

Izrada metalnog kompozita putem toplog vakuumskog prešanja

Jauk, Filip

Master's thesis / Diplomski rad

2022

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:623257>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-17**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Filip Jauk

Zagreb, 2022. godina.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentor:

Prof. dr. sc. Zdravko Schauperl

Student:

Filip Jauk

Zagreb, 2022. godina.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem mentoru dr.sc.prof. Zdravku Schauperlu na dodijeljenoj zanimljivoj temi, mentorstvu i pomoći prilikom izrade diplomskog rada, doc.dr.sc. Mateji Šnajdar Musa na pomoći prilikom miješanja prahova, laborantu Mateju Šavoru na pomoći, savjetima i strpljenju prilikom prešanja i tehničkom suradniku Ivanu Vovku na izradi uzoraka za analizu mikrostrukture.

Hvala i mojim roditeljima na pruženoj mogućnosti studiranja i podršci tijekom ovih pet godina.

(Vlastoručni Potpis)

Filip Jauk



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za diplomske radove studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment,
inženjerstvo materijala te mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum:	Prilog:
Klasa: 602-14/22-6/1	
Ur. broj: 15-1703-22-	

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **FILIP JAUK** Mat. br.: 0035216556

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Izrada metalnog kompozita putem toplog vakuumskog prešanja**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Production of metal matrix composite by use of vacuum hot pressing**

Opis zadatka:

Metalni kompoziti predstavljaju relativno novu grupu materijala kod kojih je moguće postići svojstva kakva nisu prisutna kod drugih tehničkih materijala. Jedna od tehnologija za izradu metalnih kompozita je metalurgija praha.

U uvodnom dijelu rada potrebno je navesti prednosti i mane metalurgije praha u odnosu na tradicionalne tehnologije proizvodnje metala, te navesti i opisati postupke metalurgije praha koji se danas najčešće koriste. Pri tome poseban naglasak treba biti na postupcima hladnog izostatskog prešanja (CIP) i toplog vakuumskog prešanja (VHP).

U eksperimentalnom dijelu rada potrebno je postupkom toplog vakuumskog prešanja izraditi uzorke metalnog kompozita kombinirajući titanijski i magnezijски prah. Pri tome treba pripremiti prah s točno definiranim udjelima Ti i Mg i provesti konsolidaciju. Nakon konsolidacije praha potrebno je napraviti karakterizaciju strukture i svojstva dobivenih uzoraka koristeći dostupne laboratorijske metode.

Na temelju dobivenih rezultata potrebno je donijeti zaključke o utjecaju korištenih parametara toplog vakuumskog prešanja na mikrostrukturu, a time i na svojstva izrađenih uzoraka.

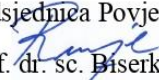
U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:
29. rujna 2022.

Rok predaje rada:
1. prosinca 2022.

Predvideni datum obrane:
12. prosinca do 16. prosinca 2022.

Zadatak zadao:
prof. dr. sc. Zdravko Schauperl

Predsjednica Povjerenstva:

prof. dr. sc. Biserka Runje

SADRŽAJ

1. UVOD.....	1
2. KOMPOZITNI MATERIJALI.....	2
2.1. Kompozitni materijali s metalnom matricom.....	3
2.2. Podjela kompozita s metalnom matricom	4
2.2.1. Kompoziti s aluminijskom matricom.....	5
2.2.2. Kompoziti s magnezijevom matricom	5
2.2.3. Kompoziti s titanijevom matricom.....	5
2.2.5. Kompoziti s bakrovom matricom.....	6
2.2.5. Kompoziti s matricom superlegura	6
2.3. Svojstva kompozita s metalnom matricom ojačanih česticama	6
2.3.1. Modul elastičnosti kompozita s metalnom matricom.....	7
2.3.2. Tvrdoća kompozita s metalnom matricom.....	9
3. PROIZVODNJA KOMPOZITA S METALNOM MATRICOM.....	10
3.1. Postupci proizvodnje u čvrstom stanju	10
3.1.1 Metalurgija praha	11
3.1.1.1. Hladno izostatsko prešanje.....	11
3.1.1.2. Toplo izostatsko prešanje.....	12
3.1.1.3. Toplo vakuumsko prešanje.....	13
3.2. Postupci proizvodnje u tekućem stanju.....	14
3.3. Postupci proizvodnje taloženjem	14
3.4. In situ postupci proizvodnje	15
4. EKSPERIMENTALNI DIO	17
4.1. Miješanje prahova.....	17
4.2. Toplo vakuumsko prešanje.....	18
4.3. Priprema uzoraka za analizu.....	22

4.3.1. Analiza mikrostrukture.....	25
4.3.2. Analiza mikrostrukture u software-u ImageJ.....	31
4.3.3. Mjerenje tvrdoće.....	32
5. ZAKLJUČAK.....	35

POPIS SLIKA

Slika 1.	Mikrostruktura aluminija ojačanog s česticama SiC [2]	3
Slika 2.	Utjecaj ojačala na modul elastičnosti aluminija [1]	7
Slika 3.	Usporedba volumnog udjela ojačala u obliku čestica i vlakana (odnosi se na longitudinalnu čvrstoću) [1]	8
Slika 4.	Utjecaj volumnog udjela ojačala na modul elastičnosti kompozita s aluminijskom matricom (za matricu su korištene legure aluminija) [1]	8
Slika 5.	Utjecaj masenog udjela SiC na tvrdoću kompozita s aluminijskom matricom [8].	9
Slika 6.	Shema uređaja za hladno izostatsko prešanje [10].....	12
Slika 7.	Shema uređaja za toplo izostatsko prešanje [11].....	13
Slika 8.	Shema postupka toplog vakuumnog prešanja [14]	13
Slika 9.	Shema postupka sutaloženja [15]	15
Slika 10.	Shema In situ postupka [1]	16
Slika 11.	Vaganje prahova.....	17
Slika 12.	Uređaj za miješanje prahova	18
Slika 13.	Prah u aluminijskoj košuljici	19
Slika 14.	Kalup za toplo vakuumno prešanje.....	19
Slika 15.	Ulje korišteno kao lubrikant kalupa	20
Slika 16.	Vakuumska posuda s temperaturnim senzorima	21
Slika 17.	Vakuumska pumpa	21
Slika 18.	Isprešavanje uzoraka	22
Slika 19.	Uređaj za rezanje Mecatome T260.....	23
Slika 20.	Uređaj za poliranje Mecatech 250.....	24
Slika 21.	Uzorcji nakon brušenja i poliranja	24
Slika 22.	Mikrostruktura uzorka 1, 50x	25
Slika 23.	Mikrostruktura uzorka 1, 100x.....	25
Slika 24.	Mikrostruktura uzorka 1, 200x.....	26
Slika 25.	Mikrostruktura uzorka 1, 500x.....	26
Slika 26.	Mikrostruktura uzorka 2, 50x.....	27
Slika 27.	Mikrostruktura uzorka 2, 100x.....	27
Slika 28.	Mikrostruktura uzorka 2, 200x.....	28
Slika 29.	Mikrostruktura uzorka 2, 500x.....	28
Slika 30.	Mikrostruktura uzorka 3, 50x.....	29
Slika 31.	Mikrostruktura uzorka 3, 100x.....	29
Slika 32.	Mikrostruktura uzorka 3, 200x.....	30
Slika 33.	Mikrostruktura uzorka 3, 500x.....	30
Slika 34.	Udio Mg u mikrostrukturi metalnog kompozita uzorka 1	31
Slika 35.	Udio Mg u mikrostrukturi metalnog kompozita uzorka 2.....	31
Slika 36.	Udio Mg u mikrostrukturi metalnog kompozita uzorka 3.....	32
Slika 37.	Uređaj za mjerenje tvrdoće.....	34

POPIS TABLICA

Tablica 1. Područja primjene MMC [1]	4
Tablica 2. Udjeli faza u mikrostrukturi uzoraka.....	32
Tablica 3. Vrijednosti dobivene mjerenjem tvrdoće uzorka 1	33
Tablica 4. Vrijednosti dobivene mjerenjem tvrdoće uzorka 2	33
Tablica 5. Vrijednosti dobivene mjerenjem tvrdoće uzorka 3	34

POPIS OZNAKA

Oznaka	Mjerna jedinica	Opis oznake
<i>F</i>	N	Sila
HV0,2	/	Tvrdoća po Vickersu
<i>L</i>	µm	Dužina
<i>P</i>	bar	Tlak
<i>T</i>	°C	Temperatura

POPIS KRATICA

Kratika	Opis
Al	Aluminij
Al ₂ O ₃	Aluminijev oksid
C	Ugljik
CIP	Hladno izostatsko prešanje (eng. Cold Isostatic Pressing)
Cu	Bakar
Fe	Željezo
HIP	Toplo izostatsko prešanje (eng. Hot Isostatic Pressing)
Mg	Magnezij
MMC	Kompozitni materijal s metalnom matricom (eng. Metal Matrix Composite)
Ni	Nikal
PM	Metalurgija praha (eng. Powder Metallurgy)
SiC	Silicijev karbid
Ti	Titanij
TiB ₂	Titanijev diborid
TiC	Titanijev karbid
UV	Ultraljubičasto zračenje
VHP	Toplo vakuumsko prešanje (eng. Vacuum Hot Pressing)
W	Volfram

SAŽETAK

U teorijskom dijelu ovog rada opisani su kompoziti s naglaskom na kompozite s metalnom matricom, njihova podjela i postupci proizvodnje, od kojih je posebno obrađena metalurgija praha. U eksperimentalnom dijelu provoden je postupak izrade putem toplog vakuumskeg prešanja kompozita s matricom od titanija i ojačalom od magnezija, analiza mikrostrukture, analiza mikrostrukture u software-u ImageJ i mjerenje tvrdoće HV0,2.

