm³ što je pozitivan postotak s obzirom na gustoću aluminijeve legure i pri tome

se olakšava upjenjavanja i sprječava izlaz plina iz unutrašnjosti. Pjenjenje se vršilo u peći na temperaturi od 750 °C u vremenu od 6 do 11 min. Za razliku od karbonata, mramor koji sačinjava karbonat uz malo silicijevog i manganovog oksida daje prekursor bez napuklina kod upjenjavanja i bez nakupljanja na jednom mjestu. Mramorni agens prije ispunji kalup, nego CaCO₃. Pjene su općenito s manjim zrnom, bez aglomeracija i zrno je sitnije nego kod TiH₂. Bolja mehanička svojstva na tlačnom testu imao je mramor. Tlačna čvrstoća je 6,11 MPa za mramor, a 4,55 MPa za CaCO₃, dok su apsorpcija energije 1,81 i 1,41 kJ/m³. Pjene od titanijevog hidrida napravljene istim procesom dale su 3 MPa čvrstoće i apsorpciju energije od 0,72 MJ/m³ [124].

U radu se miješala legura AlSiCu s dolomitom i magnezijevim karbonatom. U jednom uzorku je bilo 2 % dolomita, dok je u drugom dodano i 1 % magnezijevog karbonata. Težilo se dobiti uzorak s manjom koagulacijom i curenjem dodatkom agensa s nešto različitom temperaturom razlaganja. Na 685°C pjena s dolomitom kao agensom imala je sferoidni izgled ćelija, dok na 695 °C ćelije se spajaju i dolazi do smanjenja visine pjene. Postoji granica nakon koje pjene se vidljivo smanje, kao i pore u njima, dok jedan dio koagulira. Što se više ćelije spajaju, to je više izgledno da će plin na višim temperaturama izaći. Kako bi se spriječio gubitak plina, uz 2 % dolomita treba se dodati agens koji se razlaže na 695 °C pa je dodan magnezijev karbonat s udjelom 1 %. U ovom slučaju, magnezijev karbonat je na višim temperaturama stvorio pore i tako suzbio utjecaj spojenih dolomitnih pora. Dobila se finija i homogenija struktura od samog dolomita, a veličine ćelija su se smanjile [113].

Kako bi se utvrdila razlika između TiH₂ i dolomita, napravljene su pjene s obaagensa postupkom taljenja. Prve su imale 1,5 i 2 % TiH₂ uz koji je dodan 1,8 % Ca za stabilizaciju, dok je kod drugih korišteno 1,5 i 3 % dolomita. TiH₂ je dodan na 680 °C, a dolomit na 650 °C. Termogravimetrijska analiza napravljena je za utvrđivanje utjecaja agensa na početnu temperaturu i kretanje plina u pjeni. Razlaganje dolomita započelo je oko 630 °C, dok je kod TiH₂ početak na otprilike 490 °C. Gravitacijsko curenje je moguće vidjeti u oba slučaja. Veličina pora u dolomitu je manja, iako je vrijeme držanja bilo veće. Ekspanzija pjena s dodatkom dolomita bila je stabilnija i oksidi koji su nastali zagrijavanjem, predstavlјali su stabilizatore. Time je dobivena veća viskoznost i onemogućen tok taline, dok je, kod TiH₂, prisutan je prisilni tok tekućine pa dolazi do djelomične koagulacije pora [42]. U još jednom radu uspoređivali su se titanijev hidrid i dolomit. Manje pore nastaju dodatkom dolomita, nego dodatkom titanijevog hidrida te je sporija ekspanzija pjene uz dodatak dolomita. Razlog tome je i činjenica da se hidrid raspada na manjim temperaturama od dolomita [42].

Kevorkijan i ostali napravili su usporedbu titanijevog hidrida i dolomita. Prvi agens dodan je u postotku od 0,5 do 1,5 %, a drugi od 0,5 do 3 %. Postupak izrade pjene započeo je miješanjem i sabijanjem komponenti, te pjenjenjem na temperature za titanijev hidrid od 580 do 700 °C u trajanju od 10 do 180 s, a za dolomit od 700 do 900 °C u trajanju od 10 do 120 s. Između pjene s dolomitom i titanijevim hidridom, najveća homogenost je došla sa 0,5 % dolomita. Manje su pore općenito s dolomitom i vidljiva je homogenost. Dulje vrijeme i veća temperatura rezultiraju nehomogenom strukturom. Općenito je struktura dolomita stabilnija nego TiH₂. Manje čestice bilo kojeg agensa dovode do finijih pora. Pjene od dolomita imaju manju gustoću od uzoraka istih čelija od TiH₂ [77].

Ispitivala se razlika između TiH₂ i CaCO₃, tj. kut između tekućine koja sačinjava bazni materijal i agensa za upjenjavanje. Koristila se pjena proizvedena postupkom Alporas. Prethodno je dodan Ca kao stabilizator na 750 °C, a upjenjavanje je izvršeno kod TiH₂ na 640 °C, a kod CaCO₃ na 705 °C. Oboje su dodani s vrijednosti do 1 %, a bazna legura je A356. Promatrani su i tretirani uzorci s prevlakom od NaF koji je dodan na agens prije pjenjenja i netretirani uzorci. Najmanji kut vezivanja imao je hidrid (130°), dok je karbonat s prevlakom imao 140°, a bez 155°. Činjenica je da najbolji kut vezivanja ima hidrid, dok najgori ima netretirani karbonat. S obzirom da se, na visokim temperaturama kod taline, stvara sloj oksida povezivanjem kisika iz zraka i aluminija iz taline, tako se smanjuje kut. Mijenja se i kut između taline i agensa pa je moguće lošije povezivanje. Kako bi se to sprječilo, moguće je koristiti zaštitnu atmosferu. Uzorak s prevlakom osigurava veću visinu i rast pjene, kao i pri tome manju gustoću (s 1.7×10^3 na 1×10^3 kg/m³). Povećanjem kuta, čestice mogu koagulirati [117].

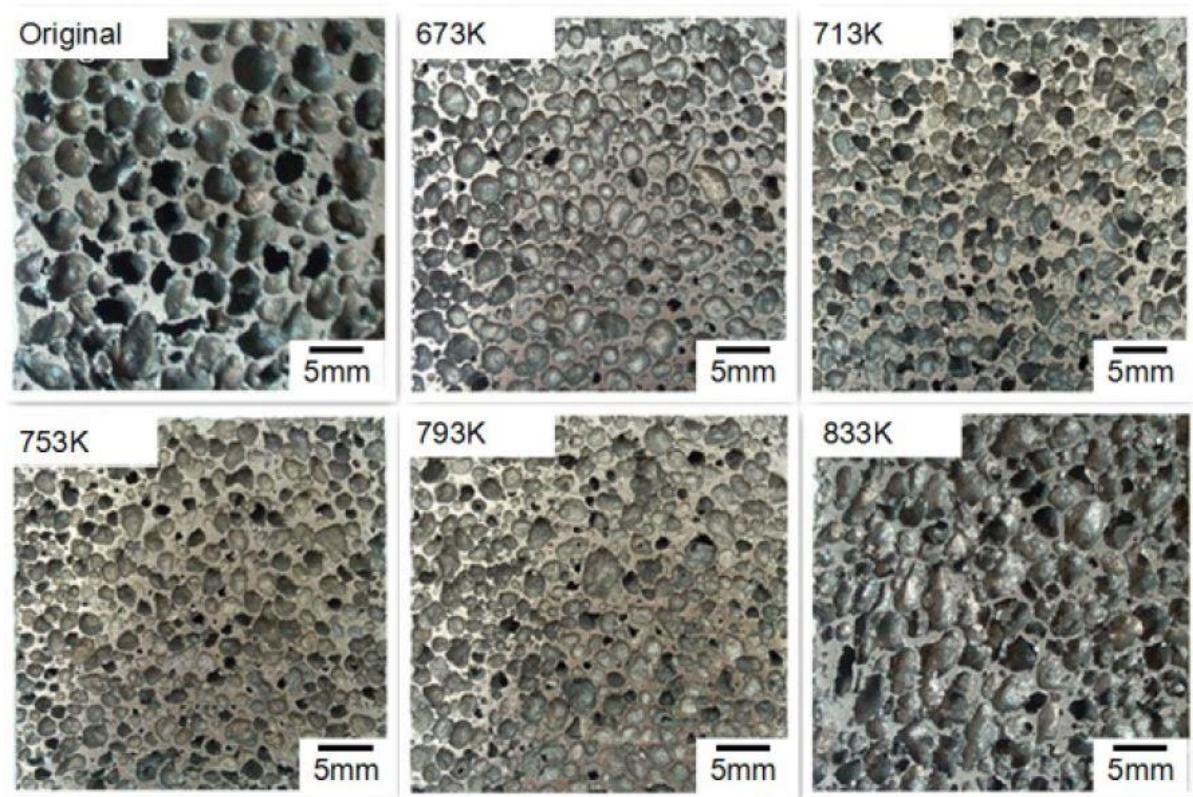
6.2.5. Predtretman agensa za pjenjenje

Kako bi se stabilizirala pjena od TiH₂, uobičajeno je napraviti proces predoksidacije kako bi nastali TiO₂ spojevi koji će poboljšati svojstva pjene, ali istovremeno doprinose velikom trošku samog procesa. Osim oksidacije, nadodaju se i neke krute čestice, kao što su SiC koje stabiliziraju pore, a doprinose dodatnom trošku procesa [107]. Pjene se mogu izraditi i na način da se slijede dva koraka, prvi je oksidacija, a idući je ekspanzija. Dvostruki proces daje bolje rezultate od jednostrukog [64].

Provodenjem predtretmana omogućava se približavanje temperature razlaganja, temperaturi taljenja. Drugi dio je prilagođavanje procesnih parametara tako da se dobije

kontrolirana veličina i oblik pora [17]. Pjena se i nakon pjenjenja može ponovno pjeniti ukoliko ima nešto neiskorištenog agensa [125].

Zhang i ostali napravili su predtretman titanijevog hidrida na 400, 440, 480, 520 i 560 °C na 30 minuta, uz miješanje nakon određenog vremena za postizanje homogenosti, slika 6.8. Postotak malih pora do 2,5 mm promjera raste do 480 °C, a zatim povećanjem temperature predtretmana opada. Najveći udio pora do 2,5 mm je na 480 °C predtretmana. Homogena struktura, najveća granica stlačivanja, apsorpcija energije i tlačna čvrstoća postignuta je pjenom s predtretmanom na toj temperaturi. Temperatura razlaganja hidrida raste s porastom temperature predtretmana. Više temperature rezultiraju pogoršanjem svojstava. Velika količina oksida sprječava pjenjenje, smanjuje mogućnost razlaganja na vodik pri čemu na istim temperaturama pjenjenja nastaje manje pora. Zbog toga se za veću količinu oksida smatra da ona blokira ekspanziju. Veće pore uzrokuju degradaciju svojstava tako da je nužno izbjegavanje previsokih temperatura predtretmana iznad 480 °C ili najnižih temperatura [126].



Slika 6.8. Pjene nastale različitim temperaturama predgrijavanja titanijevog hidrida [126]

Spoj TiH₂ tijekom oksidacije na sebi ima prevlaku Ti₃O, a javlja se i TiO₂ [70]. Hidrid se zagrijavao na 450, 500 i 550 °C. Detektirani su Ti₃O i TiO₂ nakon upjenjavanja. Vidljivo je da hidrid nije stabilan ako je tretiran na 550 °C, a da se brže odvija reakcija razlaganja ukoliko je

tretiran na 450 i 500 °C. Titanijev hidrid koji nije tretiran razlaže se dva puta pa je proces dugotrajniji, dok kod tretiranih uzoraka izostaje ovaj prvi dio razlaganja. Miješanje bitno utječe na oblik pora. Velika nepravilnost dolazi kod sporog ili vrlo brzog miješanja, idealno je 90 o/min i 90 do 120 min miješanja [60].

Matijasevic i ostali pripremili su aluminijevu leguru s dodatkom od 0,5 % ZrH₂ uz konstantno miješanje 90 minuta. Jedan dio agensa nije bio tretiran toplinski i pjenjen je s dodatkom aluminijeve legure, dok je drugi dio agenasa toplinski tretiran u argonu i zraku. Toplinska obrada agensa provedena je pri temperaturama od 400, 480 i 520 °C u vremenu od 90 i 180 minuta. Nakon miješanja uzorci su toplo sabijeni na 450 °C u vremenu od 30 minuta. Pjenjenje je provedeno na 650 °C i završeno pri volumenu za kojeg su pjene sa 60 % poroznosti. Uzorci hidrida koji su tretirani prije pjenjenja pokazuju stabilnije pore, a ta stabilnost i homogenost raste s temperaturom predgrijavanja zbog oksida. U atmosferi argona nije bilo veće razlike u vremenu pjenjenja pri promjeni temperature predgrijavanja. Manji odmak temperature ekspanzije vidljiv je s višim temperaturama predgrijavanja. Za razliku od argona, na višoj temperaturi predgrijavanja u zraku, stvara se veća količina oksida koja uvelike odgađa ekspanziju i time omogućuje stvaranje homogenih pora. Vrijeme nije imalo velikog utjecaja na sam izgled pora. Pjenjenjem uzorka bez predtretmana, vidljivo je kako su pore nehomogene i ekspanzija se odvila bez vremenskog odgađanja [70].

Još jedni od autora koji su radili predgrijavanje, zaključili su kako najveću granicu sabijanja ima pjena kojoj je TiH₂ tretiran na 480 °C za 60 minuta, potom su slične vrijednosti na 450 i 510 °C s vremenom 60 min, a najmanju granicu stlačivanja ima pjena kojoj TiH₂ nije tretiran. Veća oksidacija dovodi do manjeg pjenjenja, dok na nižim temperaturama oksidacija je manja pa ne može spriječiti prerano otpuštanje plina. [34].

7. Stabilizatori i legirni elementi

7.1. Stabilizatori

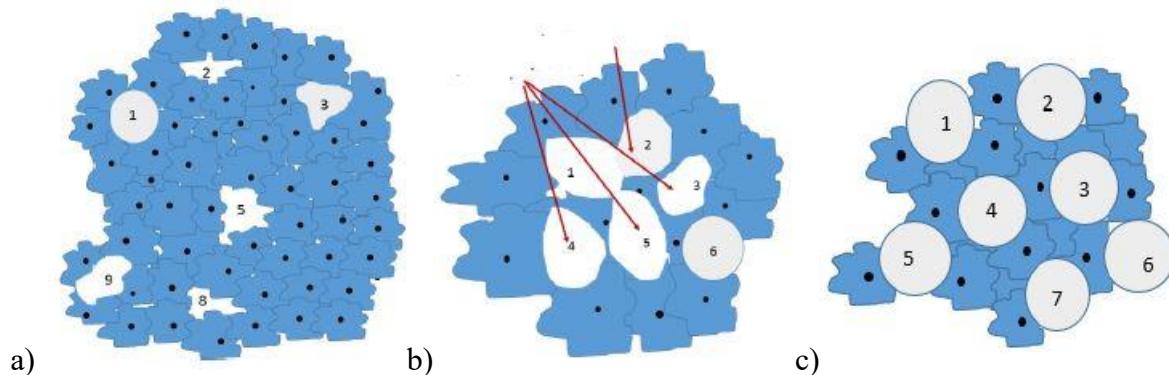
Stabilizatori mogu biti metalne čestice Ca, Al ili nemetalne čestice oksida, karbida i nitrida [104]. Kao najčešći stabilizatori koriste se: SiC, Al₂O₃, TiB₂, TiC, MgAl₂O₄ i brojni drugi oksidi koji se prilikom taljenja zarobe u materijalu i smanjuju viskoznost [61] [127]. Autori spominju i dodatke MgO te MnO₂ za poboljšanje viskoznosti pjene i stabilizacije zidova ćelija [27], [42]. Oksidi obaviju aluminijeve legure u manjim tankim slojevima. Prilikom spajanja metodom sabijanja prahova agensa i legure, dolazi do loma oksidnog filma. Oni se, zatim, u

talini ponašaju kao stabilizirajuća čestica [128]. Pokazano je kako na viskoznost uvelike utječu temperatura na koju se zagrijava prekursor i sadržaj legirnih elemenata [74]. Povećanjem viskoznosti, raste veličina pora, a njihov broj se smanjuje, a na nju utječe i brzina miješanja [74]. Za podizanje viskoznosti pjene napravljene u rastaljenom stanju, dodaju se kalcij i bakar [106]. Još jedan od stabilizatora može biti spoj fluora i ugljika, C_6F_{14} [129]. Stabilizatori kao Al_2O_3 i SiO_2 poboljšavaju apsorpciju energije [23]. Umjesto Al_2O_3 , koriste se i $BaSO_4$ te $CaSiO_3$ [45]. Spoj $BaSO_4$ inertan je, visoke otpornosti na koroziju, dok drugi spoj se općenito koristi za prevenciju oksidacije. Ovim stabilizatorima postignuto je smanjenje oksidacije i postizanje homogenosti. $BaSO_4$ povećava granicu stlačivanja i nivo naprezanja, ako je dodatak do 1 %, dok kod drugog stabilizatora, ta svojstva nakon 0,8 % opadaju i on pokazuje najmanju apsorpciju energije. Oni, za razliku od aluminijevog oksida imaju žilavi lom [45].