Ključne riječi: kompozit, kompoziti s metalnom matricom, titanij, magnezij, vruće vakuumske prešanje, mikrostruktura, tvrdoća

SUMMARY

In the theoretical part of this paper, composites are described with an emphasis on composites with a metal matrix, their division and production procedures, of which powder metallurgy is especially treated. In the experimental part, the manufacturing process was carried out through hot vacuum pressing of the composite with a matrix made of titanium and reinforced with magnesium, microstructure analysis, microstructure analysis in ImageJ software and measurement of hardness HV0,2.

Key words: composite, metal matrix composites, titanium, magnesium, hot vacuum pressing, microstructure, hardness

1. UVOD

Metalurgija praha (eng. PM – Powder Metallurgy), proizvodnja dijelova iz metalnih prahova, jedna je od tehnologija proizvodnje materijala koja se može koristiti za izradu metalnih kompozita čiji osnovni materijali nisu pogodni za proizvodnju ostalim konvencionalnim postupcima.

Samim postupkom metalurgije praha moguća je masovna proizvodnja dijelova bez dodatne obrade, postizanje vrlo točnih dimenzija, sitnozrnata mikrostruktura, a moguće je oblikovanje materijala koje je teško oblikovati ostalim postupcima, napraviti smjesu metala i keramike te automatizacijom postupka postignuti veliku proizvodnost.

Mehanička svojstva otpresaka su uglavnom jednaka onima dobivenih rezanjem strugotine, kovanjem ili valjanjem proizvoda istog kemijskog sastava. Najčešći i tipični proizvodi metalurgije praha su lančanici, zupčanici, ležajevi, električni kontakti i različiti dijelovi strojeva.

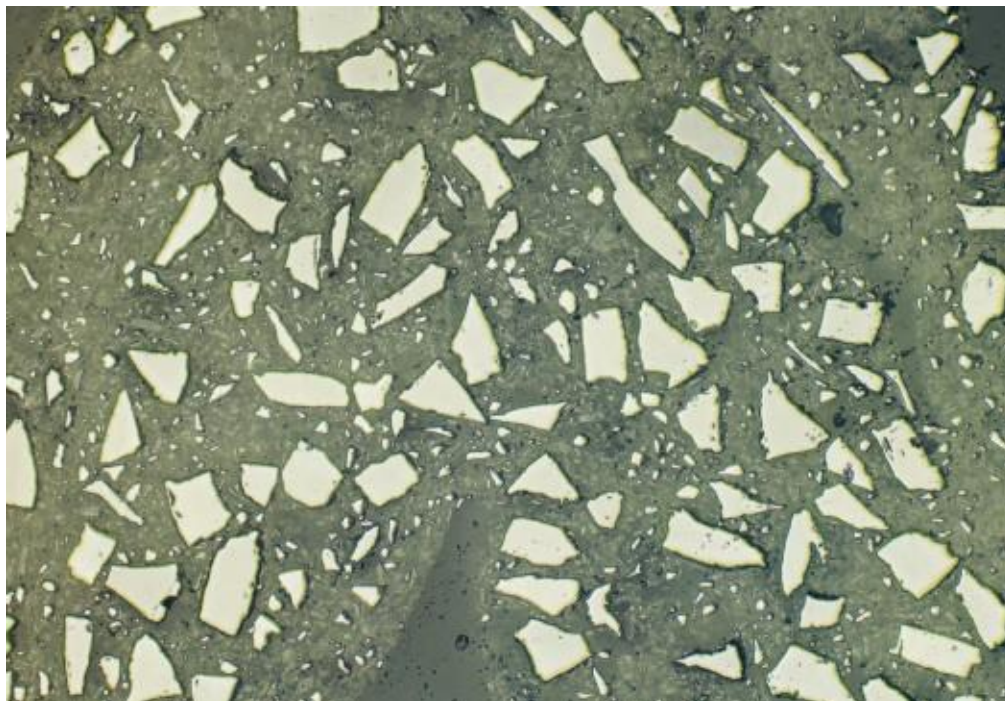
U ovom radu opisani su metalni kompoziti, podjela metalnih kompozita, postupci proizvodnje metalnih kompozita u čvrstom stanju te u eksperimentalnom dijelu izrada metalnog kompozita putem toplog vakuumskeg prešanja s matricom od titana ojačanog s česticama magnezija, analiza mikrostrukture i mjerenje tvrdoće tog materijala.

2. KOMPOZITNI MATERIJALI

Kompozitni materijal je čvrsti materijal koji se sastoji od kombinacije dvaju ili više različitih konstituenata ili faza (monolitnih) materijala [1]. Međutim, da bi se neki materijal nazvao kompozitnim materijalom materijal mora zadovoljiti uvjet. Uvjet je da konstituenti imaju različita svojstva i stoga su svojstva kompozitnog materijala primjetno različita od svojstava konstituenata. Uzmimo npr. plastomere, iako generalno sadrže male količine lubrikanta, absorbera UV zračenja i ostalih konstituenata radi ekonomskih i procesnih razloga, ne zadovoljavaju kriterij i ne klasificiraju se kao kompozitni materijali. Na slici [Slika1] prikazana je mikrostruktura metalnog kompozita (aluminij ojačan česticama silicijevog karbida) [1].

Imajući na umu da kompozitni materijali sadrže dvije ili više kemijski različitih faza na mikroskopskoj razini koje su odvojene vezivom, važno je razaznati te konstituente. Konstituent koji je kontinuiran i često ali ne uvijek, prisutan u većoj količini naziva se matrica. Obično se svojstva matrice poboljšavaju kombiniranjem drugog konstituenta da bi se proizveo kompozit. Kompozit može imati keramičku, metalnu ili polimernu matricu [1, 3].

Drugi konstituent se označava kao ojačavajuća faza ili ojačalo zato što poboljšava i ojačava mehanička svojstva matrice. U većini slučajeva ojačanja imaju veći modul elastičnosti, čvršća su, tvrđa od matrice, iako ima par iznimaka, npr. duktilna metalna ojačanja u keramičkoj matrici i gumasta ojačanja u lomljivoj polimernoj matrici. Geometrija ojačavajuće faze je jedan od glavnih parametara u određivanju efektivnosti ojačala, drugim riječima mehanička svojstva kompozitnog materijala funkcija su oblika i dimenzija ojačavajuće faze. Ojačala obično mogu biti u obliku vlakana ili u obliku čestica [1, 3].



Slika 1. Mikrostruktura aluminija ojačanog s česticama SiC [2]

2.1. Kompozitni materijali s metalnom matricom

Kompozitni materijali s metalnom matricom (eng. MMC – metal matrix composites) imaju puno prednosti u odnosu na monolitne materijale uključujući veći modul elastičnosti, bolja svojstva pri povišenim temperaturama, manji koeficijent termalne ekspanzije i bolju otpornost na trošenje. Zbog tih svojstava kompoziti s metalnom matricom koriste se u velikom rasponu primjene. Područja primjene kompozita s metalnom matricom prikazani su u tablici [\[Tablica 1\]](#).

U usporedbi s većinom kompozita s polimernom matricom, MMC posjeduju određena superiorna mehanička svojstva: veća poprečna čvrstoća i krutost, veći modul smicanja, veća kompresivna čvrstoća i bolja svojstva pri povišenim temperaturama. Također imaju prednosti u nekim fizičkim svojstvima kao što su: svojstvo neapsorpcije vlage, nezapaljivost, visok iznos koeficijenta provodljivosti električne energije i topline te otpornost na većinu radijacija [1].

Tablica 1. Područja primjene MMC [1]

Matrica	Ojačalo (vlakno)	Područje primjene
na bazi Cu	C	komora za izgaranje
	SiC	mlaznica (raketa, space shuttle)
na bazi Fe	W	cijevi
na bazi Ni i intermetali	Al ₂ O ₃	oštrice, diskovi
	W	
na bazi Ti i intermetali	SiC	kućišta, cijevi
	TiB ₂	oštrice, diskovi
	TiC	vratila
na bazi Al	SiC	kućišta, mehanički konektori, sateliti
	Al ₂ O ₃	trupovi aviona
	C	strukturni članovi
	SiC	krila, oštrice
na bazi Mg	Al ₂ O ₃	strukturni članovi

2.2. Podjela kompozita s metalnom matricom

Kompoziti s metalnim matricama s obzirom na materijal metalne matrice dijele se na:

- Kompozite s aluminijskom matricom
- Kompozite s magnezijevom matricom
- Kompozite s titanijevom matricom
- Kompozite s bakrovom matricom
- Kompozite s matricom superlegura [3].

2.2.1. Kompoziti s aluminijskom matricom

Dosad najveći dio istraživanja i razvoja kompozita s metalnim matricama bio je posvećen na aluminij kao materijal matrice. Za upotrebu u zrakoplovnoj industriji aluminij je najatraktivniji neželjezni materijal iz razloga da je u zrakoplovstvu masa strukturnih komponenti jako bitan čimbenik [5]. Najznačajnija svojstva aluminijevih kompozita su vodljivost kao kod metala i koeficijent toplinskog rastezanja koji se može smanjiti gotovo do nule. Dovoljno visoko talište aluminijske matrice zadovoljava mnoge zahtjeve u primjeni, a također je dovoljno nisko da proizvodnja kompozita bude prihvatljiva. Ojačala se aluminiju i aluminijskim legurama dodavaju iz razloga povećanja krutosti, čvrstoće ili otpornosti na umor, ali uz to se obično snižavaju ostala svojstva kao što je npr. istezljivost [3].

2.2.2. Kompoziti s magnezijevom matricom

Kompoziti s magnezijem kao materijalom matrice razvijeni su zbog sličnih svojstava kao i ona značajna za kompozite s aluminijskom matricom: visoka krutost, nizak koeficijent toplinskog rastezanja i mala gustoća. Izbor između magnezija i aluminijske matrice obično je temeljen na korozivnoj otpornosti i masa. Gustoća magnezija je nešto manja od gustoće aluminijske matrice, ali je zato aktivniji u korozivnoj sredini. Također magnezij ima manju toplinsku provodnost koja često zna biti presudna u izboru materijala [3].

2.2.3. Kompoziti s titanijevom matricom

Zbog njegove izvanredne otpornosti na koroziju i dobre specifične čvrstoće kod sobne i srednje temperature titan se odabire kao metal matrice. Za razliku od aluminijske matrice titan zadržava čvrstoću pri većim temperaturama. Međutim razvoj titanovih kompozita otežavaju procesni problemi uzrokovani reaktivnošću titana s mnogom materijalima za ojačavanje [3, 6].

Od nekoliko proizvodnih tehnika najveću važnost imaju temperaturno/kratkotrajno spajanje valjanjem, vruće izostatsko prešanje i vakuumsko vruće prešanje.

Kompozitni materijali s titanijevom matricom s diskontinuiranim ojačalima imaju bolja svojstva (umjerena krutost, čvrstoća pri povišenim temperaturama) u odnosu na

neojačane titanove legure. Mogu se proizvoditi metalurgijom praha i biti ekonomičniji za proizvodnju od kompozita s titanijevom matricom s kontinuiranim vlaknima [3].

2.2.4. Kompoziti s bakrovom matricom

Bakar se kao materijal matrice za metalne kompozite koristi zbog svojih svojstava toplinske vodljivosti i čvrstoće pri visokim temperaturama koja su bolja u odnosu na aluminijske kompozite. Bakrovi metalni kompoziti mogu biti s kontinuiranim i diskontinuiranim ojačalima [3].

2.2.5. Kompoziti s matricom superlegura

Superlegure najviše se koriste u turbinskim motorima, no kompoziti s matricom od superlegura su jedni od prvih materijala korištenih za poboljšanje izvedbe turbina s ciljem povećanja radne temperature turbinskih dijelova. Čvrstoća pri visokim temperaturama matrica od superlegura postiže se samo ojačavanjem teško taljivim materijalima. Pod teškotaljive materijale spadaju vlakna volframa, tantala, molibdena i niobija s posebno prilagođenim sastavom [3].

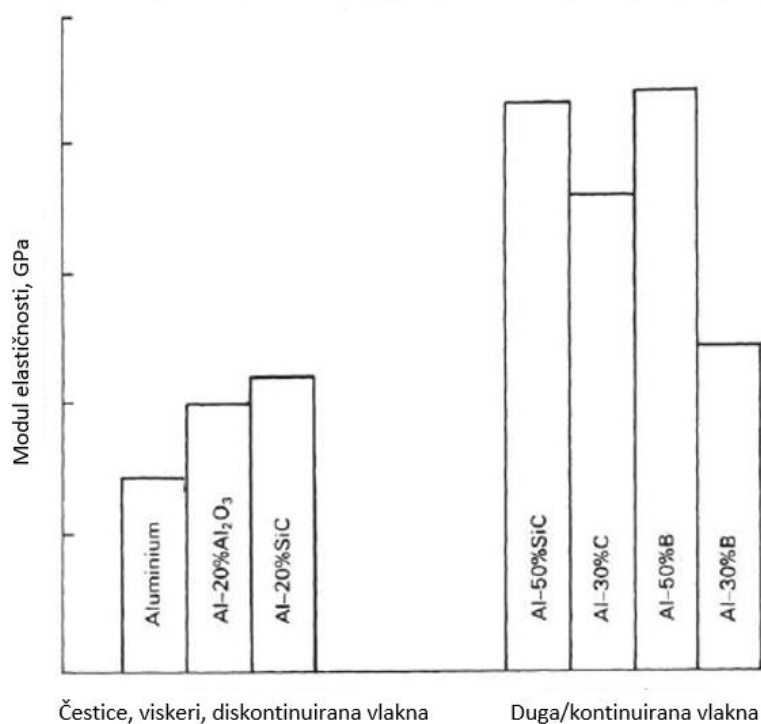
2.3. Svojstva kompozita s metalnom matricom ojačanih česticama

Svojstva metalnih kompozita zbog njihove specifične građe rezultat su strukture i svojstava pojedinih konstituenata. Parametri o kojima ovise svojstva kompozita s metalnom matricom su:

- svojstva matrice i ojačala
- veličina i raspodjela konstituenata
- volumni udio konstituenata
- oblik konstituenata
- priroda i jakost veze između konstituenata [7].

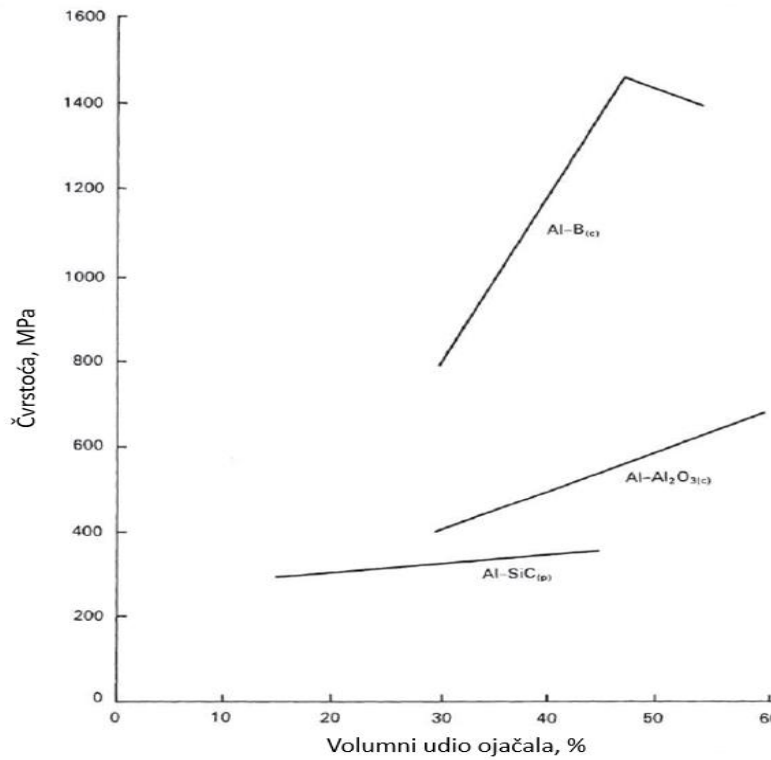
2.3.1. Modul elastičnosti kompozita s metalnom matricom

Ojačavanjem metalnih materijala ojačalima postiže se povećanje modula elastičnosti. Također se postiže i značajno povećanje krutosti kod materijala kao što su aluminij i magnezij koji imaju nizak modul elastičnosti. Modul elastičnosti aluminijevog kompozita može biti više nego dvostruko veći od modula elastičnosti aluminija [1]. Dijagram utjecaja tipa ojačala na modul elastičnosti aluminijskog kompozita prikazan je na slici [Slika2]. Opisani modul elastičnosti za kompozite ojačane usmjerenim vlaknima može biti aksijalni ili longitudinalni tj. mjeren paralelno osima vlakana i poprečni, tj. mjeren okomito na osi vlakana.