Al-Ti-B legure poboljšavaju mehanička svojstva pjene. Mješavina je dodana u postotku od 0 do 0,8 %. Vidljiv je lom na sredini pjene s koncentracijom 0,6 i 0,8 % dodatka. Pjene s 0,2 i 0,3 % Al-Ti-B pomažu razvoju finog eutektičkog silicija kod korištenja bazne legure A356. Najveća mikrotvrdoća je s 0,3 % dodatka. Toliki postotak daje najveću granicu stlačivanja i najveći nivo naprezanja te najveću apsorpciju energije. Do ove koncentracije dodataka, mehanička svojstva rastu, a iza nje padaju [130].

Neki materijali koji se dodaju u pjene pospješuju oksidaciju. Talina koja se miješa određeno vrijeme isto tako unosi okside s površine u unutrašnjost. Mehanička svojstva, osim o parametrima proizvodnje, ovise o postotku stabilizatora. U članku [131] se proučava dodatak kalcija. On utječe i na izgled i veličinu pora, kao i na strukturu ćelija. Spojevi koji se pojavljuju dodatkom kalcija aluminijevog leguri su: Al_2Ca , Al_4Ca i Mg_2Ca koji zaglađuju zrno i usporavaju stvaranje dislokacija. Uz njih se javljaju i CaO , Al_2CaO_4 i $Al_2Ca_3O_6$ oksidi i eutektičke mješavine Al_4Ca i Al-Ca-Ti koje su sekundarne faze i mogu uzrokovati krhkost pjene. Manji udio kalcija, utječe na dobru žilavost. Manje od 0,5 % dodatka omogućuje formiranje kalcijevih aluminata koje se rasprše homogeno u rastaljenom metalu. Služe za nukleaciju i za postizanje fine strukture. Dodatkom 1,5 % kalcija, veća je mogućnost oksidacije i pojave sloja kalcijevog aluminata na površini koji će se slomiti i ući u rastaljeni aluminij. Viskoznost će narasti i stabilizacija će biti veća, ali i krhkost materijala. Razlika dodatka kalcija vidljiva je u činjenici da, s 0,5 % Ca prisutan je neprekinuti oksidni sloj, dok pjena s 1,5 % Ca ima razbijene dijelove oksidnog sloja veće debljine i krhkosti. Veća je prisutnost oksida Al_2O_3 dodatkom 0,5% Ca [131].

Silicijev karbid SiC djeluje na povećanje viskoznosti i također povećava debljinu zidova čelija, podiže i čvrstoću zidova te sprječava kolaps pjene. U usporedbi s ostatkom pjena, pjene s ovim stabilizatorom u radu imaju veću apsorpciju energije. Spuštanje i padanje krivulje u drugom dijelu dijagrama koje predstavlja nivo naprezanja uzrokovano je lomom čelija zbog prisutnosti SiC koji povećava, za razliku od legura bez njega koje imaju elastičnija svojstva gdje se izbjegava lom čelija [22]. Dodatak SiC može uzrokovati porast pora zbog porasta viskoznosti. Takvo pravilo slijedi i Al₂O₃, dok kod kalcija pora najprije raste, a zatim pada. Dosta je bitno dodati pravilnu količinu stabilizatora. U slučaju sa slike 7.1. a), može se vidjeti da je ostala samo mala količina pora koje su nepravilne. Razlog tome je nastanak velikog broja zrna tijekom hlađenja koji je onemogućio rast pora. Drugi primjer je slika 7.1. b). Tu je vidljiv manji broj zrna koji postiže jako lošu povezanost s porama i one se usmjeravaju u nepravilnom smjeru i međusobno se spajaju. Slika 7.1. c) prikaz je pravilnog rasporeda pora koji bi trebao biti postignut s pravilnim dodatkom stabilizatora [132].



Slika 7.1. a) Struktura s većim brojem zrna, b) Struktura s manjim brojem zrna, c) Homogena struktura [132]

S obzirom da otvorene čelije imaju nisku čvrstoću i modul elastičnosti zbog otvorenih pora, one se koriste samo za nisko opterećenje. SiC materijal ima visoku tvrdoću i visoku otpornost na trošenje. Njegovim dodatkom povećaju se tlačna, vlačna čvrstoća i krutost. Pjena otvorenih čelija napravljena je pomoću poliuretanske pjene tlačnim injekcijskim prešanjem s dodatkom SiC. Poboljšanje povezanosti taline i SiC uzrokovano je silicijem koji smanjuje kut između SiC čestice i taline, a i potiče stvaranje Al₄C₃ koji je rezultat reakcije taline i keramičke čestice. Dodatkom SiC, pjene su krhke, a imaju veću apsorpciju energije u odnosu na one bez SiC. Mikrotvrdoća raste porastom postotka SiC čestica. [133].

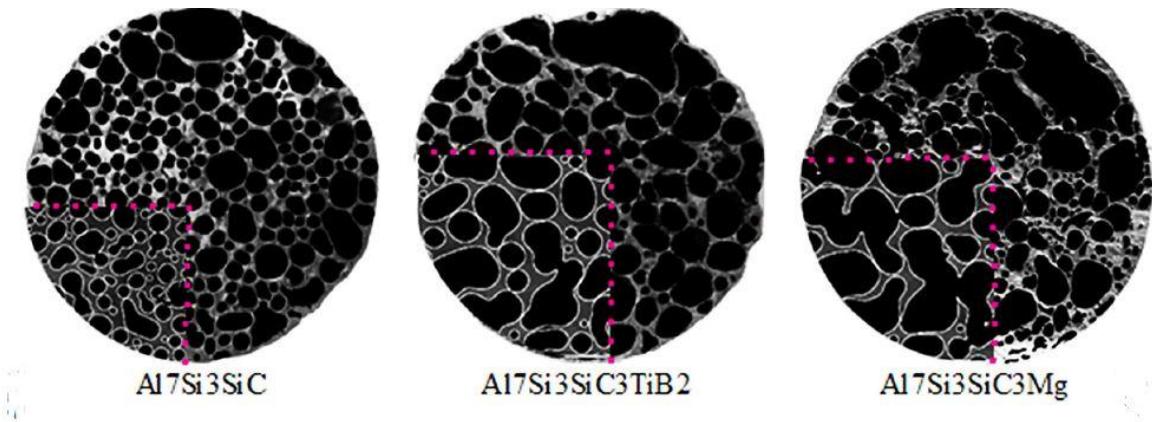
SiC čestice su, u članku [134], zagrijane na 950 °C na 1 sat i onda na 650 °C za 2 sata. Time se miču plinovi s površine čestica i povećava povezivost između čestica i taline. Isto tako se predgrijavao CaCO₃ na 200 stupnjeva za 2 sata kako bi se makli apsorbirani plinovi i vлага s njegove površine. Dva faktora koja utječu na stabilnost su povezivost keramičkih čestica i taline i sprječavanje curenja taline i razbijanja zidova čelija. Vidljivo je kako SiC čestice povećavaju viskoznost taline, čime stabiliziraju pjenu. Keramičke čestice reduciraju razliku u kapilarnim tlakovima između taline i zidova čelija. Stabilna pjena proizvedena je s 5 % SiC, a najveća gustoća pjene bila je dodatkom 2 % CaCO₃, dok je najmanja bila s 5 % CaCO₃ [26]. Kritički kapilarni tlak je tlak iznad kojeg pjena postaje nestabilna. Isto tako postoji određeni volumen zraka iznad kojega se koagulacija povećava. Koagulacija pora ovisi i o veličini filma pjene. Utjecaj na koagulaciju ima preraspodjela pora [134].

Kako bi se usporedila mehanička svojstva pjene, koristila su se dva agensa, SiC i Ca. Dodavanje Ca pospješilo je viskoznost, nakon čega su stvoreni spojevi Al₂O₃ i CaO, kao i Al₂Ca. Povećanje viskoznosti smanjuje curenje taline. Za razliku od dodatka Ca koji tvori oksidne i intermetalne spojeve, dodatak SiC djeluje na način da se rasprši po talini. Korištenjem TiH₂, vidljivo je, na optičkom mikroskopu, kako su pore na površini manje od onih u unutrašnjosti pjene. Jedan od utjecajnih faktora na to je brzina hlađenja, s obzirom da je površina dijelom hlađena u vodi. Omjer stranica je 1,8 korištenjem 2 % TiH₂ zbog curenja taline u smjeru gravitacije. Stabilnija je pjena s 1 % TiH₂ bez tolikih odstupanja promjera u različitim smjerovima i homogenog je oblika. Intermetalni spojevi koji sadrže kalcij i titan djeluju na osnaživanje same pjene, dok njihove krupnije čestice dovode do povećanja viskoznosti. Granica stlačivanja, apsorpcija energije i Youngov modul rastu s porastom relativne gustoće, dok deformacija pri zgušnjavanju pada [27].

Količina i veličina dodanih čestica značajno utječe na stabilnost izrade pjene u rastavljenom stanju. Dodatak keramičkih čestica, povećava krhkost pjene koje pogoršava mehanička svojstva. Usporedbom pjena koje ne sadrže stabilizator TiB₂ i onih koje sadrže, vidljivo je kako dodatak stabilizatora povećava čvrstoću pjene i njezinu stabilnost. TiB₂ se dodaje u količini do 5 %. Metoda koja je korištena u radu bila je upuhivanje plina pa je vidljivo da je i kisik iz zraka jedan od stabilizatora same taline. Time se smanjuje gravitacijska nestabilnost koja je jedna od većih problema ovakve metode. Naime, upuhivanjem plina, on se zadržava na gornjim dijelovima pjene, pri čemu preostali donji dio ostaje bez pora. Stabilizatorima je omogućeno podizanje viskoznosti i sprječavanje da cjelokupni dio plina ode prema površini. Osim čvrstoće, veća je i apsorpcija energije i zidovi su zaglađeni [103].

Čistom aluminiju dodan je kalcij s udjelom od 0,5 do 2 %, kao i CaCO₃ s jednakim udjelom. Tri brzine miješanja su izvedene od 700, 1400 i 2000 o/min, a temperature pjenjenja bile su od 700 do 750 °C. Dodavanje kalcija povezano je s porastom viskoznosti i stabilnosti same pjene. Povećanjem sadržaja kalcija, smanjuje se gustoća materijala. Najmanja gustoća bila je s 1,5 % kalcija što znači da je tu najveća viskoznost. Što je veća viskoznost, veća je količina plina koji se oslobađa u unutrašnjosti i postiže se jednolika raspodjela po presjeku. Zbog manjeg dodatka Ca, pore su veće, ali ih je dosta manje zbog međusobnog spajanja jer je viskoznost mala. S postotkom od 1,5 % viskoznost se povećava, kao i broj pora, a njihova veličina se smanjuje. Porast CaCO₃ utječe na smanjenje gustoće, dok poroznost raste jer se više plina može proizvesti unutar pjene. Vidljivo je kako je 2 % CaCO₃ rezultiralo najvećom poroznosti i najmanjom gustoćom, ali struktura nije homogena te sadrži veće pore, dok kod 1,5 % takve pore se smanjuju i struktura je homogenija. Pore nastale na početku miješanja su veće jer imaju vremena narasti zbog spajanja veće količine zraka. Pjene koje imaju sferoidnu strukturu, mogu apsorbirati najveću količinu energije. Pri ovome pjene s 1 % CaCO₃ imaju 65 % poroznosti i najveću apsorpciju, dok je poroznost pjena s 0,5 % dosta manja. S porastom brzine miješanja, veličina pora se smanjuje jer se agens bolje rasporedi po talini. Kod većih brzina miješanja od 2000 o/min, postoji mogućnost od pucanja dijela pjene zbog velike površinske napetosti pa je zato miješanje na 1400 o/min najbolje. Pjena s dodatkom 1,5 % Ca, 1 % CaCO₃ i brzinom miješanja 1400 o/min ima najbolja svojstva [106].

Autori su napravili pjene metodom miješanja prahova i sabijanja koristeći TiH₂ kao agens za pjenjenje i stabilizatore TiB₂, SiC i Mg. Svi stabilizatori dodani su s masenim udjelom od 3 %. Dodatkom magnezija gustoća pada, a dodatkom TiB₂ gustoća raste. Magnezij je pokazao da uzrokuje tanje zidove ćelija i modul elastičnosti dodatkom magnezija pada za 38 %, dok dodatkom TiB₂ raste za 8 % u usporedbi s pjenom bez stabilizatora, tj. samo s SiC. Granica stlačivanja je kod magnezija veća nego kod samog SiC, a manja u odnosu na TiB₂. Dok TiB₂ dvostruko povećava apsorpciju energije, Mg smanjuje za 11 % od pjene sa samim SiC. Pore su vidljivo manje kod SiC, nego kod ostalih dodataka, slika 7.2. [121].



Slika 7.2. Mikrostrukture s dodacima različitih stabilizatora [121]

Pjene su napravljene od 1, 3 i 5 % CaCO_3 te 5, 10 i 15 % SiC. Bazni materijal je legura A360. Povezale su se SiC čestice i legura A360 na temperaturi od 650 do 680 °C i miješale na 1400 o/min. Zatim se dodao karbonat i miješao te se onda mješavina držala na 700 do 730 °C u vremenu od 90 sekundi. Korišten je program Image Pro za promatranje mikrostrukture i računanja srednje veličine pore. S povećanjem SiC, raste i viskoznost taline. Poroznost je obrnuto proporcionalna s postotkom SiC. Sa 5 i 10 % SiC struktura nije homogena. Dodatak karbonata smanjuje gustoću i povećava poroznost, kao što je to pokazano i u prethodnim radovima. Pjena s 5 % ima najveću poroznost, dok je pjena s 1 % homogena. Optimum se postiže na 3 % jer je veličina pora između 2 i 3 mm. Pjene sa 70 % poroznosti imaju okrugle pore, od 70 do 80 % su semisferne, a iznad 80 % poliedarske. Sferni oblik ima najbolju apsorpciju energije. Tijekom tlačenja pjene, SiC čestice opiru se naprezanju dok ono ne postane dovoljno veliko što na kraju uzrokuje lom na zidovima pora ili u njihovoј blizini. Veća tlačna čvrstoća se postiže manjim udjelom CaCO_3 . Tijekom sabijanja, sloj koji je najbliži se deformira prvi, a zatim idu jedan po jedan do krajnje deformacije zgusnutosti. Nivo naprezanja je veći s dodatkom SiC, dok pada s dodatkom CaCO_3 . Efekt otvrdnjavanja je vidljiv korištenjem SiC dodatka [51].

Dodatkom čestica aluminijevog ili silicijevog oksida, povećava se mogućnost apsorpcije energije [23].

Pjena s mješavinom aluminija i 1 % cinka te dodatkom od 0 do 2 % do magnezija i 2 % kalcija je napravljena metodom taljenja. Dodan je 1 % kalcijevog karbonata. Karakteristike trošenja računate su prema pin od disk metodi s variranjem sile od 5, 10, 15 i 20 N te kliznoj

udaljenosti od 1000, 2000, 3000 i 4000 m. Uzorci su vagani prije i nakon ispitivanja. Specifična stopa trošenja računala se kao:

$$SWR = \frac{m_1 - m_2}{\rho_f l f_n}, \quad (7.1)$$

gdje su m_1 i m_2 početna i krajnja masa, ρ je gustoća, $a f_n$ primjenjena sila. S porastom Mg uz 1 % Zn, struktura je homogena. Prilikom povezivanja homogenog magnezija i cinka, poboljšavaju se mehanička svojstva. Uzorak bez dodatka magnezija i cinka ima veću čvrstoću od onog s njihovim dodatkom od 1 %, ali neravninivo naprezanja. Uzorci s većim dodacima magnezija imaju zaglađeni nivo naprezanja, dok Zn do 1 % daje čvrstoću aluminiju. Magnezij također poboljšava spajanje između aluminija i cinka. S porastom postotka dodanih elemenata raste apsorpcija energije. Najbolji je rezultat postignut dodavanjem 1 % Zn i 2 % Mg. Dodatne čestice povećavaju otpornost na trošenje. Ono ovisi o veličini celija i debljinu zidova. Ako sila raste, raste i specifična stopa trošenja. Pjena s čistim aluminijem, imala je najveću stopu trošenja. Magnezijevim dodatkom se smanjuje pa se može zaključiti da on poboljšava otpornost na trošenje kao i veličinu celija i debljinu zidova [61]. U još jednom radu je pokazano kako je, uz dodatak magnezija, pjena homogena i veća je ekspanzija [135].