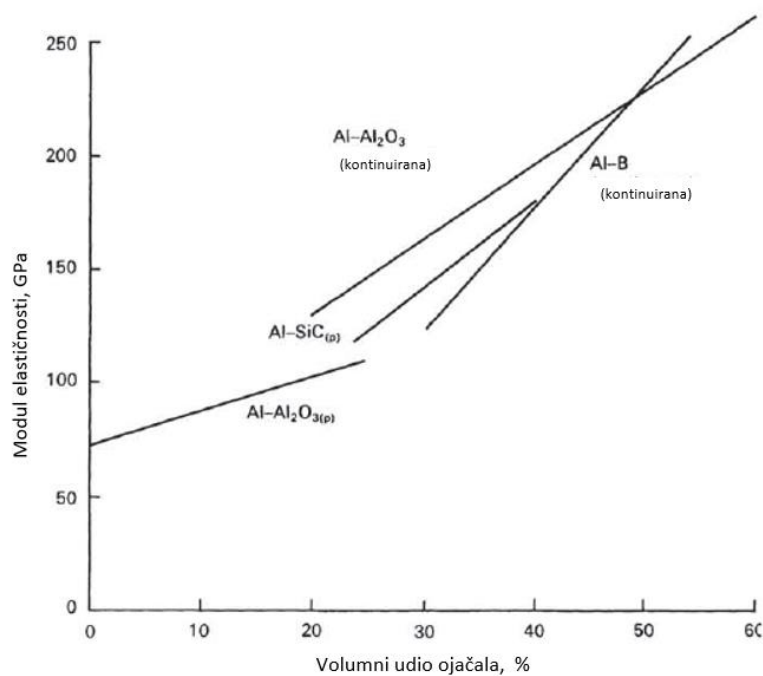


Slika 2. Utjecaj ojačala na modul elastičnosti aluminija [1]

Što se tiče krutosti, krutost je generalno veća s povećanim udjelom ojačala [Slika4]. Međutim, zbog poteškoća u preradi, čvrstoća ponekad pada pri visokim udjelima ojačala kao što je prikazano na slici [Slika3] [1]. Također se može vidjeti da longitudinalna čvrstoća kompozita s kontinuiranim vlaknima je veća nego onog ojačanog česticama za neki zadani volumen ojačala.



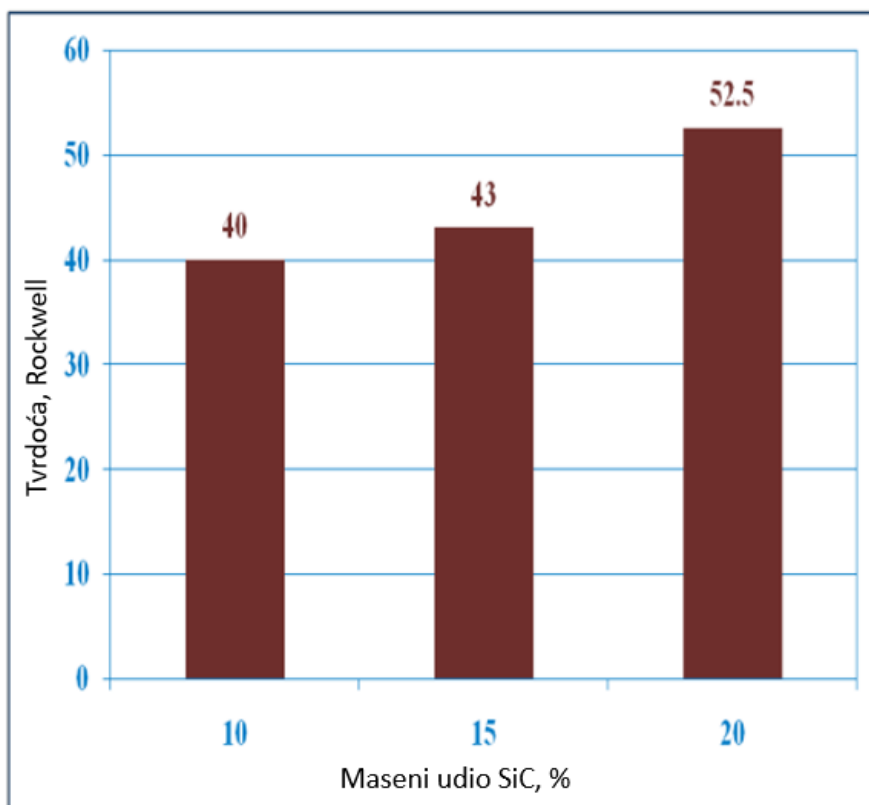
Slika 3. Usporedba volumnog udjela ojačala u obliku čestica i vlakana (odnosi se na longitudinalnu čvrstoću) [1]



Slika 4. Utjecaj volumnog udjela ojačala na modul elastičnosti kompozita s aluminijskom matricom (za matricu su korištene legure aluminija) [1]

2.3.2. Tvrdoća kompozita s metalnom matricom

Tvrdoća je još jedno bitno svojstvo za primjenu kompozita s metalnom matricom jer može pružiti informacije o otpornosti materijala trošenju. Ojačala u obliku čestica najviše doprinose povećanju tvrdoće kompozitnog materijala. Porast tvrdoće je proporcionalan smanjenjem dimenzije čestica i time povećanom specifičnom površinom. Najefikasniji materijali čestica za povišenje tvrdoće su SiC, Al₂O₃ i TiC [7, 8]. Na slici [Slika5] prikazana je ovisnost tvrdoće aluminijskog kompozita ojačanog SiC o masenom udjelu tog ojačala.



Slika 5. Utjecaj masenog udjela SiC na tvrdoću kompozita s aluminijskom matricom [8]

3. PROIZVODNJA KOMPOZITA S METALNOM MATRICOM

Postupci proizvodnje kompozita s metalnom matricom mogu se podijeliti u primarne i sekundarne grupe. Postupci primarne grupe su postupci kojima se sintetiziraju kompozitni materijali od osnovnih materijala, matrice i ojačala. U taj postupak je uključena i ugradnja određene količine ojačala u matricu, na određena mjesta i razvoj određenih veza između njih. U sekundarne postupke spadaju svi dodatni postupci potrebni za preradu primarnog kompozita u željeni dio. Nekad se oba slučaja odvajaju istovremeno, ovisno o željenom proizvodu i postupcima proizvodnje koji su korišteni u procesu.

Za izradu metalnih kompozita koriste se razne metode, a one se konvencionalno mogu podijeliti u ove grupe:

- Postupci proizvodnje u čvrstom stanju,
- Postupci proizvodnje u tekućem stanju,
- Postupci proizvodnje taloženjem,
- In situ postupci proizvodnje [1].

3.1. Postupci proizvodnje u čvrstom stanju

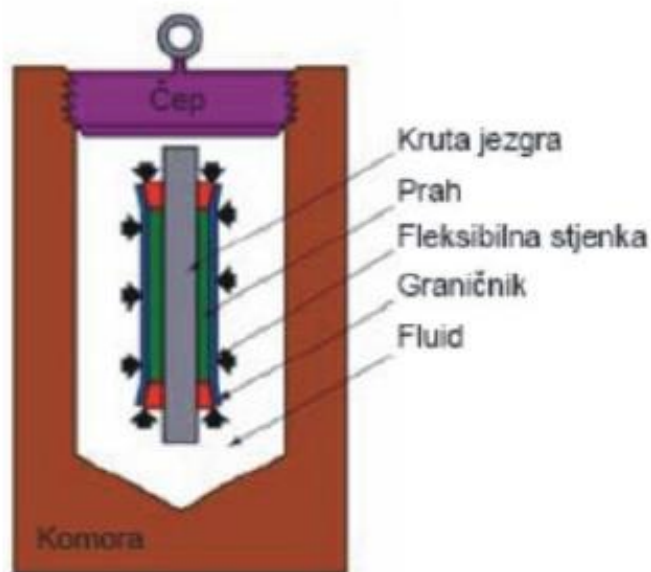
U zadnjih par desetljeća potencijal poboljšanih performansa kompozitnih materijala demonstrirao se primarno koristeći postupke proizvodnje u čvrstom stanju iako je proizvodnja u tekuće stanju napravila znatne pomake. Na početku proizvodnje u čvrstom stanju materijal čvrste matrice je u obliku čestica ili folije. Postupci u čvrstom stanju uključuju dovođenje čestica ili folije u blizak dodir s ojačalom gdje se korištenjem prikladne kombinacije temperature i tlaka smanjuje slobodna energija sistema konsolidacijom matrice da bi se dobila niža energija veze između krutine i krutine. Mehanizam kojim se transportira materijal tijekom konsolidacije se može razlikovati, ali nepromjenjivo je to difuzija. Metode koje koriste foliju se obično nazivaju difuzno vezanje, a one koje koriste čestice nazivaju se metalurgijom praha [1, 3].

3.1.1. Metalurgija praha

Metalurgijom praha posebno se mogu proizvoditi metalni kompoziti ojačani diskontinuiranim vlaknima, viskerima ili česticama [9]. Komponente se obično miješaju te zatim prešaju, često pri povišenim temperaturama da bi se konsolidirale. Za prešanje mogu se koristiti razne metode kao što su npr. kovanje, valjanje i ekstruzija. Ponekad se dvije metode koriste u obradi, npr. vruće prešanje za konsolidaciju, a zatim obrada sekundarnim postupkom da bi se dobio traženi oblik. Sekundarna obrada također ima prednost uklanjanja oksida koji je bio prisutan oko čestica metala. Metalurgijom praha mogu se proizvoditi kompoziti do 50% udjela ojačala, no proizvođači limitiraju taj postotak do 25% zbog oštećivanja vlakana tijekom obrade i gubitka čvrstoće pri visokim udjelima ojačala [1].