U još jednom članku se obradivalo dodatke stabilizatora. Aluminiju se dodalo 1 % kalcijevog karbonata i cinka u postotku od 0, 0,5 i 1 % te kalcija od 2 %. Pjena je proizvedena metodom taljenja. Gustoća pada s porastom cinka i stabilizira se upjenjavanje, posebno s 1 % cinka jer ekspanzija sama ovisi o sposobnosti tekućine da se opire naprezanju, nego o količini plina za pjenjenje. Nivo naprezanja se produljuje s porastom postotka cinka. Dodatak 0,5 % Zn povećava nepravilnost pora, dok 1 % daje homogenost i također ima najveću apsorpciju i najveću granicu tlačenja [33].

Još jedan od stabilizatora koji se može dodati je cenosfera. Ona je jeftiniji stabilizator od gore navedenih jer s dobiva kao otpadni produkt. Sastoje se od aluminijevog i silicijevog oksida ispunjenih najčešće zrakom, ali i inertnim plinom. Dodatkom cenosfere, količina materijala potrebna za pjenjenje je manja i trošak je smanjen. Dodatni stabilizacijski agens nije potreban. U članku je korišten kalcijev hidrid s 0,3 do 0,6 %.

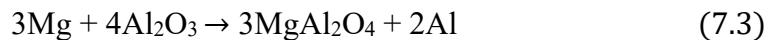
Poroznost cenosfere računa se prema njenom radiusu r i debljinu zida cenosfere t , a V_c volumen udio cenosfere:

$$V_{pc} = V_c \left(1 - \frac{t}{r}\right)^3 \quad (7.2)$$

Cenosfera se dobro veže na bazni materijal. Debljina zida pada s porastom agensa za pjenjenje. S porastom agensa, raste broj pora i poroznost raste [12]. Cenosfere se mogu ponašati i kao pukotine unutar materijala, ali je njihova cijena dosta manja, nego kod ostalih stabilizatora [136].

7.2. Oksidi

Oksidi povećavaju viskoznost i pospješuju pjenjenje [135]. Nepravilna struktura oksida može dovesti do anizotropnosti pjene [135]. Pojavljuju se kao oksidni klasteri i variraju u veličini koja prelazi $100 \mu\text{m}$. Njihov postotak se povećava zagrijavanjem materijala i mogu se pojavljivati kao listovi [135]. Oksidi su homogeniji i manji uz dodatka magnezija [135]. Oksidni sloj koji nastaje korištenjem dolomita, pomaže stabilizaciji same pjene, kao i sprječavanju pogrubljivanja zrna i koagulacije pora. Taj sloj nastaje kao posljedica kontakta Al i CO_2 te se stvara tanki sloj. Oksidi koji nastaju mogu biti MgO , Al_2O_3 , CaO i $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ [42]. SiO_2 s također koristi kao stabilizator za pjene [137]. Povećanje koncentracije magnezija, destabilizira Al_2O_3 i stvara MgAl_2O_4 . Za male koncentracije od 0,02 % Mg, reakcija koja nastaje je:



Za veće koncentracije od 0,06 %, pretvorba ide na način:



Tako da se na većim koncentracijama od otprilike 1% Mg, stvaraju i MgAl_2O_4 i MgO [127]. Oksidi koji se nalaze na površini prahova, razbiju se tijekom kompaktiranja i rasprše po matrici. Kasnije pridodaju viskoznosti pjene [104].

Al_2O_3 najčešći je oksid koji se javlja prilikom pjenjenja aluminijevih legura. Pridonosi većoj ekspanziji pjene te, također, povećava poroznost. Isto tako sprječava ili ublažava tok taline [20]. U radu je pokazano kako je najveća ekspanzija pjene kod u procesu taljenja je bila s dodatkom 1 % Mg. Pjena je cijelo vrijeme rasla, dok je nedostatkom magnezija pjena rasla u početku više, ali je taj rast prijevremeno završio [127]. Stopa ekspanzije i kolapsa se smanjuje s povećanjem oksida. Oni podižu viskoznost. Potrebno je postići optimum na način da oksidi dignu viskoznost, ali ne zaustavljaju rast pjene. Povećanjem velike količine oksida, viskoznost je veća pa onemogućava rast i ekspanziju. Broj oksida na površini ovisi o tehnici izrade praha, veličini, atmosferi, vlažnosti, temperaturi i vremenu [128].

7.3. Legirni elementi

Bakar i magnezij dodaju se aluminiju kako bi se poboljšala mehanička svojstva. Magnezij omogućuje bolji raspored pora i povećava povezivost plina i taline. Magnezij ujedno pomaže i u sprječavanju korozije i smanjenju gustoće. TiH_2 se toplinski obradio da bi se spriječilo preuranjeno otpuštanje plina. Zagrijavao se 3 sata na $480\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pokazalo se kako je povećanjem udjela magnezija, veća ekspanzija i pore su sferoidne. Nakon dvostrukog sabijanja, pjenjenje je izvedeno se na temperaturama od 610 do $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ kroz 5 do 20 minuta. Najveća ekspanzija je bila kod uzorka na $630\text{ }^{\circ}\text{C}$ s vremenom od 10 minuta [50]. Dodavanjem mangana, magnezija i cinka povećala se tlačna čvrstoća [61]. Još jedan autor spominje povećanje čvrstoće, dodacima magnezija i skandija [138].

Skandij Sc može značajno poboljšati granicu stlačivanja pjene, ali je skup, a erbij Er značajno poboljšava mehanička svojstva aluminijevih legura. Dodatkom 0,3 % Er, postiže se homogenost pora. Mikrotvrdoća raste s porastom postotka Er do 0,3 %, a zatim opada. Najveću granicu stlačivanja ima pjena s 0,3 % Er. U odnosu na pjenu bez Er, vidljivo je povećanje granice stlačivanja bez obzira na postotak Er. Nivo je naprezanja najveći s 0,5 i 0,9 % Er. Također je apsorpcija energije veća s istim postotkom. Na visokim temperaturama Er se povezuje s aluminijem i stvara eutektikum Al_3Er , a može se izdvojiti i kao sami metal. Prilikom tlačenja, dolazi do očvršćivanja Er i sekundarnog očvršćivanja faze Al_3Er [139].

Aluminijeva sintaktička pjena sadržava veću čvrstoću od čistog aluminija, a manju deformabilnost. Dodatak Sc povećava općenito povećava granicu stlačivanja, iako je skup materijal pa je kao alternativna zamjena dodaje Mn koji poboljšava granicu stlačivanja i nivo naprezanja. Bakar poboljšava svojstva nakon toplinskog tretmana što je vidljivo u povećanju precipitacijskog očvršćivanja. Taljenjem je napravljena pjena aluminija s dodatkom bakra i Ca kao stabilizatora. Bakar je dodan s postotcima od 1, 3,5 i 5 %, a kalcij s 2 %. Titanijev hidrid je dodan s 0,8 %. Najviše je bakra vidljivo na zidovima čelija. S porastom bakra, raste granica stlačivanja. Porastom postotka Cu raste i fluktuacija u ravnom dijelu tlačnog dijagrama upravo zbog očvršćivanja koje se javlja. U odnosu na čiste aluminijске pjene, granica stlačivanja je porasla od 22,4 do 93,5 %, dok je nivo naprezanja narastao od 7,2 do 35,2 %. Najveći porast kod oba svojstva je uz dodatak 3,5 % Cu. Apsorpcija energije, u odnosu na čisti aluminij, povećala se od 14,6 do 36,4 % i ponovno je najbolju vrijednost imala pjena s 3,5 % Cu. Poboljšanje svojstava događa se zbog precipitata na granicama zrna koji se povećavaju, dodatkom bakra koji dovodi do očvršćivanja i sekundarnog očvršćivanja. Dodatkom od 5 % tih je precipitata previše pa svojstva opadaju jer dovode do mjesta lomova tijekom tlačnog

testa. Općenito se javljaju faze AlCu3 i Al6.1Cu1.2Ti2.7. izvedeno je starenje i T6 tretman. Provjeravala se razlika bez tretmana, 6 sati na 200 °C, 6 sati na 540 °C i 3 sata starenja na 200 °C. Najučinkovitija toplinska obrada bila je starenja, tj. dozrijevanja bez prethodnog žarenja [140].

Pjena s dodatkom mangana ima povećanje tvrdoće. Uzoreci s 0,2 i 1 % Mn imaju žilavim lom i visoki nivo naprezanja, dok više od tog postotka dolazi do krhkog loma. Usporedba apsorpcije pjene bez mangana i pjene s manganom je 0,7 MJ/m³ naprema 2,56, 3,35, 3,74 i 3,92 MJ/m³ za 0,2 %, 1 %, 2 % i 4 % Mn. Isto tako je za granicu stlačivanja kod pjene bez mangana iznos 1,5 MPa, a s manganom od 0,2 % iznosi 4,7 MPa. Al₆Mn poboljšava mehanička svojstva. Veći postotak mangana dovodi do žilavog prijeloma. Najbolje pjene su s 0,2 do 1 % Mn. Otvrdnjavanje je potaknuto stvaranjem Al₆Mn spoja [141].

Pjene aluminijevih legura s dodatkom silicija imaju dobru livljivost, koroziju otpornost i zavarljivost [130].

Kao stabilizatori, osim Ca, dodaju su i QK150 i QK300 koje sadržavaju SiO₂, Al₂O₃ i Fe₂O₃, a razlikuju se po veličini čestica pri čemu je QK150 manji. Njihovim dodatkom povećala se granica stlačivanja i nivo naprezanja, ali je bitno ograničiti postotak dodataka za postići optimalnu apsorpciju energije. Dodane su čestice s postotkom od 0, 2,5, 5, 12,5 i 20 % i najbolja mehanička svojstva prikazana su s 2,5 i 5 % [142].

8. TOPLINSKA OBRADA

Precipitacijsko očvršćivanje nastaje kao produkt toplinske obrade žarenja, brzog hlađenja ili gašenja te starenja ili dozrijevanja. Prva faza je zagrijavanje na višim temperaturama da se stvore legirni elementi rastvore u matrici aluminija, nakon toga slijedi gašenje, tj. brzo hlađenje u kojem temperatura pada do sobne. Treći dio je starenje gdje se stvaraju GP (Guinier Prestonove) zone. Dosta parametara utječe na toplinsku obradu i proizvode koji se stvaraju, a to su kemijski sastav, temperatura i vrijeme žarenja, brzina gašenja i temperatura starenja. Dio uzorka je hlađen nakon pjenjenja na $670\text{ }^{\circ}\text{C}$ u vodi i zatim je jedan uzorak dodatno dozrijevan na $165\text{ }^{\circ}\text{C}$ za 12 sati, dok drugi uzorak nije prošao dodatnu toplinsku obradu. Dva uzorka su s temperature pjenjenja hlađena na zraku, pri čemu na jednom uzorku nije provedena toplinska obrada, a na drugom je provedeno homogenizacijsko žarenje na $530\text{ }^{\circ}\text{C}$ za 100 min, a zatim dodatno dozrijevan na $165\text{ }^{\circ}\text{C}$ za 12 sati. Najveću tvrdoću imao je uzorak hlađen na zraku i naknadno toplinski obrađen, dok je uzorak hlađen u vodi nakon pjenjenja imao sličnu tvrdoću kao oni na kojima nije provedeno starenje. Uzorci koji nisu stareni imali su sličnu tvrdoću pa se može zaključiti da brzina hlađenja s temperature upjenjavanja nema utjecaja na tvrdoću, a starenjem dobivaju veću tvrdoću. To više ima utjecaj za povećanje kod hlađenja na zraku jer se kod hlađenja vodom ne izvrši toplinska obrada do kraja jer se ne stvorи jednaka količina precipitata [143].

Ispitani su uzorci dobiveni toplinskom obradom prvo na $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ za 1 sat, zatim $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ za 2 sata. Nakon toga su gašeni i umjetno dozrijevani 2 sata na $200\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pokazalo se kako uzorci nakon toplinske obrade imaju finije zrno i vidljiv je značajan porast apsorpcije energije [144]. Autori su proveli ispitivanje svojstava na toplinski neobrađenom uzorku i uzorku koji je žaren na $540\text{ }^{\circ}\text{C}$ 12 sati, a potom umjetno dozrijevan 5 sati na $155\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pokazalo se kako je apsorpcija energije kod obrađenog uzorka porasla za 40 %, a nivo naprezanja se udvostručio kod dinamičkog tlačnog testa [145].

U radu su uzorci od odvojene čestice LM26 podvrgnuti predgrijavanju na $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ za uklanjanje zaostalog ulja i sredstva za podmazivanje. Kasnije su zagrijavani i na $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ kako bi se podigla koncentracija oksida koji će služiti za stabilizaciju pjene. Zaključeno je koncentracija oksida s 0,11 % porasla na 0,53 %. Toplinskom obradom postignuta je veća viskoznost i deblji sloj oksida čije je ponašanje slično pjenama od odvojene čestice [127].

Kroz ispitivanje, provedena je toplinska obrada uzorka. Toplinska obrada nije ista kao kod punog materijala jer je pjena šupljikava pa je manja provodljivost topline i hlađenje je

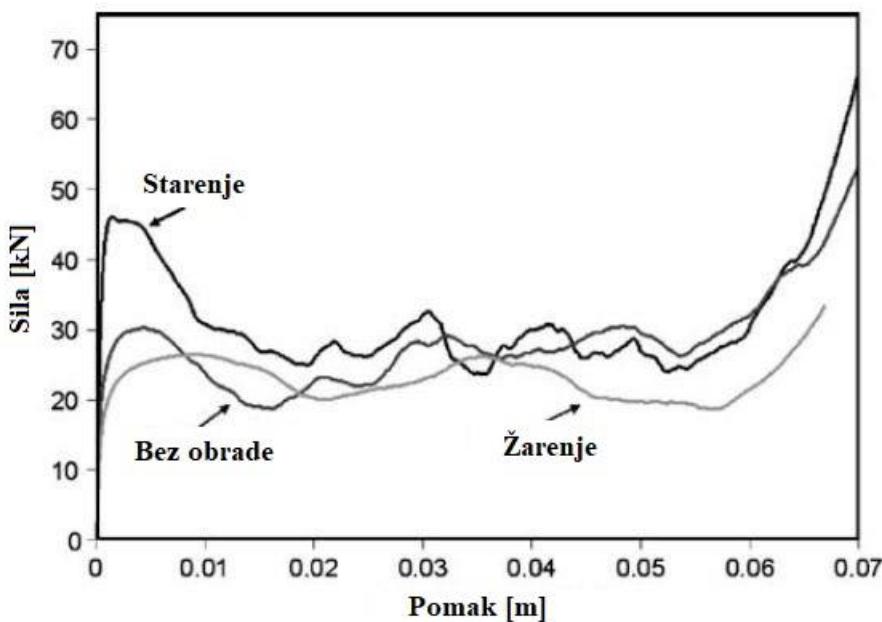
sporije. Legura 2014 podvrgnuta je žarenju na 500 °C u vremenu od 2 sata. Zatim je jedna pjena dozrijevana na sobnoj temperaturi 5 dana, jedna umjetno dozrijevana na temperaturi od 160 °C za 18 sati, dok na trećoj nije provedena naknadna toplinska obrada nakon žarenja. Općenito je pravilo da, za pjene s većom gustoćom, nema ravnog nivoa naprezanja. Kod najnižih gustoća, ima dulji nivo, ali je tlačna čvrstoća dosta manja. Najveća čvrstoća je kod pjene koja je umjetno dozrijevana. Stabilniji nivo naprezanja postignut je korištenjem sile koja je paralelna sa stranama pjenjenja, nego kad sila okomito ide s obzirom na smjer pjenjenja [81].

Jeenager i ostali proveli su ispitivanje mehaničkih svojstava nakon pjenjenja uzoraka na 750 °C. Uzorci su napravljeni s agensom TiH₂ i dodatkom SiC i Ca. Zatim je izvršen proces starenja na 100, 150, 180 °C za 20, 40, 60 i 120 minuta. Najveća je bila tvrdoća pjene nakon starenja 40 minuta na 150 °C i iznosila je 122 HV. Od ostalih, za starenje na 180 °C, najveći skok se pokazao za 60 minuta, a isto vremensko razdoblje je rezultiralo najvećim skokom u tvrdoći i na 100 °C. Najveću granicu stlačivanja, od 3 prethodno spomenute, imala je pjena toplinski obrađena na 150 °C za 40 minuta, a najmanju na 100 °C za 60 minuta. Najveći nivo naprezanja i apsorpciju energije također je imala pjena na 150 °C. Nakon pjenjenja, pjena ima grubo veliko zrno koje teži pucanju. Nakon starenja, javljaju se fini precipitati, a pri visokoj temperaturi starenja oni se spajaju i koaguliraju, kao na 180 °C. Zaključak je da su s toplinskom obradom poboljšana svojstva u odnosu na uzorak bez toplinske obrade [146].