3.1.1.1. Hladno izostatsko prešanje

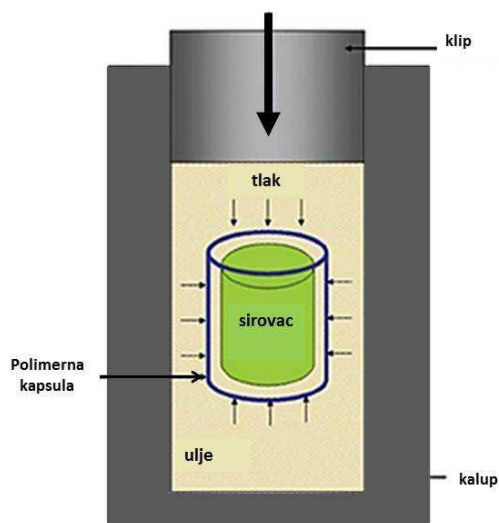
Izostatsko prešanje temelji se na Paskalovom zakonu koji govori da će povećanje tlaka u jednoj točki stacionarnog fluida koji je kompletno zatvoren u posudi, rezultirati povećanjem tlaka u svim točkama tog fluida [9]. Korištenjem tog načela, kalup napunjen metalnim prahom te komprimiranjem tog kalupa s okolnim fluidom dobiva se uniformno kompaktirano tijelo. Hladno izostatsko prešanje (CIP, eng. Cold Isostatic Pressing) najčešće se koristi kao metoda formiranja sirovca koji se nakladno sinterira ili podlaže nekom drugom postupku obrade. Konsolidacija metalnih prahova ovim postupkom rezultira slabom povezanošću između praškastih komponenti, ali je dovoljno dobra da se osigura kapsuliranje. Na slici [\[Slika6\]](#) prikazana je shema postupka.



Slika 6. Shema uređaja za hladno izostatsko prešanje [10]

3.1.1.2. Toplo izostatsko prešanje

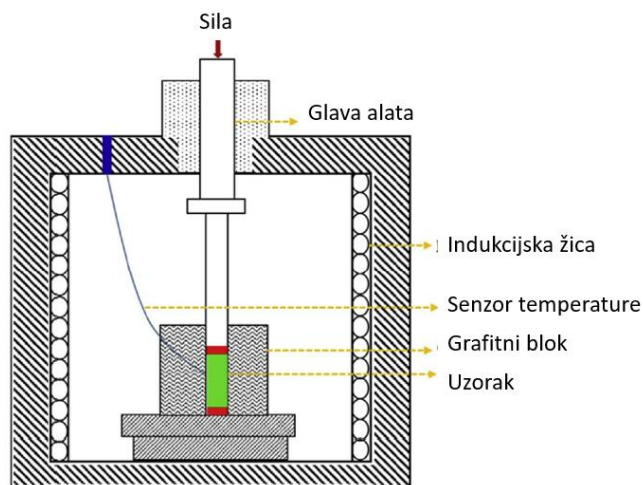
Toplo izostatsko prešanje (HIP, eng. Hot Isostatic Pressing) može se koristiti za poboljšanje odljevaka, zgušnjavanje presinteriranih komponenti, konsolidiranje prahova i međufazno povezivanje. Ono uključuje aplikaciju visokog tlaka i povišene temperature u specijalno konstruiranoj posudi [9]. Pod takvim uvjetima tlaka i temperature, unutarnje pore ili defekti unutar čvrstog tijela nestaju te se faze povezuju. Inkapsulirani prah i sinterirane komponente podjednako se zgušnjavaju kako bi se postigla poboljšana mehanička svojstva i smanjio raspon raspršenja svojstava. Shema postupka prikazana je na slici [Slika7]. Glavne prednosti ovog postupka su: dimenzijska preciznost, manji utjecaj polaznih karakteristika prahova, veće rezultirajuće gustoće kompozite te time i bolja mehanička svojstva. Nedostaci ovog postupka su naknadno skidanje kapsule i kraći vijek trajanja kalupa [7].



Slika 7. Shema uređaja za toplo izostatsko prešanje [11]

3.1.1.3. Toplo vakuumsko prešanje

Toplo vakuumsko prešanje (VHP, eng. Vacuum Hot Pressing) postupak je sličan toplom izostatskom prešanju. Postupak je prikazan na slici [\[Slika8\]](#). U postupku se primjenjuje vakuum kako u posudi ne bi bilo oksida koji bi loše utjecali na mehanička svojstva dobivenog kompozita. U odnosu na toplo izostatsko prešanje ovaj postupak troši manje energije i traje kraće, tj. skraćuje vrijeme sinteriranja [12].



Slika 8. Shema postupka toplog vakuumnog prešanja [14]

3.2. Postupci proizvodnje u tekućem stanju

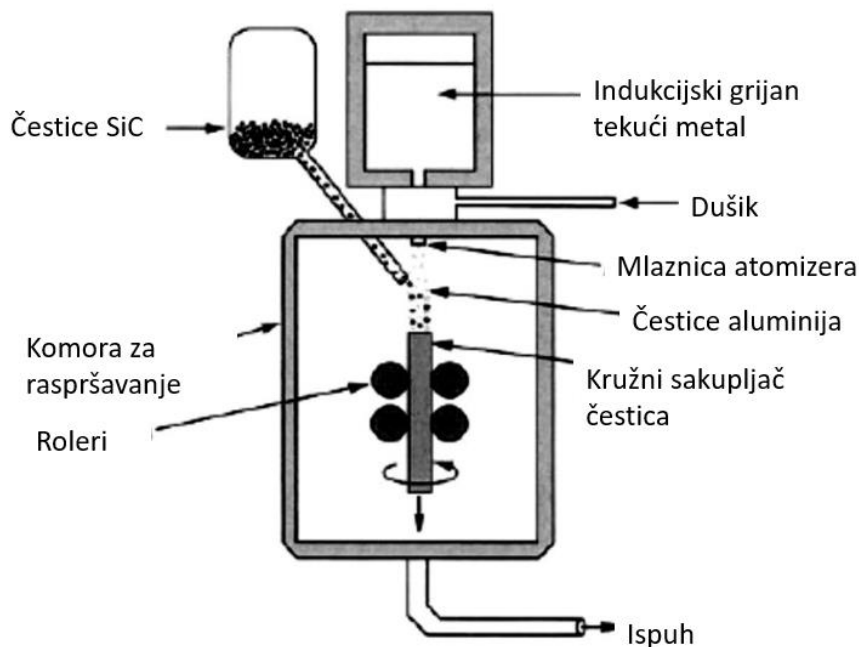
Najveće barijere ovim postupcima proizvodnje su nevlaženje ojačala i naknadne kemijske reakcije između matrice i ojačala unatoč visokim temperaturama. Za rješenje tog problema koriste se razni pristupi, a najobećavajućiji je prevlačenje ojačala prije postupka obrade kompozita kako bi se ojačalo zaštitilo od kemijskih reakcija i kako bi imalo bolje svojstvo vlaženja. Npr. vlakna SiC se prevlače specijalnim razvijenim pirolitičkim grafitnim premazom kako bi se vlaknima poboljšalo svojstvo vlaženja uz kompenzaciju s malo lošijim mehaničkim svojstvima [1]. Međutim, još i dalje postoje problemi s određenim metalima i za sad postupci proizvodnje u tekućem stanju se ne koriste za titanij i njegove legure zbog njihove visoke reaktivnosti. Neki od postupaka proizvodnje u tekućem stanju su:

- Lijevanje u kalup,
- Lijevanje miješanjem (eng. Stir Casting),
- Lijevanje tiskanjem (eng. Squeeze Casting),
- Lijevanje u poluskrućenom stanju (eng. Compocasting, Rheocasting),
- Bestlačna infiltracija metala (eng. Pressureless Metal Infiltration),
- Brzo skrućivanje (eng. Rapid-Solidification Processing),
- Fizikalno prevlačenje iz parne faze (eng. Physical Vapour Deposition) [3].

3.3. Postupci proizvodnje taloženjem

Postupak taloženja koji ima značajan potencijal je raspršujuće sutaloženje koje je modifikacija Osprey-evog postupka taloženja. Ono uključuje atomiziranje otopine i uvođenje ojačavajućih čestica u sprej od finih metalnih kapljica. Metal i ojačavajuće čestice se onda sutalože na podlogu. Atomizirani metal postoji samo kratko vrijeme, par milisekunda kao diskretne kapljice te brзом solidifikacijom dobiva se matrica s jako dobrom mikrostrukturom i smanjenom mogućnošću daljnje kemijske reakcije [16]. Kontrolom atomizacije i dovoda ojačavajućih čestica moguće je dobivanje kompozita s metalnom matricom sa uniformnom distribucijom čestica i odgovarajuće gustoće (tipično veće od 95% teorijske gustoće). Ova tehnika se najčešće koristi za ojačavanje aluminijskih česticama SiC-a [1]. Poslije sutaloženja

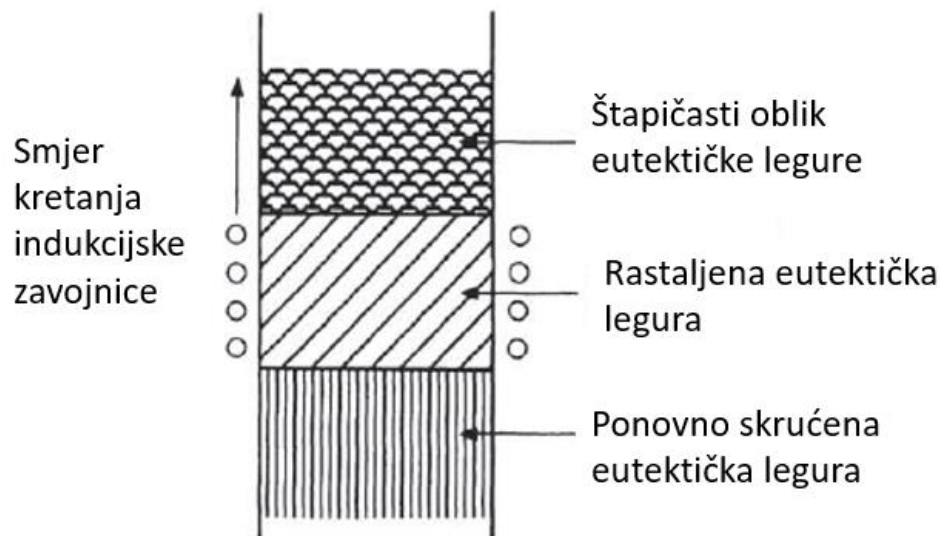
obično se koristi postupak sekundarne obrade. Shema postupka sutaloženja prikazan je na slici [Slika9].



Slika 9. Shema postupka sutaloženja [15]

3.4. In situ postupci proizvodnje

Jednosmjerno skrućivanje eutektičkih legura može voditi prema dvokomponentnoj mikrostrukturi u kojoj je jedna faza u obliku lamela ili štapićastog oblika i usmjerena paralelno sa smjerom grijanja kao što je prikazano na slici [Slika10]. Kod većine in situ kompozita samo je matrica čvrsta otopina, a ojačavajuća faza je intermetalni spoj ili karbid. Obično postoji preferirani smjer kristalografskog rasta i veza između faza je niske energije [17]. Jednosmjerno skrućivanje generalno se postiže indukcijskim grijanjem. Indukcijska zavojnica pomiče se po šipci eutektične legure u kontroliranim uvjetima. Jednosmjerno skrućene legure nisu „pravi“ kompoziti prema definiciji, ali se njihovo ponašanje aproksimira s kompozitima s usmjerenim vlaknima te se dalje istražuju.



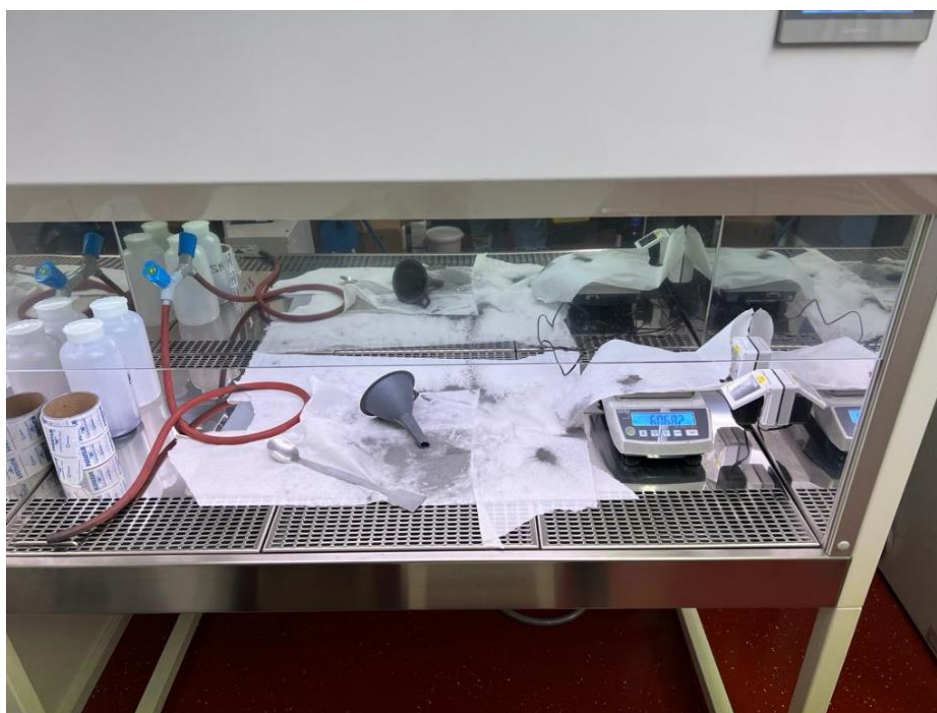
Slika 10. Shema In situ postupka [1]

4. EKSPERIMENTALNI DIO

U eksperimentalnom dijelu ovog rada provedeno je miješanje praha titanija i magnezijevog praha te zatim izrada metalnog kompozita putem toplog vakuumnog prešanja. Napravljena su tri uzorka s istim sastavom koji su konsolidirani na tri različite temperature postupkom toplog vakuumnog prešanja. Nakon izrade uzoraka provedena je analiza mikrostrukture i mjerenje tvrdoće te usporedba s hladnim izostatskim prešanjem.

4.1. Miješanje prahova

Prije konsolidacije prahovi moraju biti dobro izmiješani da ne bi došlo do pojave aglomerata koji bi narušili svojstva dobivenih uzoraka. Prahovi su bili pomiješani u umjeru 85% masenog udjela titanija i 15% masenog udjela magnezija. Postupak vaganja prahova proveden je u kontroliranim uvjetima i na vagi preciznosti 0,01g. Na slici [\[Slika11\]](#) prikazan je postupak vaganja prahova.



Slika 11. Vaganje prahova

Nakon vaganja prahovi se stavljaju u nepropusnu posudu kako bi se spriječilo prosipanje praha prilikom miješanja. Posuda se zatim stavlja na uređaj za miješanje prahova. Uređaj rotacijom oko tri osi omogućuje homogenost smjese. Uzorci su se miješali 60 minuta. Na slici [\[Slika12\]](#) prikazan je uređaj za miješanje prahova.



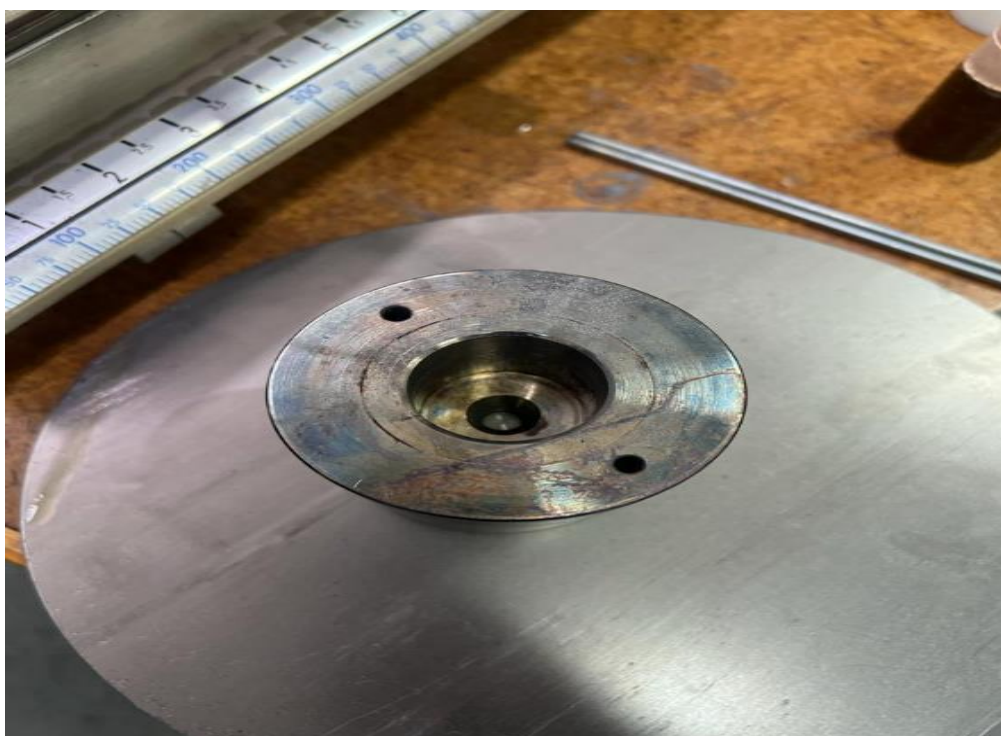
Slika 12. Uređaj za miješanje prahova

4.2. Toplo vakuumsko prešanje

Nakon miješanja prahova u zadanom omjerima slijedi izrada kompozita putem toplog vakuumskog prešanja. Prah se stavlja u aluminijsku košuljicu koja je izrađena prema dimenzijama kalupa. Tijekom stavljanja praha u košuljicu prah se sabija. Na slikama [\[Slika13\]](#) i [\[Slika14\]](#) prikazani je prah u košuljici i kalup za prešanje.



Slika 13. Prah u aluminijskoj košuljici



Slika 14. Kalup za toplo vakuumsko prešanje

Kalup se zatim podmazuje uljem te se košuljica postavlja u kalup. Ulje korišteno u ovom postupku prikazano je na slici [\[Slika15\]](#). Popunjeni kalup zatim se stavlja u vakuumsku posudu. U vakuumskoj posudi oko kalupa nalazi se indukcijski grijač hlađen vodom.