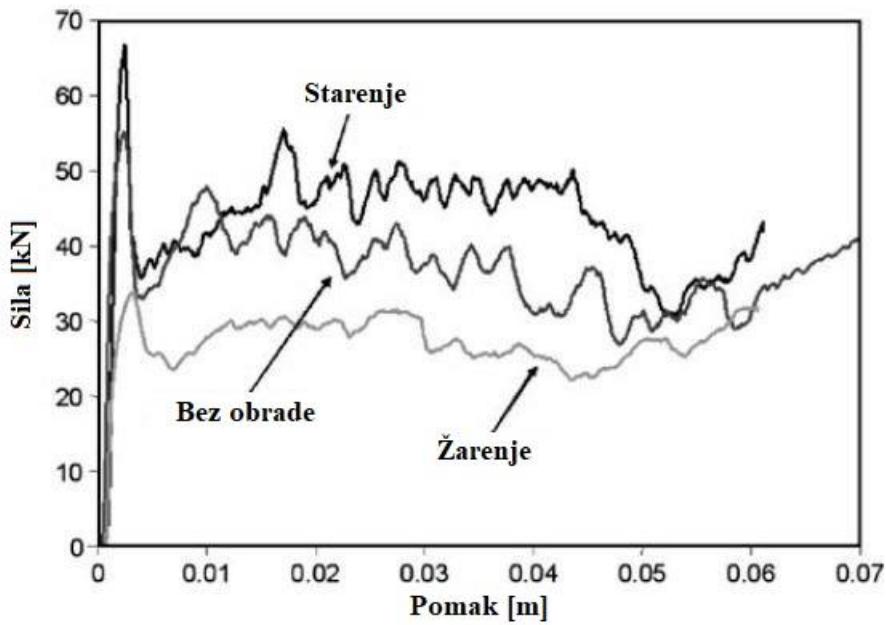
Aluminijeva serija 7000 može precipitacijski očvrstnuti kroz toplinsku obradu. Koristi se za klipove, klackalice, kočione čeljusti i kotače, a raširena je primjena i u elektronskoj industriji i sportu, transportnoj industriji. Autori su dodali 5 %, 10 %, 15 % ili 20 % SiC i 0,5 % TiH₂ zagrijanom aluminiju na 750 °C. T6 tretman je odrađen, s tim da je materijal žaren na 480 °C za 1,7 sati, gašen i umjetno dozrijevan na 120 °C za 24 sata. Povećanjem SiC čestica dolazi do povećanja granice stlačivanja, bez obzira na jednak gustoću koju pjene mogu imati. Pokazano je kako, toplinskom obradom, apsorpcija energije kod uzorka s 20 % SiC raste za 20,36 %, dok za 10 % SiC je narasla 58,12 %. Toplinska obrada rezultirala je povećanje tlačne čvrstoće i nivoa naprezanja te elastičnog dijela. Karakteristika dodavanja stabilizatora i toplinske obrade je što se krivulja u dijagramu u drugom dijelu nivoa naprezanja nema glatki oblik, nego je valovita što je karakteristika očvršćivanja [147]. Veća brzina deformacije može dovesti do sekundarnog očvršćivanja [148].

Kod 7075 legure javljaju se dvije faze intermetalnog spoja, jedna sa željezom koja je kompaktna i jedna s bakrom koja je dendritne strukture. Kod 6061 imamo α – (Fe i Si) faze. Campana i ostali napravili su tlačni test za uzorce legure AW 6061 i AW 7075 za neobrađeni

uzorak. Potom su ispitivali i uzorke koji su rastvorno žareni na $530\text{ }^{\circ}\text{C}$ za leguru 6061, a na $480\text{ }^{\circ}\text{C}$ leguru 7075 za 1,7 sat. Treći dio uzorka ispitana je nakon umjetnog dozrijevanja za 10 sati na $165\text{ }^{\circ}\text{C}$ za leguru 6061, a za 7075 je dozrijevanje napravljeno na $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ za 24 sata. Zadnji dio je također ispitivanje žarenih pjena, pri čemu je legura 6061 zagrijavana 1 sat na $415\text{ }^{\circ}\text{C}$, a legura 7075 1 sat na $425\text{ }^{\circ}\text{C}$. Prva legura je sporo hlađenja s $15\text{ }^{\circ}\text{C/h}$, a druga $30\text{ }^{\circ}\text{C/h}$ do $230\text{ }^{\circ}\text{C}$. Zatim je prva legura zadržana na toj temperaturi 2 sata, dok je druga legura zadržana 6 sati. Tijekom tlačenja zidovi se pokušaju sabiti a pad nastupa plastičnim kolapsom ili krhkim lomom. Precipitati očvršćivanja ili metalurški defekti, kao što su inkluze ili defekti curenja, mogu uzrokovati inicijaciju pucanja. Nakon starenja povećala se homogenost i čvrstoća legure 6061, slika 8.1. 7075 ima veće očvršćivanje, a vidljivo je žilavo ponašanje kod sporo žarenih uzorka, iako prvi skok naprezanja još vidljiv. Iako 7075 ima veću čvrstoću, ima krhku strukturu koja je vidljiva na ozubljenoj krivulji dijagrama. Starenje povećava elastični limit, nivo naprezanja i apsorpciju, iako utječe na žilavi lom obje legure pa je preporučljivije koristiti pjenu nakon sporog žarenja. Tada će biti plastična deformacija i žilavije ponašanje. Kod uzorka bez toplinske obrade i dozrijevanih uzorka vidljivo je kako je područje nivoa naprezanja valovitije od žarenog uzorka, slika 8.2. Starenje omogućava postizanje otpornosti na dislokacije što se vidi u postizanju finih homogeno raspoređenih precipitata. Za razliku od toga, žarenje i sporo hlađenje povećava precipitate i prostor između precipitata koji je veći smanjuje precipitacijsko očvršćivanje i materijal je žilaviji [149].



Slika 8.1. Usporedba tlačnih svojstava prije i nakon toplinske obrade legure 6061 [149]



Slika 8.2. Usporedba tlačnih svojstava prije i nakon toplinske obrade legure 7075 [149]

Legure 6000 izabrane su, u radu, zbog srednje čvrstoće i dobre korozijske otpornosti, mogućnosti zavarivanja i umjerenog troška. Serija 7000 ima najveću čvrstoću, AlZnMgCu se koristi u zrakoplovstvu, a AlZnMg legure kombinira nižu čvrstoću s dodatnim mogućnostima zavarivanja i korozijske otpornosti. S porastom bakra, dobiva se veća čvrstoća, a tu su legure AlMg1SiCu (6061) i AlZn5.5MgCu (7075). Bakar podiže čvrstoću u T6 i T7 stanju, ali povećava i osjetljivost kod gašenja. Legure AlSi1MgMn (6082) i AlZn4.5Mg1(7020) imaju reducirani bakar. Manja je osjetljivost kod gašenja. Legure 6082 i 7020 kao bazne matrice toplinski su obrađene precipitacijskim očvršćivanjem. Legura 6082 gašena je u vodi i na zraku, a legura 7020 samo na zraku. Žarenje kod legure 6082 bilo je na 530 °C, a 473 °C za leguru 7020 u trajanju od 100 min. Umjetno dozrijevanje provedeno je na 165 °C za 6082, a legura 7020 imala je dva koraka dozrijevanja, jedan je trajao 10 sati na 95 °C, a drugi na 150. Magnezij je dodan kao legura AlMg5. Titanijev hidrid dodaje se sa 0,6 %, nakon žarenja 3 dana se čeka na starenje kao u industrijskim procesima. Legura 6082 pokazuje porast tvrdoće za 59,2 % za hlađenje na zraku, 84,4 % za vodom hlađene uzorke. Leguri 7020 tvrdoća je narasla za 82 %. Maksimum je postignut za 6082 na 10 sati za prvo dozrijevanje i 18 sati za drugo dozrijevanje. Maksimum za 6082 je postignut u isto vrijeme za vodu i zrak. Većina pjena padne zbog krhkog strukture. 6061 i 6082 netretirani uzorci su žilavi, a svi ostali uzorci su krhki. Najveća uspješnost precipitacijskog očvršćivanja je od legure 6061 vodom hlađene 74,2 %, za leguru 7075 iznosi 63,3 %, za leguru 6082 iznosi 51,4 %, a za 7020 je 26,3 %. Najviše

povećanje očvršćivanja je kod legura 6061 i 7075. Najmanju apsorpciju imala je legura 7075 i 6061 u vodom hlađenom stanju. Toplinska obrada vodi do povećanja čvrstoće, posebice kod legura s udjelom bakra. Legure s manjim udjelom bakra, također imaju osjetljivost na gašenje [150].

Za pjenjenje s agensom TiH_2 dobre su legure AlSi7, AlSi10, AlSi12, AlMgSiCu i AlSiCu jer imaju nisku temperaturu tališta. Legura 6061 s dodatkom 0,6 % TiH_2 i 0, 3, 5 i 10 % Al_2O_3 pjenjena je na $780\text{ }^{\circ}\text{C}$ u intervalu od 6 do 8 minuta. Potom je žarena i umjetno dozrijevana na $175\text{ }^{\circ}\text{C}$ za 2, 8 i 16 sati. Žarena je prvo na $420\text{ }^{\circ}\text{C}$ i 3 sata i sporo hlađena. Potom je držana 1 sat na $260\text{ }^{\circ}\text{C}$, a od te temperature je nastavljeno sporo hlađenje do sobne temperature. Drugi proces je zagrijavanje na $530\text{ }^{\circ}\text{C}$ u vremenu od 100 min, a zatim umjetno dozrijevanje na $175\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dodatkom Al_2O_3 s 3% veličina i oblik čelija nisu se značajno promijenili. Kada je porastao dodatak na 5%, čelije su poraste, ali je bila fina struktura. S 10 % dodatka, broj čelija se smanjio i čelije su postale veće i vidljivo je curenje pjene. Donji dio pjene je ostao veće gustoće zbog curenja. Za 3 i 5 % gustoća je bila gotovo jednaka, dok je za 10 % porasla. Legure s 3 i 5 % su homogene, za razliku od onih s 0 i 10 % dodatka. Stabilizator Al_2O_3 ne utječe na tvrdoću, a ona je porasla toplinskom obradom s otprilike $HV\ 66 \pm 9$ na $HV\ 117 \pm 9$. Dodatak stabilizatora nije potreban u iznosima višim od 5 % [151].

Poznato je kako je teško rastaliti metal bez uključina iz zraka, pri tome se dodaju stabilizatori kako bi poboljšali pjenjenje. U radu je korištena Al-Si-Cu legura i titanijev hidrid kao agens za pjenjenje. Prekursori s dodatkom 0,5 % TiH_2 su hladno prešani i ekstrudirani s omjerom 10 (omjer površine početnog presjeka i završnog presjeka nakon ekstruzije). Toplinski su tretirani na različitim temperaturama od 460, 480, 500 i $520\text{ }^{\circ}\text{C}$ i držani su dva sata na toj temperaturi. Nakon toga su pjenjeni u peći na temperaturi od $680\text{ }^{\circ}\text{C}$. Vidljivo je kako je način rasta pjene u svim uzorcima, uključujući i onaj bez toplinske obrade, isti. Najprije rastu, a zatim, nakon što dosegnu maksimum, počinju padati. Uzorci do $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ slično se ponašaju kao uzorak bez toplinske obrade. Neobrađeni uzorak najbrže doseže ekspanziju u vremenu od 390 s. Na $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ uzorcima je potrebno dulje vrijeme za dosezanje maksimalne ekspanzije (450 s), dok uzorci na $520\text{ }^{\circ}\text{C}$, također imaju produljeno vrijeme u odnosu na uzorak bez toplinske obrade (930 s), ali im je ekspanzija manja nego u neobrađenih uzoraka. Kod uzoraka tretiranih do $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, rastaljena pjena može izdržati dulje vremena bez curenja i pada ekspanzije. Kod $520\text{ }^{\circ}\text{C}$ došlo je do preuranjenog razlaganja TiH_2 pa je ekspanzija manja. Pjene koje nisu prethodno toplinski tretirane imaju 3 faze. Prvi dio je velika ekspanzija, praćena velikim padom u broju pora, zatim se taj pad nastavlja samo u manjim količinama, a zadnja

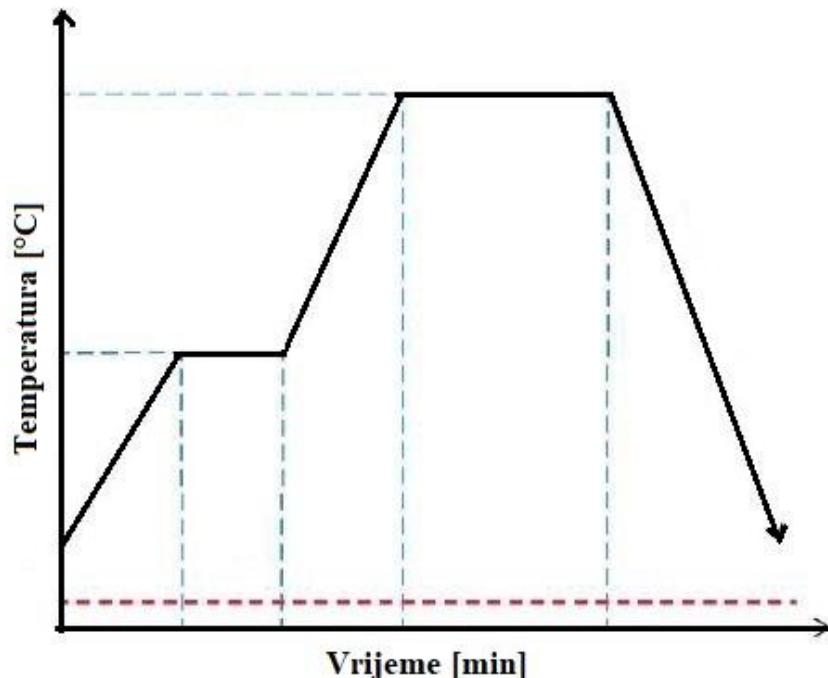
faza je gotovo konstantan broj pora, tj. blago padajući. U prvom dijelu zbog prekomjerne ekspanzije, pada broj pora jer koaguliraju i ruše se zidovi ćelija. Zadnja faza završava na način da gornji dio pjene se urušava, a donji dio nema pora. Na $520\text{ }^{\circ}\text{C}$ koagulacija pora se usporava tijekom upjenjavanja i nema toliko drastičnog pada broja pora kao kod netretiranog uzorka. Broj pora na kraju je veći, kao i stabilnost. Promjer pora se smanjio s toplinskom obradom. Na $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ uzorak ima više pora i nagib je blaži nego kod netretiranog uzorka. Oksidi se više stvaraju kod uzorka na 500 i $520\text{ }^{\circ}\text{C}$. Oni su na $520\text{ }^{\circ}\text{C}$ raspršeni u blizini ćelija pora pa nije omogućen njihov utjecaj na stabilizaciju samih pora jer za stabilizaciju treba postojati kompaktni obrub. Ekstrudirani uzorak nema oksida na većim dubinama, dok ga uzorak koji je zagrijavan na više temperature ima u obliku malih pahulja. Kako bi nastala pora u ekstrudiranom uzorku, mora se nadjačati tlak taline, dok kod zagrijavanih uzorka, mora biti nadjačan i oksidni raspršeni sloj u pjeni. Zbog toga je rast sporiji i time se postigla stabilizacija. Samo curenje pjene nije dobro istraženo, tj. na koji način je ono smanjeno [49].

9. METODE OPTIMIZACIJE PJENE

Pomoću Taguchi metode promatrala se optimizacija zadanog postupka pjena proizvedenih korištenjem 1, 1,5 i 2 % TiH₂ i materijala Duralcana F3S.20S. Korišten je dizajn eksperimenata kako bi se napravio plan pokusa. Provedeno je tlačno ispitivanje, a programom ANOVA se računala korelacija dobivenih rezultata. Pokazano je kako nivo naprezanja i granica stlačivanja mogu biti veći s porastom temperature upjenjavanja, brzine miješanja i manjim udjelom TiH₂. Najutjecajniji faktor na apsorpciju energije je temperatura pjenjenja [152].