Slika 15. Ulje korišteno kao lubrikant kalupa

Zatim se provjeravaju ventili na vakuumskoj posudi, temperaturni senzori se postavljaju u kalup, zatežu se svi vijčani spojevi te se brtvi s glavom alata za prešanje. Na slici [\[Slika16\]](#) prikazana je vakuumska komora i temperaturni senzori. Kada je posuda zrakonepropusna pali se vakuumska pumpa. Pumpa je prikazana na slici [\[Slika17\]](#). Kroz 30 min-60 min u posudi nastaje vakuum. Prije paljenja indukcijskog grijanja potrebno je upaliti i provjeriti vodeno hlađenje uređaja za grijanje. Nakon provjere rada vodenog hlađenja pali se indukcijsko grijanje. Postupak se provodilo na tri temperature: 250 °C, 350 °C i 430 °C. Kada se dostigne željena temperatura postupka provodi se prešanje. Sva 3 uzorka prešana su istom silom od 300 kN što je ekvivalentno tlaku od 146 bara. Poslije prešanja kalup se vadi te se ostavlja hladiti dok ne dosegne sobna temperatura.



Slika 16. Vakuumska posuda s temperaturnim senzorima



Slika 17. Vakuumska pumpa

Nakon što se uzorak ohladi, on se isprešava. Isprešavanje je prikazano na slici [\[Slika18\]](#).



Slika 18. Isprešavanje uzoraka

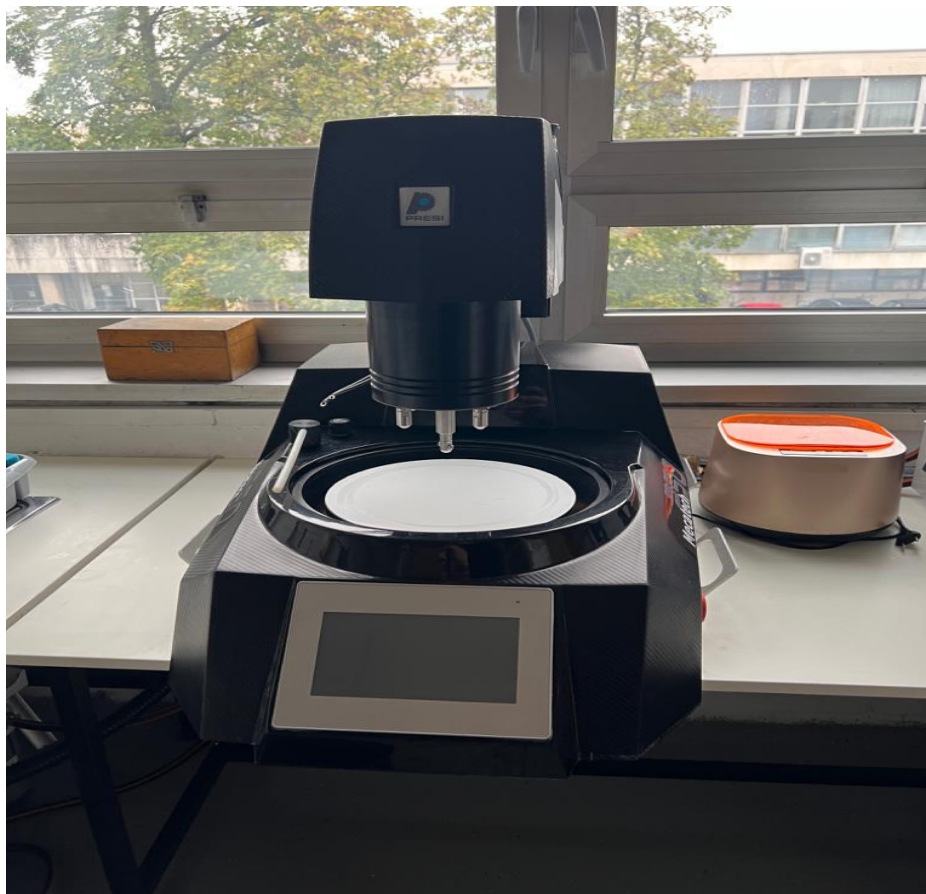
4.3. Priprema uzoraka za analizu

Za analizu mikrostrukture uzorka potrebno je napraviti pripremu uzoraka. Uzorci su izrezani na potrebnu veličinu na uređaju Mecatome T260. Uređaj je prikazan na slici [\[Slika19\]](#). Nakon toga uzorci se stavljaju u polimernu masu. Nakon što su uzorci zaliveni polimernom masom slijedi brušenje i poliranje uređajem Mecatech 250. Uređaj za poliranje prikazan je na slici [\[Slika20\]](#). Brzina glave tog uređaja je 300 okr/min. Korišteni brusni papiri su: P320, P600, P1000, P2400, P4000. Brusni papir P320 ima najveća abrazivna zrna dok P4000 ima najsitnija. Tijekom postupka brušenja korištena je voda kao sredstvo za hlađenje i

podmazivanje. Postupkom poliranja se zatim uklanjaju tragovi brušenja. Na brusnom uređaju brzina glavne ploče iznosi 150 okr/min i na glavnoj ploči nalazi se tkanina za poliranje. Prvo je korištena dijamantna pasta veličine 3 μm , a nakon paste tekućina za poliranje s abrazivnim zrnima veličine 0,03 μm . Za podmazivanje koristio se lubrikant. Uzorci nakon rezanja, brušenja i poliranja prikazani su na slici [\[Slika21\]](#).



Slika 19. Uređaj za rezanje Mecatome T260



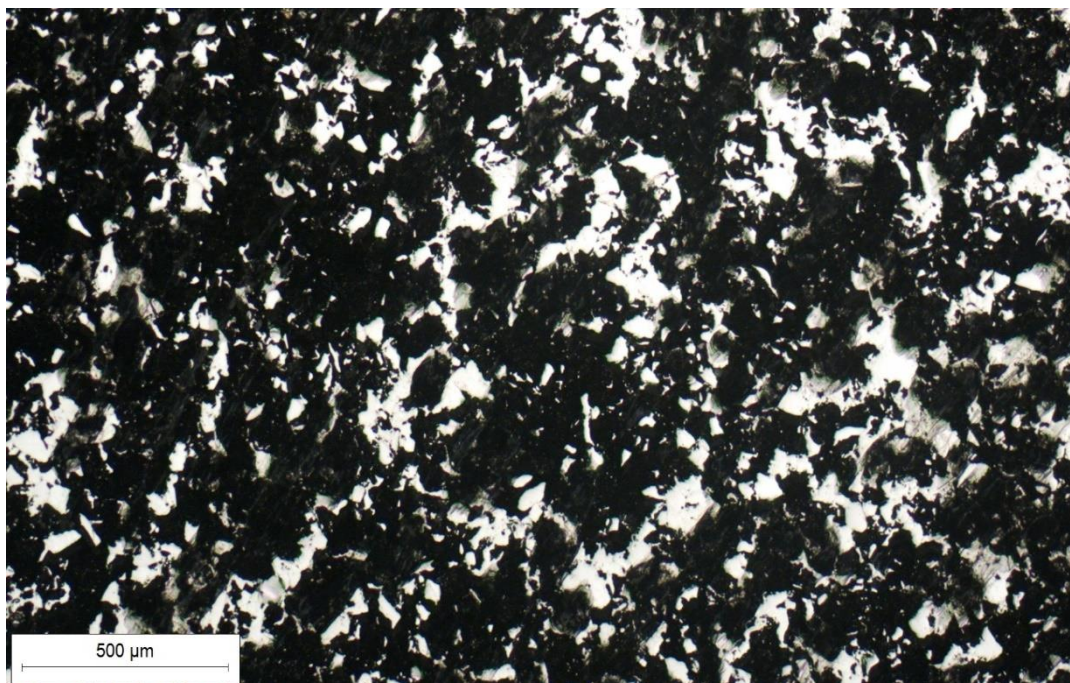
Slika 20. Uređaj za poliranje Mecatech 250