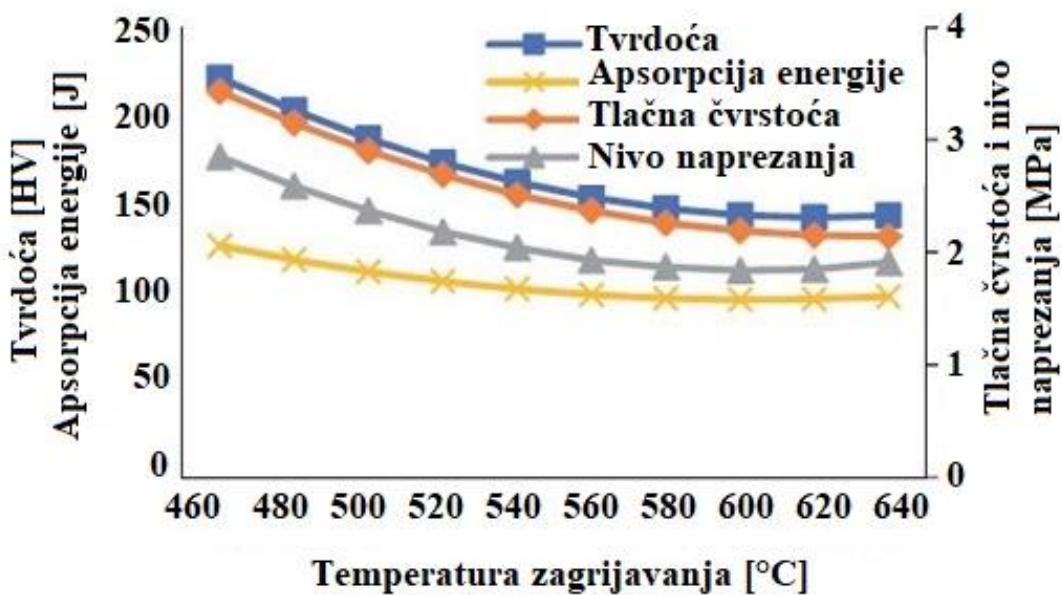
Pjena je napravljena korištenjem elemenata Al, Cu i Mn te 2 % Ca kao stabilizatora, a za agens je korišteno 1,5 % TiH₂. Prvo pjenjenje bilo je metodom taljenja na 670 °C, a drugo na 730, 760, 790°C i 810 °C. Koristila se Taguchi metoda za analiziranje, a kao izlazni parametri uzeti su: poroznost, veličina i oblik pora. Struktura se pregledavala s Image Pro Plus softverom. Prije proizvodnje TiH₂ je zagrijavan 3 sata na 400 °C za predoksidaciju kako bi se povećala temperatura razlaganja. Prema ispitivanju Taguchi, u obzir se uzela temperatura i vrijeme drugog upjenjavanja, vrijeme prvog upjenjavanja i temperatura predgrijavanja. Pokazalo se kako su najutjecajniji faktori temperatura i vrijeme drugog pjenjenja. Apsorpcija energije veća je kod porasta druge temperature upjenjavanja na 810 °C i pore su raspoređenije na bolji način. Nivo naprezanja dvostupanjskim pjenjenjem veći je od, nego kod legura s jednim pjenjenjem. Poroznost raste porastom promjera pore, a smanjenjem homogenosti. Pjene s manjim porama i homogenom strukturom mogu se dobiti na većim temperaturama upjenjavanja od 760 °C i vremenu manjem od 5 minuta, kao i žilavi lom, a obrnuto se dobiva krhki lom. [47].

Koristeći ANOVA metodu, poučavao se utjecaj temperature i vremena pjenjenja te stabilizacijske temperature na tvrdoću. Kada je temperatura grijanja viša i vrijeme držanja duže, tvrdoća opada. Povećanjem stabilizacijske temperature, tvrdoća raste. Materijal s većim zrnom ima gora mehanička svojstva pa je bitno izbjegavanje previsokih temperatura [153]. Još jedan članak proučavao je utjecaj stabilizacijske temperature, temperature pjenjenja i vremena na mehanička svojstva i oblik pora. Temperatura pjenjenja se mijenjala od 460 do 640 °C, vrijeme od 20 do 220 min i stabilizacijska temperatura od 345 do 480 °C, slika 9.1.



Slika 9.1. Dvostupansko pjenjenje [154]

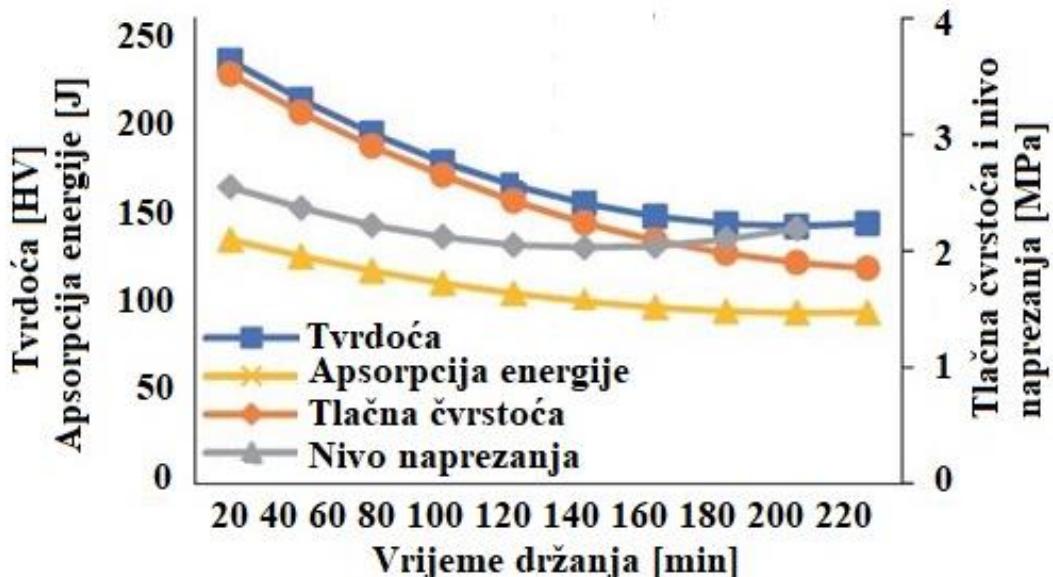
S povećanjem temperature zagrijavanja, padaju tvrdoća, apsorpcija energije i nivo naprezanja, slika 9.2.



Slika 9.2. Utjecaj temperature pjenjenja na svojstva [154]

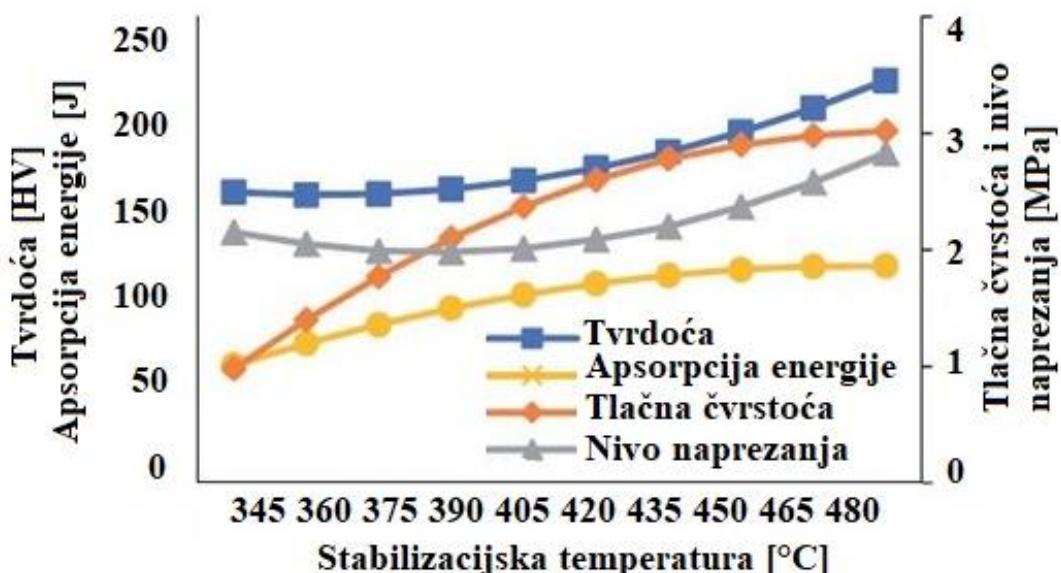
Moguća je povezanost pada svojstava s rastom zrna što pogoršava svojstva, tj. materijal postaje mekši. Prilikom zagrijavanja za smanjenje napetosti, viša temperatura će dati veće zrno, dok je

manja temperatura podobnija za uporabu. S povećanjem vremena, a posebno i temperature, odvija se povećanje zrna i pogoršavanje svojstava, slika 9.3.



Slika 9.3. Utjecaj vremena pjenjenja na mehanička svojstva [154]

Smanjuje se broj zrna jer se spajaju i nastaje manje većih zrna koja pogoršavaju mehanička svojstva, jednako kao i kod temperature pjenjenja. Usprkos toma, povećanjem stabilizacijske temperature, povećavaju se i mehanička svojstva, slika 9.4.



Slika 9.4. Utjecaj stabilizacijske temperature [154]

Ova temperatura smanjuje utjecaj omešavanja do kojeg dolazi na višim temperaturama čime opadaju mehanička svojstva [154].

Jedna od metoda koja služi za predviđanje mehaničkih svojstava pjene na temelju eksperimenata je neuralna mreža. U radu je prikazana neuralna mreža koja je povezivala ulazne parametre koji sačinjavaju: veličinu i oblik pora, kako bi se dobilo predviđanje deformacijskih svojstava [21].

10. PJENE OD ODVOJENIH ČESTICA

Proizvodnja pjene direktnim taljenjem legure aluminija ima veliku prednost u smanjenju troškova proizvodnje kada se radi s odvojenom česticom. Jedan i od najvećih problema korištenja same pjene je i njezina cijena u slučaju kada se radi s legurom u obliku praha zbog visokih troškova njegove izrade i visokih troškova proizvodnje takvih pjena [127]. Jednako tako, veliki problem je i dodavanje skupljih stabilizatora za homogenizaciju jeftinijih pjena pa u cijelom postupku treba pronaći balans cijene i kvalitete. Negativna strana upjenjavanja s odvojenim česticama je ta što su one nepravilnijeg oblika i teže ih je miješati.

Uspoređene su pjene nastale iz praha aluminijeve legure i druge koje su proizvedene korištenjem odvojene čestice. Uzorci su napravljeni pjenjenjem uz varijacije postotka TiH_2 , kao i Al_2O_3 . Pjene od praha su homogene i veće poroznosti, dok je kod odvojenih čestica bila potpuno obrnuta situacija, uz vidljivu nehomogenost pora [20].

Otpaci od odvojenih čestica zauzimaju veliku površinu, oksidirani su i moguće da su pomiješani s nekim drugim materijalima. Više od 40 000 tona otpada aluminija godišnje ostane. Oksidi otežavaju reciklažu. Prilikom reciklaže, ako se oksidni sloj razbije tijekom taljenja ili sabijanja, on povećava vlačnu čvrstoću, granicu stlačivanja materijala i mikrotvrdoću. Oksidni sloj utječe na snižavanje svojstava deformabilnosti. Postoji više metoda reciklaže. Jedna od njih je kemijska gdje se dodaje natrijev hidroksid ili klorovodična kiselina. Oksidni sloj s česticom reagira s kiselinom ili hidroksidom i pri tome se izluči čisti aluminij. On oksidira, a novonastali oksidni sloj je homogen i pogodan je materijal za proizvodnju prahova aluminijeve legure. Metoda taljenjem koristi se kada se materijal dodaje u čistu leguru. Svakako potrebna je zaštitna atmosfera za sprečavanje ulaska dodatnih oksida. Zadnja metoda je u krutom stanju gdje se deformacijom razbija oksidni sloj i omogućuje materijalu daljnji nastavak rada [155]. Isto tako metoda s ekstruzijom reducira gubitke prilikom reciklaže aluminija [156]. Prema termogravimetrijskoj analizi, razlaganje karbonata kalcijevog odvija se od 720 do 830 °C, tako da je preporučljivo pjenjenje od 750 do 850 °C. CO_2 koji se oslobodi reakcijom tvori spojeve s Mg pa tako nastaju MgO i CO te sa Si i tvori SiO_2 i CO. Isto tako s aluminijem stvara Al_2O_3 . Oksidi očvršćuju i stabiliziraju zidove čelija. CO_2 i CO zajedno s aluminijem stvaraju Al_2O_3 oksid te Al_4C_3 spoj. Na najslabijem mjestu u pjeni se pojavljuje lom, izvijanje i slabljenje zida čelije. Kad se kompaktiraju čelije deformiranog sloja, sila se oslobođi privremeno, a naprezanje pada tijekom početne faze. Porastom deformacije, čelije kompaktiranog sloja se međusobno dodiruju i tlači se idući sloj. Od spoja odvojene čestice aluminija i 5 % $CaCO_3$ pjenjenjem na 800 do 850 °C, dobila se pjena relativne gustoće od 0,14 do 0,25 [80].

7075 pjena se napravljena je od recikliranih materijala legura aluminija s dodatkom otpadnog SiO_2 . Zrno Al reducirano je dodatkom SiO_2 [157].

10.1. Otvorene čelije

Veličina pore ovisi o veličini čuvara prostora za izradu pjene. Porastom tog čuvara, veća je i pora, kao što i poroznost raste s porastom broja čestica, dok gustoća pada. Tvrdoća nema bitne promjene u ovisnosti o gustoći, ali sinterirani uzorci daju manju tvrdoću i takvim je uzorcima zrno dosta veće. Isto tako porastom gustoće, raste i očvršćivanje [1]. S većom gustoćom, veća je apsorpcija energije i granica stlačivanja, dok je deformacija pri zgušnjavanju manja [1].

Mogu služiti kao toplinski hladnjak kod elektroničkih komponenti, toplinski štit, u transportu protiv izvijanja i udara, kao i u zgradarstvu. Aluminijeve pjene se koriste zbog nižih troškova i mogućnosti lagane proizvodnje određene geometrije i boljih mehaničkih svojstava. Procesi na bazi taline imaju najhomogenije strukture pora. Tu je potreban vakuum kako bi se pravilno izvodila proizvodnja i ostala homogenost, što je dosta skupo. Na pjene tu utječe i reaktivnost plina s talinom te također nivo vakuma. Ako nema vakuma nečistoće mogu ući ili oksidi i neke sekundarne faze koje utječu na mehanička svojstva [97]. Otvorene čelije mogu se oblikovati metodom tlačnog utiskivanja na način da se sabija samo gornji sloj i pri tome poveća čvrstoća, bez doticanja donjeg dijela pjena [158].

10.2. Zatvorene čelije

Korištenje odvojene čestice za izradu pjena ima manu zbog lošije mogućnosti miješanja manjih čestica TiH_2 koje su, u ovom radu, dodane od 0,5 do 3% i većih odvojenih čestica aluminijeve legure A6063. Uz to je dodan stabilizator Al_2O_3 u postotku od 3 do 5 %. U radu se odvojena čestica sabijala u toplov stanju pa su, nakon izvršenog sabijanja, vidljivi ostatci pukotine zbog nepotpuno spojenih odvojenih čestica. Time se može donijeti zaključak kako, prilikom pjenjenja, ne ostane cijela količina TiH_2 pa je poroznost manja. Čestice praha od kojih je također izrađena pjena, dale su pjenu s homogenim porama, bez aglomeracija, tj. okrupnjavanja pore, dok su pjene s odvojenim česticama imale velike pore u smjeru ekstruzije. Na ovaj način pore su koagulirale i dobilo se nepravilno zrno. Veća brzina miješanja čestica na početku, dovodi do boljeg miješanja čestica, a razbija se i oksidni film na površini. Porast TiH_2 bio je pozitivan za ekspanziju od 0 do 2 % dodatka, nakon čega je porast na 3 % uzrokovao koagulaciju pore. Dodatak stabilizatora, povećao je ekspanziju. Prikazana je također i zamjena

ekstruzije s procesom tlačne torzije, čime su nastale pjene bile homogene s manje većih pora te je ekspanzija bila veća [20].

Uzorci su napravljeni metodom prahova s dodatkom TiH_2 i Al_2O_3 . Legura 4032 brže se pjeni od legure 6063 jer na samo pjenjenje utječe i likvidus i solidus temperatura koja su, za uzorak 4032, manje od temperatura legure 6063. Dakle, kao zaključak se može donijeti da će, legura s nižom temperaturom tališta, imati bržu ekspanziju od legure s višom temperaturom taljenja [159].

Autori su ispitivali utjecaj oksida na pjenu. Time su prvo obavili predgrijavanje kako bi povećali udio oksida te talili uz dodatak od 1 do 2 % Mg. Vidljivo je kako, uz dodatak magnezija, oksidi se razdvajaju, a nisu više postavljeni kao jedan grupirani sloj. Taljenjem se povećava postotak aluminijevog oksida, kao i magnezijevog oksida MgO koji nastaje u spoju aluminijevog oksida i magnezija. Smanjuje se zakretni moment potreban za miješanje taline dodatkom magnezija. Viskoznost pada dodatkom magnezija, kao i zbog stvaranja oksidnog filma od MgO i Al_2O_3 . Magnezij spušta brzinu pjenjenja, ali dosta utječe na mogućnost pjenjenja, tj. pjena koja nastane korištenjem magnezija je homogena i njezine pore su ujednačene. Autori su pokazali kako je 1 % magnezija optimalni iznos za stvaranje MgO i kako veći udio nije potreban [135].

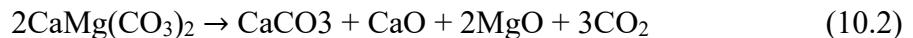
Uzorci su napravljeni od odvojene čestice legure LM26. Podvrgnuti su zagrijavanju na 400 °C za uklanjanje ulja i sredstva za podmazivanje, a na 500 °C kako bi povećali udio oksida. Na 750 °C se dodao magnezij s udjelom 1 do 2 %, a promatrana je i struktura bez dodatka. Agens za pjenjenje bio je TiH_2 . Rotacijskim viskozimetrom se mjerila viskoznost s taline dodatkom magnezija. TiH_2 je prethodno pripremljen na način da je predoksidiran 24 sata na zraku pri temperaturi od 400 °C, dok je na temperaturi od 500 °C ostao 1 sat. On se dodaje talini na 750 °C s udjelom 1,5 %. Sloj oksida se na površinu TiH_2 dovodi kako bi usporio razgradnje pa, na taj način, omogućio kontroliran proces pjenjenja. Isto tako se u drugi dio pjene dodao netretirani TiH_2 kako bi se to upjenjavanje ubrzalo i kako bi se istražila razlika svojstava konačnog materijala. S porastom magnezija, nije vidljiv porast $MgAl_2O_4$ i MgO , ali je vidljiv porast u Mg_2Si , a s toplinskom obradom hidrida porastao je udio oksida na površini. Najveći rast pjene bio je s 1 % magnezija, a karakteriziran je i s ujednačenom ekspanzijom. Dodatkom magnezija, pjena je postala homogena, dok su pore bez dodatka magnezija bile veće. Nadalje, magnezij je pospješio zagladivanje zidova pora, ali je dijelom smanjio viskoznost. Vidljivo je i odgađanje ekspanzije dodatkom magnezija. Unatoč tome oksidni film je s njegovom prisutnošću stabilniji i homogeniji po pjeni. Inače su radovi pisali o povećanoj

viskoznosti, ali ovdje su oksidi raspoređeni na način da potiču distribuciju kroz talinu i pospješuju smicanje. Magnezij je pospješio povezivanje plina i tekućine čime su oksidi zaglađeni, inače bi oni imali negativan utjecaj i grubu površinu na zidovima pora [127].

Uzorci za pjenu izrađeni su korištenjem odvojenih čestica legura AlSi9Cu3, AlMg4,5Mn s dodatcima 3 ili 5 % kalcijevog karbonata i dolomita. Na dio uzorka dodalo se 3 % CaO. Prema analizama, vidljivo je kako se titanijev hidrid i dolomit razlažu kroz dva stupnja, dok je razlaganje karbonata samo u jednom stupnju. To je posljedica tvrdnje da se on direktno pretvara u CO_2 i CaO.



Dvostruka linija dolomita ukazuje na reakciju razlaganja na karbonat, kalcijev i magnezijev oksid te CO_2 , a nakon toga druga linija je za razlaganje karbonata nastalog od dolomita.



Oba razdoblja razlaganja, popraćena su gubitkom mase uzrokovane nastanjem CO_2 . Više krajnje temperature razlaganja prate karbonat, pa je tako krajnja temperatura razlaganja za karbonata 830 °C, a za dolomit 850 °C. Ovako visoke temperature razlaganja, sprječavaju prijevremeni gubitak plina. Dodatak stabilizatora, samo je djelomično povećao ekspanziju na nižim temperaturama. Veća ekspanzija primjetna je sa legurom koja sadrži silicij koja doseže čak 300 % i ekspanzija je općenito veća za tu leguru i sve slučajeve dodataka. Ovakav rast, sličan je onome kod termalno tretiranog hidrida od 321 %. Tretiranje je pomaklo početnu temperaturu na 637 °C pa se tako odgodilo upjenjavanje. Veća ekspanzija je kod obje legure korištenjem dolomita kao agensa. Kao stabilizator kod dolomita, razvija se spoj MgO. On utječe na curenje pjene, veličinu pora i homogenost. Povišenje temperature, uzrokuje 22 % veću ekspanziju za karbonat, ali svakako manju od dolomita koji najveću ekspanziju ima na početku, a temperatura početka mu je niža. Korištenjem dolomita pore su manje, nego kod karbonata s naglaskom da, na nekim mjestima mogu se pojaviti veće ćelije zbog kolapsa ćelija. Manje pore nastaju zbog veće viskoznosti, a curenje nije vidljivo [35] [113].

Pjene su izrađene korištenjem aluminijevih ostataka limenki te kalcijevog karbonata u postotku od 3 do 9 % i Al_2O_3 u postotku od 1 do 5 %. Temperatura aluminijeve legure bila je od 750 do 900 °C. Pjenjenje je trajalo 3 do 6 minuta. Efikasnost recikliranja aluminijeve legure, tj. efikasnost pjenjenja najveća je na 825 °C, a nakon toga se smanjuje. Temperatura razlaganja karbonata ide oko 900 stupnjeva, ali u doticaju s taljevinom, započinje na 700 stupnjeva jer on reducira temperaturu razlaganja stvarajući plinove CO_2 i CO koji imaju katalitički učinak te

spojeve s aluminijem koji imaju stabilizirajući učinak. S porastom CaCO_3 raste viskoznost i gustoća pada do 5 % dodatka, a nakon 5 % CaCO_3 gustoća raste jer je, pri velikoj viskoznosti, onemogućen rast pora i oslobađanje plina. Za sprečavanje curenja i stabilizaciju koristi se aluminijev oksid. On podiže viskoznost, smanjuje površinsku energiju legure. Isto tako formira okside koji imaju stabilizirajući učinak i pri tome se osigurava da ne dođe do urušavanja pjene i pospešuje stvaranje sferne strukture pora s boljim svojstvima. Gustoća pada s vremenom miješanja do 45 sekunde jer se miješanjem stvaraju oksidi i oslobađa CO_2 . Potom gustoća raste nakon 45 sekundi jer se postigne tolika viskoznost da je onemogućeno stvaranje pora. Gustoća s obzirom na temperaturu raste do $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ jer se stvaraju CaO i CO_2 koji su kao katalizatori reakcije. Nakon toga gustoća pada jer dolazi do curenja i nestabilnosti u zidovima čelija. Optimalni uvjeti za izradu su 5 % karbonata, temperatura pjenjenja od $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ i dodatak od 3% aluminijevog oksida [11].

Pjene od odvojene čestice napravljene su korištenjem legure LM26 i 1,6 % TiH_2 na $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ stupnjeva metodom taljenja. Dodatak magnezija je s 1, 2, i 5 %, a same odvojene čestice imale su 0,13 % Mg. Vidljivo je kako se dodatkom 1 % Mg usitnjava oksid s površine, a povećanjem postotka magnezija ne dolazi do povećanja spojeva MgAl_2O_4 i MgO , nego oni ovise o količini kisika. Povećanje magnezija dovodi do povećanja Mg_2Si spoja. Do 140 sekundi, na zadanoj temperaturi, pjena je u ekspanziji, a nakon toga nastupa kolaps, s tim da pjene do 100 s nemaju nikakve pukotine, a sa 140 s imaju kod 0,13% Mg. Više od 1 % magnezija, odgađa ekspanziju, čime je postignuta stabilnost, iako nakon 140 sekundi pore postaju nepravilne. Cymat pjene imaju veće pore od Alporasa. Porastom gustoće, raste granica stlačivanja. Alporas ima dulje vrijeme zadržavanja u dijelu nivoa naprezanja, dok kod Cymat metode porast naprezanja je brži s promjenom deformacije. Postotci magnezija od 2 i 5 % imaju veću asimetriju pora, nego 0,13 %. Mogući je razlog povećanje viskoznosti tijekom skrućivanja zbog stvaranja spoja Mg_2Si kod većih dodataka magnezija čime se onemogućuje preraspodjela ostatka taline, kao i mjehurića plina. Kod pjene s 1 % Mg nisu vidljive veće nepravilnosti, za razliku od pjene s većim dodacima Mg. Optimalni dodatak magnezija, iznosio je 1 % jer su mu poboljšana mehanička svojstva i moguće je praćenje ekspanzije zbog usporavanja brzine rasta pjene [160].

Pjena izrađena taljenjem limenki i dodatkom dolomita, analizirana je prema različitim veličinama čestica dolomita. Pokazalo se kako apsorpcija energije, gustoća i broj pora opada kako veličina čestica raste. Za razliku od njih s povećanjem veličine čestica, poroznost raste [161].

ZAKLJUČAK

Pjene predstavljaju materijale koji su nastali imitacijom oblika prirodnih materijala, kako bi se iskoristila njihove prednosti. Jedno od najbitnijih obilježja pjena je njihova niska relativna gustoća, u odnosu na bazni materijal. Time je omogućeno njihovo korištenje u mnogobrojnim industrijama, a jedne od njih su: automobilička, svemirska i građevinska industrija, industrija hrane, transportna industrija, a primjenu nalaze i u medicini. Pjene predstavljaju optimum svojstava jer su niske gustoće, visoke toplinske, električne i zvučne izolacije te zadovoljavajuće tlačne čvrstoće.

Bitno svojstvo metalnih pjena predstavlja njihova visoka apsorpcija energije, u odnosu na bazni materijal. Time se povećava sigurnost putnika u transportnim industrijama. Isto tako, s obzirom na raznovrsne tehnologije izrade, pjene se po svojstvu tlačne čvrstoće teže približiti čvrstocu legure od koje su izrađene.

Najčešće korišteni komercijalni postupci su pjenjenje dodatkom agensa ili upuhivanjem plina u talinu. Kao jedna od najčešćih metoda koristi se i ekstruzija ili sabijanje nakon miješanja baznog materijala i agensa za pjenjenje. Zagrijavanjem na temperaturu razlaganja, pjenjenje se može vršiti u rastaljenoj leguri ili polurastaljenoj.

Agensi koji su pogodni za aluminijevu leguru su titanijev hidrid i kalcijev karbonat. Hidrid ima, kao prednost, nisku temperaturu razlaganja zbog koje nije potreban visoki utrošak energije. Nadalje, brzo se razlaže i ima visoku stopu ekspanzije. Najveća manja ovog agensa je njegova cijena, čime se dodatno poskupljuje proizvodnja same pjene. Za razliku od njega, cijena kalcijevog karbonata je dosta manja, neznatna u odnosu na hidrid. Problem je ovog agensa, činjenica da se počinje razlagati na višim temperaturama pa je potreban veći utrošak energije, a i samo razlaganje dulje traje. Najčešće korišteni stabilizatori za povećanje viskoznosti pjene kako bi ona bila homogena su: silicijev karbid, kalcij, magnezij i oksidi.

Mogućnost spuštanja cijene za izradu pjena je izradom iz odvojenih čestica. Mali je broj radova koji su se bavili ovom tematikom. Problem je odvojenih čestica u tome što one ne daju homogenu pjenu, kao što je pjena napravljena korištenjem prahova. Takva vrsta pjena koja bi se mogla strukturom približiti pjeni napravljenoj korištenjem praha, bila bi isplativija i komercijalno upotrebljiva. Zasada je najveći problem korištenja pjene kao materijala njezina cijena, a kao drugi najveći problem je ponovljivost. Potrebno je automatizirati proizvodnju kako bi se dobili približno jednak rezultati s istim parametrima proizvodnje.

LITERATURA

- [1] Lela, B.; Jozić, S.; Krolo, J.; Dumanić, I. i Grgić, K.: „Production of Open Cell Foams Out of Aluminium Chips“, Athens Journal of Technology and Engineering. 2021, sv. 8, izd. 4, str. 1–12, 2021.
- [2] Li, M. i dr: „Influence of cell morphology on the compressive deformation behavior of aluminum foams“, Material Science Forum, sv. 933 MSF, str. 215–219, 2018.
- [3] Grilec, K.; Bunjan, I.; Jakovljević, S.: „The influence of applied force on aluminium foams energy absorption“, Technical Gazett, sv. 28, izd. 4, str. 1388–1394, 2021.
- [4] Ali, H. i dr.: „Effect of the manufacturing parameters on the pore size and porosity of closed-cell hybrid aluminum foams“, International Review of Applied Science and Engineering, sv. 12, izd. 3, str. 230, 2021.
- [5] Prados Martín, E.: „Microstructural parameters affecting the compressive response of closed-cell aluminum foams“, Mechanics of Advanced Materials and Structures, sv. 0, izd. 0, str. 1–20, 2021.
- [6] Karuppasamy, R.; Barik, D.: „Production methods of aluminium foam: A brief review“, Materials Today Proceedings, sv. 37, izd. 2, str. 1584–1587, 2020.
- [7] Ashby, M. F. i dr.: „Metal foams: a design guide“, sv. 23, izd. 1, 2002.
- [8] Gibson, L. J.; Ashby, M. F.: „Cellular solids“, str. 397, 1987.
- [9] Rajak, D. K.; Gupta, M.: „An Insight Into Metal Based Foams“, sv. 145, 2020.
- [10] Rajak, D. K.; Kumaraswamidhas, L. A.; Das, S.: „Technical overview of aluminum alloy foam“, Reviews of Advanced Materials Science, sv. 49, izd. 1, str. 68–86, 2017.
- [11] Osman, H. O. A. i dr.: „Fabrication of aluminum foam from aluminum scrap“, International Journal of Engineering Research and Applications., sv. 5, izd. 2, str. 109–115, 2015.
- [12] Birla, S. i dr.: „Compressive Deformation Behavior of Highly Porous AA2014-Cenosphere Closed Cell Hybrid Foam Prepared Using CaH₂ as Foaming Agent: Comparison with Aluminum Foam and Syntactic Foam“, Transactions of the Indian Institute of Metals., sv. 70, izd. 7, str. 1827–1840, 2017.
- [13] Kováčik, J.; Simančík, F.: „Comparison of zinc and aluminium foam behaviour“, Kovove Materialy, sv. 42, izd. 2, str. 79–90, 2004.
- [14] Soloki, A.; Esmailian, M.: „Carbonate-Foaming Agents in Aluminum Foams: Advantages and Perspectives“, Metallurgical and Materials Transaction B Process Metall. Mater. Process. Sci., sv. 46, izd. 2, str. 1052–1057, 2015.

- [15] Mirzaali, M. J. i dr.: „Mimicking the loading adaptation of bone microstructure with aluminum foams“, Materials & Design., sv. 126, str. 207–218, 2017.
- [16] Banhart, J.: „Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams“, Progress in Materials Science, sv. 46, izd. 6, str. 559–632, 2001.
- [17] Duarte, I.; Vesenjak, M.; Vide, M. J.: „Automated continuous production line of parts made of metallic foams“, Metals (Basel)., sv. 9, izd. 5, str. 1–13, 2019.
- [18] Ja-ye, S.; Do-sik, S.: „Compressive Behavior of Porous Materials Fabricated by Laser Melting Deposition using AlSi12 Powder and Foaming Agent“, Materials Research Express, sv. 2, izd. 1, str. 0–31, 2020.
- [19] Townsend, D. i dr.: „On the compression of aluminium foam structures under shock“, AIP Conference Proceedings., sv. 1793, str. 1–5, 2017.
- [20] Tsuda, S.; Kobashi, M.; Kanetake, N.: „Producing technology of aluminum foam from machined chip waste“, Material Transactions, sv. 47, izd. 9, str. 2125–2130, 2006.
- [21] Rajak, D. K.; Kumaraswamidhas, L. A.; Das, S.: „On the influence of porosity and pore size on AlSi17 alloy foam using artificial neural network“, Ciéncia & Tecnologia dos Materiais, sv. 29, izd. 2, str. 14–21, 2017.
- [22] Rajak, D. K.: „Characterization and analysis of compression load behaviour of aluminium alloy foam under the diverse strain rate“, Journal of Alloys and Compounds, sv. 656, str. 218–225, 2016.
- [23] Chernousov, A. A.; Chan, B. Y. B.: „Optimising in-situ nitridation in piled aluminium flakes for novel closed cell composites with high fracture stress and toughness“, Materials & Design, sv. 150, str. 113–123, 2018.
- [24] Hangai, Y. i dr.: „Compression properties of three-layered functionally graded ADC12 aluminum foam fabricated by friction stir welding“, Nippon Kinzoku Gakkaishi/Journal Japan Institute of Metals., sv. 77, izd. 10, str. 430–434, 2013.
- [25] Kadkhodapour, J.; Raeisi, S.: „Micro-macro investigation of deformation and failure in closed-cell aluminum foams“, Computational Materials Science, sv. 83, str. 137–148, 2014.
- [26] Malekjafarian, M.; Sadrnezhaad, S. K.: „Closed-cell Al alloy composite foams: Production and characterization“, Materials & Design, sv. 42, str. 8–12, 2012.
- [27] Raj, R. E.; Daniel, B. S. S.: „Aluminum melt foam processing for light-weight structures“, Materials Transactions, sv. 22, izd. 4, str. 525–530, 2007.
- [28] Byakova, A. i dr.: „The role of foaming agent and processing route in the mechanical performance of fabricated aluminum foams“, Procedia Materials Science, sv. 2, izd. 2,

str. 95–112, 2014.

- [29] Jaafar, A. H.; Al-Ethari, H.; Farhan, K.: „Modelling and optimization of manufacturing calcium carbonate-based aluminum foam“, Materials Research Express, sv. 6, izd. 8, 2019.
- [30] Gábora, A.; Mankovits, T.: „Quality control of closed-cell metal foam produced by direct foaming“, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, sv. 659, izd. 1, 2019.
- [31] García-Moreno, F.: „Commercial applications of metal foams: Their properties and production“, Materials (Basel)., sv. 9, izd. 2, str. 20–24, 2016.
- [32] An, J.; Chen, C.; Zhang, M.: „Effect of CaCO₃ content change on the production of closed-cell aluminum foam by selective laser melting“, Optics & Laser Technology, sv. 141, izd. Listopad 2020, str. 107097, 2021.
- [33] Bisht, A.; Gangil, B.: „Structural and physico-mechanical characterization of closed-cell aluminum foams with different zinc additions“, Science and Engineering of Composite Materials, sv. 25, izd. 4, str. 789–795, 2018.
- [34] Haidar, S.; Ansary, S.; Rahman, A.: „Production and Compressive Characterization of Aluminium MMC Foam Manufactured Using Dual Foaming Agent“, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, sv. 115, izd. 1, 2016.
- [35] Haesche, M. i dr.: „Carbonates as foaming agent in chip-based aluminium foam precursor“, Journal of Materials Science & Technology, sv. 26, izd. 9, str. 845–850, 2010.
- [36] Kovacik, J.; Orovičk, L.; Jerz, J.: „High-temperature compression of closed cell aluminium foams“, Kovove Materialy-Metallic Materials, sv. 54, izd. 06, str. 429–440, 2016.
- [37] Kevorkijan, V. i dr.: „Synthesis and Characterisation of Closed Cells Aluminium Foams Containing Dolomite Powder As Foaming Agent“, Materials and Technology, sv. 44, izd. 6, str. 363–371, 2010.
- [38] Kramer, I.; Marić, G.; Filetin, T.: „Metalne pjene“, Zagreb: ITG d.o.o, 2003.
- [39] Yong Liu, Z. i dr.: „Shape formation of closed-cell aluminum foam in solid–liquid–gas coexisting state“, International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, sv. 25, izd. 8, str. 974–980, 2018.
- [40] Stöbener, K. i dr.: „Forming metal foams by simpler methods for cheaper solutions“, Metal Powder Report, sv. 60, izd. 1, str. 12–14, 2005.
- [41] Ma, X. i dr.: „Microstructural characteristic and mechanical properties of 7075 aluminium alloy foam sandwich panels fabricated via integrated forming and foaming“,

sv. 24, izd. 9, str. 5–7, 2021.

- [42] Papadopoulos, D. P. i dr.: „The use of dolomite as foaming agent and its effect on the microstructure of aluminium metal foams-Comparison to titanium hydride“, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, sv. 382, izd. 1–3, str. 118–123, 2011.
- [43] Wang, N. i dr.: „Comparison of aluminium foams prepared by different methods using X-ray tomography“, *Materials Characterization*, sv. 138, izd. Veljača, str. 296–307, 2018.
- [44] Smorygo, O. i dr.: „Comparison of mechanical strength of metal foams with different cellular structures and compositions“, *Euro PM2019 –New Processes*, 2019.
- [45] González Nava, M. i dr.: „Fabrication of aluminum alloy foams by using alternative thickening agents via melt route“, *Journal of Alloys and Compounds*, sv. 698, str. 1009–1017, 2017.
- [46] Papantoniou, I. G.; Pantelis, D. I.; Manolakos, D. E.: „Powder metallurgy route aluminium foams: A study of the effect of powder morphology, compaction pressure and foaming temperature on the porous structure“, *Procedia Structural Integrity*, sv. 10, str. 243–248, 2018.
- [47] Wang, H. i dr.: „Cellular structure and energy absorption of Al–Cu alloy foams fabricated via a two-step foaming method“, *Materials & Design*, sv. 196, 2020.
- [48] Byakova, A. i dr.: „Effect of Cell Wall Ductility and Toughness on Compressive Response and Strain Rate Sensitivity of Aluminium Foam“, *Advances in Materials Science and Engineering*, sv. 2019, 2019.
- [49] Dengl, F. i dr.: „Improved Stability of Aluminum Foam Through Heat Treatment of Foamable Precursor“, *Metals and Materials International*, 2019.
- [50] Sudharsan, N.; Rajasekaran, T.; Vinod-Kumar, G. S.: „Optimizing the hot compaction parameters of Al-Mg-Cu foams processed through elemental powder route“, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, sv. 402, izd. 1, 2018.
- [51] Rajak, D. K.; Mahajan, N. N.; Das, S.: „Fabrication and investigation of influence of CaCO₃ as foaming agent on Al-SiCp foam“, *Materials and Manufacturing Processes*, sv. 34, izd. 4, str. 379–384, 2019.
- [52] Bolat, C.; Goksenli, A.: „Fabrication Optimization of Al 7075 / Expanded Glass Syntactic Foam by Cold Chamber Die Casting“, sv. 20, izd. 3, str. 112–118, 2020.
- [53] Broxtermann, S. i dr.: „Comparative study of stir casting and infiltration casting of expanded glass-aluminium syntactic foams“, *Journal of Alloys and Compounds*, sv. 845,

2020.

- [54] Yang, D. i dr.: „Coupling effect of porosity and cell size on the deformation behavior of Al alloy foam under quasi-static compression“, *Materials* (Basel)., sv. 16, izd. 6, 2019.
- [55] Orbulov, I. N.; Szlancsik, A.: „On the Mechanical Properties of Aluminum Matrix Syntactic Foams“, *Advanced Engineering Materials*, sv. 20, izd. 5, str. 1–12, 2018.
- [56] Sangeetha, M. i dr.: „Development, testing and microstructural study of aluminum foam in automobile application“, *International Journal of Ambient Energy*, sv. 0, izd. 0, str. 1–9, 2020.
- [57] Nisa, S. U.; Pandey, S.; Pandey, P. M.: „Formation and characterization of 6063 aluminum metal foam using friction stir processing route“, *Materials Today: Proceedings*, sv. 26, str. 3223–3227, 2019.
- [58] Hangai, Y. i dr.: „Nondestructive observation of pore structure deformation behavior of functionally graded aluminum foam by X-ray computed tomography“, *Materials Science and Engineering A*, sv. 556, str. 678–684, 2012.
- [59] Matsumoto, R. i dr.: „Formation of skin surface layer on aluminum foam by friction stir powder incremental forming“, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, sv. 99, izd. 5–8, str. 1853–1861, 2018.
- [60] Erturk, A. T.; Sahin, T.: „Novel molding method and enhanced cell homogeneity in the powder metallurgical route for production of closed cell al-foam“, *Acta Physica Polonica A*, sv. 131, izd. 1, str. 39–42, 2017.
- [61] Bisht, A.; Gangil, B.; Patel, V. K.: „Physico-compression, sliding wear and energy absorption properties of Zn/Mg infiltrated closed cell aluminum foam“, *Materials Research Express*, sv. 6, izd. 10, 2019.
- [62] Michailidis, N. i dr.: „Surface structure, pore characteristics and mechanical response of aluminum foam processed by wire-EDM and milling“, *MATEC Web of Conferences*, sv. 188, 2018.
- [63] Zhao, Y. i dr.: „Dynamic mechanical properties of closed-cell aluminum foams with uniform and graded densities“, *Journal of Materials Research*, sv. 35, izd. 19, str. 2575–2586, 2020.
- [64] Lázaro, J.; Solórzano, E.; Rodríguez-Pérez, M. A.: „Alternative Carbonates to Produce Aluminium Foams via Melt Route“, *Procedia Materials Science*, sv. 4, izd. August, str. 275–280, 2014.
- [65] Haag, F. C.; Galio, A. F.; Schaeffer, L.: „Uniaxial compression tests of aluminium foams“, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of*

Engineering Manufacture, sv. 216, izd. 4, str. 633–636, 2002.

- [66] Neu, T. R.: „Influence of the Heating Rate on the Foaming Behavior of Various Aluminium Alloys“, str. 8–12, 2017.
- [67] Mu, Y.; Yao, G.; Luo, H.: „Effect of cell shape anisotropy on the compressive behavior of closed-cell aluminum foams“, Materials & Design, sv. 31, izd. 3, str. 1567–1569, 2010.
- [68] Zu, G.; Yao, G.: „Influence of cell shape anisotropy on the compressive property of closed-cell Al-Si alloy foam“, Journal of Materials Engineering and Performance, sv. 21, izd. 6, str. 985–987, 2012.
- [69] Ulbin, M. i dr.: „Detailed Analysis of Closed-Cell Aluminum Alloy Foam Internal Structure Changes during Compressive Deformation“, Advanced Engineering Materials, sv. 20, izd. 8, str. 1–8, 2018.
- [70] Matijasevic, B. i dr.: „Zirconium Hydride - A Possible Blowing Agent for Making Aluminium Alloy Foams“, Porous Met. Met. Foam. Technol., str. 107–110, 2006.
- [71] Yang, D. i dr.: „Fabrication of Mg-Al alloy foam with close-cell structure by powder metallurgy approach and its mechanical properties“, Journal of Manufacturing Processes, sv. 22, str. 290–296, 2016.
- [72] Escobedo, J. P.: „Characterization of Minerals, Metals, and Materials 2015“, The Minerals, Metals & Materials Series, 2015.
- [73] Paeplow, M. i dr.: „Coalescence Avalanches in Liquid Aluminum Foams“, Metals, sv. 7, izd. 8, 2017.
- [74] Oak, S. M. i dr.: „Physical modeling of bubble generation in foamed-aluminum“, Journal of Materials Processing Technology, sv. 130–131, str. 304–309, 2002.
- [75] Voiconi, T. i dr.: „Experimental determination of mechanical properties of aluminium foams using digital image correlation“, Key Engineering Materials, sv. 601, str. 254–257, 2014.
- [76] Yu, Y. i dr.: „Energy absorption of different cell structures for closed-cell foam-filled tubes subject to uniaxial compression“, Metals (Basel)., sv. 10, izd. 12, str. 1–10, 2020.
- [77] Kevorkijan, V. i dr.: „Effect of a foaming agent and its morphology on the foaming behaviour, cell-size distribution and microstructural uniformity of closed-cell aluminium foams“, Materiali in Tehnologije, sv. 46, izd. 3, str. 233–238, 2012.
- [78] Kamm, P. H. i dr.: „Suitability of various complex hydrides for foaming aluminum alloys“, Journal of Materials Research, sv. 28, izd. 17, str. 2436–2443, 2013.
- [79] Cuevas, F. G. i dr.: „Electrical conductivity and porosity relationship in metal foams“,

Journal of Porous Materials, sv. 16, izd. 6, str. 675–681, 2009.

- [80] Osman, H. A. i dr.: „Characterization of aluminium foam produced from aluminium scrap by using CaCO₃ as foaming agent“, JES Journal of Engineering Sciences, sv. 45, izd. 4, str. 448–459, 2017.
- [81] Banhart, J.; Baumeister, J.: „Deformation characteristics of metal foams“, Journal of Materials Science, sv. 33, izd. 6, str. 1431–1440, 1998.
- [82] Said, M. R.; Tan, C.: „Quasi-Static Uniaxial and Biaxial Loading of Aluminium Foams“, sv. 16, izd. 1, str. 29–34, 2009.
- [83] Wei, L.; Sinka, C.; Che, L.: „Statistical analysis of pore structure and compression behaviour of Al-Si foams“, International Journal of Modelling, Identification and Control, sv. 20, izd. 4, str. 379–386, 2013.
- [84] Kádár, C. i dr.: „Energy absorption properties of metal foams“, izd. June, str. 1–6, 2017.
- [85] Movahedi, N.; Linul, E.; Marsavina, L.: „The Temperature Effect on the Compressive Behavior of Closed-Cell Aluminum-Alloy Foams“, Journal of Materials Engineering and Performance, sv. 27, izd. 1, str. 99–108, 2018.
- [86] Marsavina, L.; Kováčik, J.; Linul, E.: „Experimental validation of micromechanical models for brittle aluminium alloy foam“, Theoretical and Applied Fracture Mechanics, sv. 83, str. 11–18, 2016.
- [87] Li, Z. i dr.: „Effect of temperature on the indentation behavior of closed-cell aluminum foam“, Materials Science and Engineering: A, sv. 550, str. 222–226, 2012.
- [88] Liu, Z. i dr.: „Study on Deformation of Closed-Cell Aluminum Foam in Different Solid–Liquid–Gas Coexisting State“, Metals and Materials International, sv. 27, izd. 3, str. 403–412, 2021.
- [89] Liang, X. i dr.: „Quasi-static and Dynamic Compression of Aluminum Foam at Different Temperatures“, Journal of Materials Engineering and Performance, sv. 28, izd. 8, str. 4952–4963, 2019.
- [90] Khezrzadeh, O. i dr.: „Anisotropic compressive behavior of metallic foams under extreme temperature conditions“, Materials (Basel)., sv. 13, izd. 10, 2020.
- [91] Florek, R.; Nosko, M.: „Compression test evaluation method for aluminium foam parts of different alloys and densities“, Powder Metallurgy Progress, sv. 10, izd. 4, str. 207–212, 2010.
- [92] Li, Z.; Zhengl, Z.; Yu, J.: „Indentation behavior of a closed-cell aluminum foam at elevated temperatures“, Key Engineering Materials, sv. 535–536, str. 219–222, 2013.
- [93] Vignesh, S.; Lakshmana Rao, C.; Bade, S.: „Energy Absorption Characteristics of

AA7075-T6 Tube Filled with Aluminum Foam“, Advances in Structural Integrity, str. 303–313, 2018.

- [94] Grilec, K.; Marić, G.; Jakovljević, S.: „A Study On Energy Absorption of Aluminium Foam“, BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte, sv. 155, izd. 5, str. 231–234, 2010.
- [95] Yu, C. J.: „Metal foaming by a powder metallurgy method: Production, properties and applications“, Materials Research Innovations, sv. 2, izd. 3. str. 181–188, 1998.
- [96] Gergely, V.; Curran, D. C.; Clyne, T. W.: „The FOAMCARP process: Foaming of aluminium MMCs by the chalk-aluminium reaction in precursors“, Composites Science and Technology, sv. 63, izd. 16, str. 2301–2310, 2003.
- [97] Soni, B.; Biswas, S.: „Effects of cell parameters at low strain rates on the mechanical properties of metallic foams of Al and 7075-T6 alloy processed by pressurized infiltration casting method“, Journal of Materials Research, sv. 33, izd. 20, str. 3418–3429, 2018.
- [98] Behymer, N.; Morsi, K.: „Review: Closed-Cell Metallic Foams Produced via Powder Metallurgy“, Metals (Basel)., sv. 13, izd. 5, 2023.
- [99] Li, C.; Li, C.; Wang, Y.: „Compressive behavior and energy absorption capacity of unconstrained and constrained open-cell aluminum foams“, Composites and Advanced Materials, sv. 29, str. 1–4, 2020.
- [100] Stanev, L. i dr.: „Open-cell metallic porous materials obtained through space holders - Part I: Production methods. A review“, Journal of Manufacturing Science and Engineering, sv. 139, izd. 5, 2017.
- [101] Idris, M. I.; Ehsan, I. I. M.; Mohamed, S. H.: „Effect of organic space holder in fabrication of cloecedcell aluminium foam“, Key Engineering Materials, sv. 594–595, str. 780–785, 2014.
- [102] Hussain, Z.; Suffin, N. S. A.: „Microstructure and Mechanical Behaviour of Aluminium Foam Produced by Sintering Dissolution Process Using NaCl Space Holder“, Journal of Engineering Science, sv. 7, str. 37–49, 2011.
- [103] Pamidi, V.; Muduli, B.; Mukherjee, M.: „Al and Al-TiB₂ Foams Produced by Melt Injection Technique“, Transactions of the Indian Institute of Metals, sv. 73, izd. 1, str. 191–198, 2020.
- [104] Ramirez, A. M. M.; Vintila, R. R.; Drew, R. A. L.: „Morphology of aluminum alloy foams produced with dolomite via partial sintering of precursors“, Materials (Basel)., sv. 12, izd. 10, 2019.
- [105] Madhu, H. C.; Kailas, S. V.: „Fabrication of localised aluminium foam by a novel

polymeric blowing agent“, Materials Characterization, sv. 142, izd. June, str. 340–351, 2018.

- [106] Mirzaei-Solhi, A. i dr.: „Fabrication of aluminum foams by using CaCO₃ foaming agent“, Materials Research Express, sv. 5, izd. 9, 2018.
- [107] Kevorkijan, V.: „Low cost aluminium foams made by CaCO₃ particulates“, Assoc. Metall. Engl. Serbia AMES, 2010.
- [108] Ghaleh, M. H.; Ehsani, N.; Baharvandi, H. R.: „High-Porosity Closed-Cell Aluminum Foams Produced by Melting Method Without Stabilizer Particles“, International Journal of Metalcasting, sv. 15, izd. 3, str. 899–905, 2021.
- [109] Fengl, X. i dr.: „Additive manufactured closed-cell aluminum alloy foams via laser melting deposition process“, Materials Letters, sv. 233, str. 126–129, 2018.
- [110] Raza, M. S.; Datta, S.; Saha, P.: „Micro-mechanical and X-Ray micro-computed tomographical analysis of quasi-static three-point loading behaviour of closed-cell aluminium foam with and without epoxy-bonded aluminium face-sheet“, Materials Science and Engineering: A, sv. 809, izd. Srpanj 2020, str. 140907, 2021.
- [111] Sopha, S.; Nansa-Arang, S.; Peasura, P.: „Synthesis of closed cell aluminum foam using the compression method“, Advanced Materials Research, sv. 711, str. 195–198, 2013.
- [112] Gopinathan, A. i dr.: „Study of internal porous structure formation of the powder metallurgically prepared aluminium foam“, Journal of Physics: Conference Series, 2021.
- [113] Koizumi, T. i dr.: „Method of preventing shrinkage of aluminum foam using carbonates“, Metals (Basel)., sv. 2, izd. 1, str. 1–9, 2011.
- [114] Praveen Kumar, T. N.; Venkateswaran, S.; Seetharamu, S.: „Effect of Grain Size of Calcium Carbonate Foaming Agent on Physical Properties of Eutectic Al–Si Alloy Closed Cell Foam“, Transactions of the Indian Institute of Metals, sv. 68, izd. 1, str. 109–112, 2015.
- [115] Heidari Ghaleh, M.; Ehsani, N.; Baharvandi, H. R.: „Compressive Properties of A356 Closed-Cell Aluminum Foamed with a CaCO₃ Foaming Agent Without Stabilizer Particles“, Metals and Materials International, sv. 27, izd. 10, str. 3856–3861, 2021.
- [116] Sutarno; Nugraha, B.; Kusharjanto: „Optimization of calcium carbonate content on synthesis of aluminum foam and its compressive strength characteristic“, AIP Conference Proceedings, sv. 1805, izd. Siječanj, str. 1–10, 2017.
- [117] Nakamura, T. i dr.: „Development of new foaming agent for metal foam“, Material Transactions, sv. 43, izd. 5, str. 1191–1196, 2002.
- [118] Li, J. W. i dr.: „Development of Low Cost Lightweight Aluminum Foam for Railway

Transportation“, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, sv. 649, izd. 1, str. 8–13, 2019.

- [119] Yang, D. i dr.: „Preparation principle and compression properties of cellular Mg–Al–Zn alloy foams fabricated by the gas release reaction powder metallurgy approach“, Journal of Alloys and Compounds, sv. 857, str. 158112, 2021.
- [120] Movahedi, N.; Mirbagheri, S. M. H.: „Comparison of the Energy Absorption of Closed-cell Aluminum Foam Produced by Various Foaming Agents“, Strength of Materials, sv. 48, izd. 3, str. 444–449, 2016.
- [121] Bayani, H.; Mirbagheri, S. M. H.: „Strain-hardening during compression of closed-cell Al/Si/SiC + (TiB₂ & Mg) foam“, Materials Characterization, sv. 113, str. 168–179, 2016.
- [122] Hangai, Y. i dr.: „Compressive properties of two-layered aluminum foams with closed-cell and open-cell structures“, Materials Today Communications., sv. 24, izd. Siječanj, str. 101249, 2020.
- [123] Koizumi, T. i dr.: „Foaming agents for powder metallurgy production of aluminum foam“, Materials Transactions, sv. 52, izd. 4, str. 728–733, 2011.
- [124] Cambronero, L. E. G. i dr.: „Manufacturing of Al-Mg-Si alloy foam using calcium carbonate as foaming agent“, Journal of Materials Processing Technology, sv. 209, izd. 4, str. 1803–1809, 2009.
- [125] Hangai, Y. i dr.: „Refoaming of deformed aluminum foam by precursor foaming process“, Materials Letters, sv. 26, izd. 4, str. 1149–1155, 2019.
- [126] Zhang, Z. i dr.: „The influence of titanium hydride pretreatment on the compressive properties of aluminum foam“, Medziagotyra, sv. 20, izd. 4, str. 424–428, 2014.
- [127] Kumar, G. S. V. i dr.: „The stabilising effect of oxides in foamed aluminium alloy scrap“, International Journal of Materials Research, sv. 106, izd. 9, str. 978–987, 2015.
- [128] Asavavisithchai, S.; Kennedy, A. R.: „The effect of oxides in various aluminium powders on foamability“, Procedia Engineering, sv. 32, str. 714–721, 2012.
- [129] Steck, K. i dr.: „Fluorocarbon Vapors Slow Down Coalescence in Foams“, Advanced Materials Interfaces, sv. 8, izd. 20, str. 1-13, 2021.
- [130] Zhang, Z. i dr.: „The microstructure and compressive properties of aluminum alloy (A356) foams with different Al-Ti-B additions“, Medziagotyra, sv. 22, izd. 3, str. 337–342, 2016.
- [131] Nayebi, B. i dr.: „Nanostructural approach to the thickening behavior and oxidation of calcium-stabilized aluminum foams“, Materials Chemistry and Physics, sv. 220, str. 351–359, 2018.

- [132] Zhao, F. J.; He, Y. D.; Zhang, C. W.: „A study on closed-cell aluminum foam about viscosity of different viscous agents“, Materials Science Forum, sv. 921 MSF, str. 222–230, 2018.
- [133] Wichianrat, E.; Boonyongmaneerat, Y.; Asavavisithchai, S.: „Microstructural examination and mechanical properties of replicated aluminium composite foams“, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, sv. 22, izd. 7, str. 1674–1679, 2012.
- [134] Pagureva, N. i dr.: „Factors affecting the coalescence stability of microbubbles“, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, sv. 508, str. 21-29, 2016.
- [135] Kumar, G. S. V. i dr.: „Foaming of aluminum alloys derived from scrap“, Advanced Engineering Materials, sv. 15, izd. 3, str. 129–133, 2013.
- [136] Mondal, D. P. i dr.: „Microarchitecture and compressive deformation behaviour of Al-alloy (LM13)-cenosphere hybrid Al-foam prepared using CaCO₃ as foaming agent“, Materials Science and Engineering: A, sv. 560, str. 601–610, 2013.
- [137] Choi, M. i dr.: „The surface modification and characterization of SiO₂ nanoparticles for higher foam stability“, Scientific Reports, sv. 10, izd. 1, str. 1–6, 2020.
- [138] Vikas K, S. R. i dr.: „Process Parameters and Foaming Agents Used in Manufacturing of Aluminium metallic foams: A Review“, International Journal of Scientific Engineering and Technology, sv. 4, izd. 11, str. 505–510, 2015.
- [139] Xia, X. i dr.: „Compressive characteristics of closed-cell aluminum foams after immersion in simulated seawater“, Materials & Design, sv. 67, str. 330–336, 2015.
- [140] Wang, J. i dr.: „Quasi-static compressive characteristics of cu-containing closed-cell aluminum foams“, Key Engineering Materials, sv. 748 KEM, str. 173–180, 2017.
- [141] Xia, X. i dr.: „The compressive properties of closed-cell aluminum foams with different Mn additions“, Materials & Design, sv. 51, str. 797–802, 2013.
- [142] Xia, X. i dr.: „Compressive properties of closed-cell aluminum foams with different contents of ceramic microspheres“, Materials & Design, sv. 56, str. 353–358, 2014.
- [143] Šnajdar Musa, M.; Marić, G.; Grilec, K.: „Nanoindentation of closed cell Al alloy foams subjected to different heat treatment regimes“, Composites Part B: Engineering, sv. 89, str. 383–387, 2016.
- [144] Kincses, D. B. i dr.: „Manufacturing, Heat Treatment and Investigation of Foam-Filled Tubes“, Acta Materialia Transylvanica, sv. 4, izd. 2, str. 93–96, 2021.
- [145] Farahat, H.; Ahmadi Brooghani, S. Y.: „Effect of heat treatment on the low velocity impact response of A356/SiCp composite foam“, Journal of Mechanical Science and Technology, sv. 31, izd. 7, str. 3347–3354, 2017.

- [146] Jeenager, V. K.; Pancholi, V.; Daniel, B. S. S.: „The effect of aging on energy absorption capability of closed cell aluminum foam“, Advanced Materials Research, sv. 585, str. 327–331, 2012.
- [147] Taşkin, N. Ü.; Universit, T.: „The effect of reinforcement ratio and heat treatment on compressive behavior of 7075 Al / SiCp composite foam“, str. 201–205, 2010.
- [148] Shen, J.; Lu, G.; Ruan, D.: „Compressive behaviour of closed-cell aluminium foams at high strain rates“, Composites Part B: Engineering, sv. 41, izd. 8, str. 678–685, 2010.
- [149] Campana, F.; Pilone, D.: „Effect of heat treatments on the mechanical behaviour of aluminium alloy foams“, Scripta Materialia, sv. 60, izd. 8, str. 679–682, 2009.
- [150] Lehmhus, D.; Banhart, J.; Rodriguez-Perez, M. A.: „Adaptation of aluminium foam properties by means of precipitation hardening“, Materials Science and Technology, sv. 18, izd. 5, str. 474–479, 2002.
- [151] Mahmutyazicioglu, N. i dr.: „Effects of alumina (Al₂O₃) addition on the cell structure and mechanical properties of 6061 foams“, Journal of Materials Research, sv. 28, izd. 17, str. 2509–2519, 2013.
- [152] Naeem, M. A.; Gábora, A.; Mankovits, T.: „Influence of the manufacturing parameters on the compressive properties of closed cell aluminum foams“, Periodica Polytechnica Mechanical Engineering, sv. 64, izd. 2, str. 172–178, 2020.
- [153] Puspitasari, D. i dr.: „Statistical optimization of stress relieving parameters on closed cell aluminium foam using central composite design“, Archives of Materials Science and Engineering, sv. 89, izd. 2, str. 55-63, 2018.
- [154] Puspitasari, D. i dr.: „The effect of thermal processing parameters on the mechanical properties of aluminium alloy foam“, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, sv. 91, izd. 1, str. 12-17, 2018.
- [155] Uka, J. i dr.: „Methods to Re-Use and Recycle Aluminium Machining Swarf“, Evolutions in Mechanical Engineering, sv. 3, izd. 2, str. 1–4, 2020.
- [156] Duflou, J. R. i dr.: „Environmental assessment of solid state recycling routes for aluminium alloys: Can solid state processes significantly reduce the environmental impact of aluminium recycling?“, CIRP Annals, sv. 64, izd. 1, str. 37–40, 2015.
- [157] Daoud, A. i dr.: „Microstructure aspects of 7075 Al-SiO₂ composite foams produced by direct melt foaming method“, Key Engineering. Materials, sv. 835 KEM, str. 7–12, 2020.
- [158] Hangai, Y. i dr.: „Fabrication of two-layered aluminum foam with closed-cell and open-cell structures and shaping of closed-cell layer by press forming immediately after foaming“, Metals (Basel)., sv. 11, izd. 1, str. 1–7, 2021.

- [159] Kanetake, N.; Kobashi, M.; Tsuda, S.: „Foaming behavior of aluminum precursor produced from machined chip waste“, Advanced Engineering Materials, sv. 10, izd. 9, str. 840–844, 2008.
- [160] Vinod-Kumar, G. S. i dr.: „Effect of Magnesium Addition on the Cell Structure of Foams Produced From Re-melted Aluminum Alloy Scrap“, Metallurgical and Materials Transactions B, sv. 48, izd. 5, str. 2551–2563, 2017.
- [161] Al-Juboori, H.; Al-Saffar, N.; Farhan, K.: „Metal Foam via. Recycling of Aluminum Aerosol Cans as a Raw Material and Dolomite as a Foaming Agent“, Journal of Engineering and Applied Science, sv. 14, izd. 4-Supplement1, str. 7302–7304, 2019.

SAŽETAK

Aluminijeve metalne pjene predstavljaju materijale koji su nastali kao imitacija oblika iz prirode. Građene su od ćelija koje mogu biti otvorene i zatvorene. Može ih se karakterizirati prema obliku, izgledu i vrsti ćelija, relativnoj gustoći te anizotropnosti. Sadrže manju gustoću od bazne legure zbog pora kojima su ispunjene. Imaju veliku sposobnost apsorpcije energije i zvučnu te toplinsku izolaciju. Odlikuje ih mogućnost reciklaže te neotrovnost što je velika prednost kod odabira materijala. U prvom dijelu rada prikazane su metode izrade metalnih pjena. Glavna podjela su na direktno pjenjenje, koje se izvodi pomoću plina i na indirektno pomoću agensa koji se naknadno razlaže na plin. Nadalje, objašnjena su glavna svojstva, kao što su relativna gustoća i poroznost, kao i dijelovi tlačnog dijagrama. On se sastoji od elastičnog dijela, potom od nivoa naprezanja iz kojeg se određuje apsorpcija energije i na kraju zadnjeg dijela nakon deformacije zgusnutosti. Najčešći agens koji autori koriste za izradu pjena je titanijev hidrid koji ima nisku temperaturu razlaganja, ali i visoke troškove. Upravo zbog visokih troškova pjene još nisu toliko zastupljene kao komercijalni materijal. Mogućnost smanjenja cijene samog proizvoda predstavljaju pjene od odvojene čestice koje nisu dovoljno istražene da bi svojstvima odgovarale pjeni izrađenoj od prahova. Potrebno je daljnje istraživanje kako bi se dobili povoljni rezultati mehaničkih svojstava te ponovljivost za daljnju primjenu.

KLJUČNE RIJEČI: aluminijeve pjene, proizvodni parametri, toplinska obrada, mehanička svojstva

POPIS OZNAKA I KRATICA

CVD	kemijsko taloženje iz parne faze
A	prosječna površina
A_i	površina i -te pore
C_i	opseg i -te pore
H	visina pjene
h_d	visina prekursora
K_{ij}	omjer stranica
\bar{D}	srednja veličina promjera
D_i	veličina promjera u i -tom smjeru
d_i	srednja veličina promjera u i -tom smjeru
D_j	veličina promjera u j -tom smjeru
d_j	srednja veličina promjera u j -tom smjeru
D_m	srednja veličina polumjera
f_n	sila trošenja
φ	ukupna sfernost
φ_i	sfernost i -te pore
L_1	srednja veličina promjera prema broju pora u jednom smjeru
L_2	srednja veličina promjera prema broju pora u drugom smjeru
m_1	početna masa uzorka
m_2	krajnja masa uzorka
η	efikasnost pjenjenja
n	broj pora
N_c	broj pora na jednom pravcu
μ	homogenost rasporeda pora

P_{fmax}	maksimalna poroznost
ρ	relativna gustoća
ρ_f	gustoća pjene
ρ_s	gustoća osnovnog materijala
R	anizotropnost
σ_f	tlačna čvrstoća pjene
σ_s	tlačna čvrstoća baznog materijala
S_i	srednja vrijednost površine za i -tu poru
SWR	specifična stopa trošenja
V_i	inicijalni volumen prekursora
V_f	krajnji volumen pjene
T_f	koeficijent tlačne čvrstoće
σ_L^*	plastično naprezanje u longitudinalnom smjeru
σ_T^*	plastično naprezanje u transverzalnom smjeru
σ^*	plastično naprezanje
K	koeficijent jačanja
R_{sd}	udio pada naprezanja nakon inicijalnog skoka
$\Delta\sigma$	razlika inicijalne najveće vrijednosti naprezanja i najvećeg pada naprezanja
ρ_{Al}	gustoća aluminija
B	eksponent relativne gustoće
$\sigma(\varepsilon)$	trenutno naprezanje
ε_d	deformacija zgusnutosti
P_{af}	prosječna sila loma tube punjene pjenom
P_{ae}	prosječna sila loma prazne tube
C	koeficijent očvršćivanja
b^2	kvadrat duljine tube

σ	naprezanje
ε	deformacija
W_v	apsorpcija energije pjene
$F(x)$	tlačna sila
σ_{max}	najveće naprezanje
W_e	efikasnost apsorpcije energije
F_{max}	najveća sila do deformacije
σ_a	naprezanje kod deformacije zgusnutosti
E_v	specifična apsorpcija energije
E_f	Youngov modul pjene
E_s	Youngov modul baznog materijala
σ_0	granica stlačivanja
m	konstanta očvršćivanja
u	funkcija brzine deformacije
V_{pc}	poroznost cenosfere
V_c	volumni udio cenosfere
T	debljina zida cenosfere