Slika 21. Uzorci nakon brušenja i poliranja

4.3.1. Analiza mikrostrukture

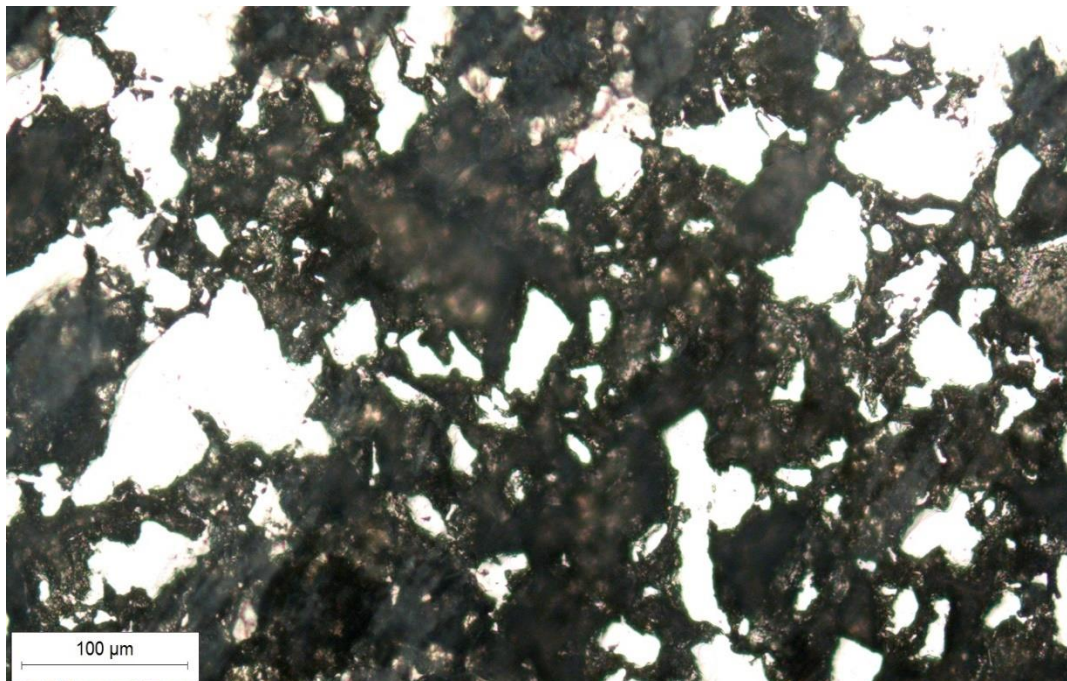
Analiza mikrostrukture napravljena je na mikroskopu Olympus GX51 pod povećanjima 50x, 100x, 200x i 500x. Mikrostrukture uzoraka 1,2 i 3 prikazane su na slikama: [\[Slika22\]](#), [\[Slika23\]](#), [\[Slika24\]](#), [\[Slika25\]](#), [\[Slika26\]](#), [\[Slika27\]](#), [\[Slika28\]](#), [\[Slika29\]](#), [\[Slika30\]](#), [\[Slika31\]](#), [\[Slika32\]](#) i [\[Slika33\]](#).



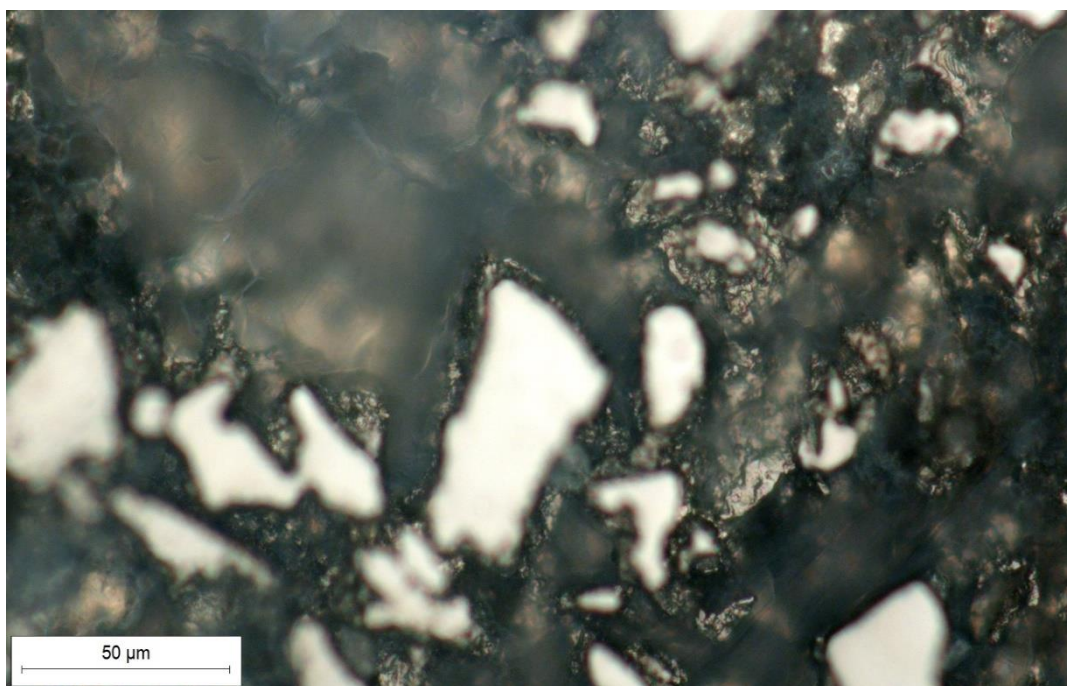
Slika 22. Mikrostruktura uzorka 1, 50x



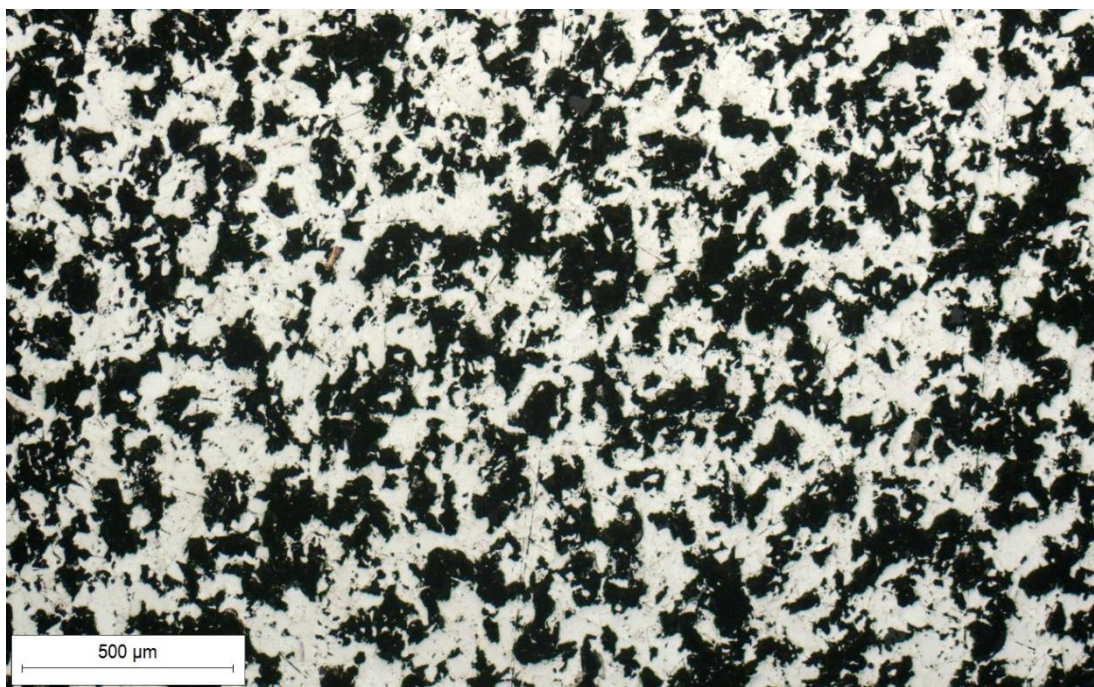
Slika 23. Mikrostruktura uzorka 1, 100x



Slika 24. Mikrostruktura uzorka 1, 200x



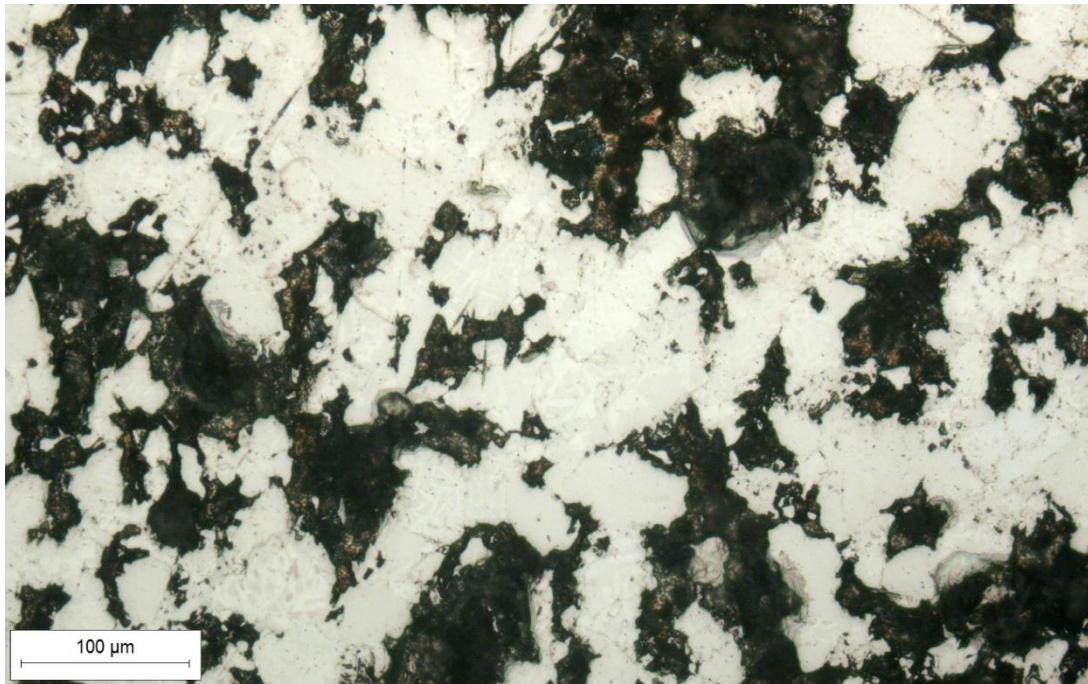
Slika 25. Mikrostruktura uzorka 1, 500x



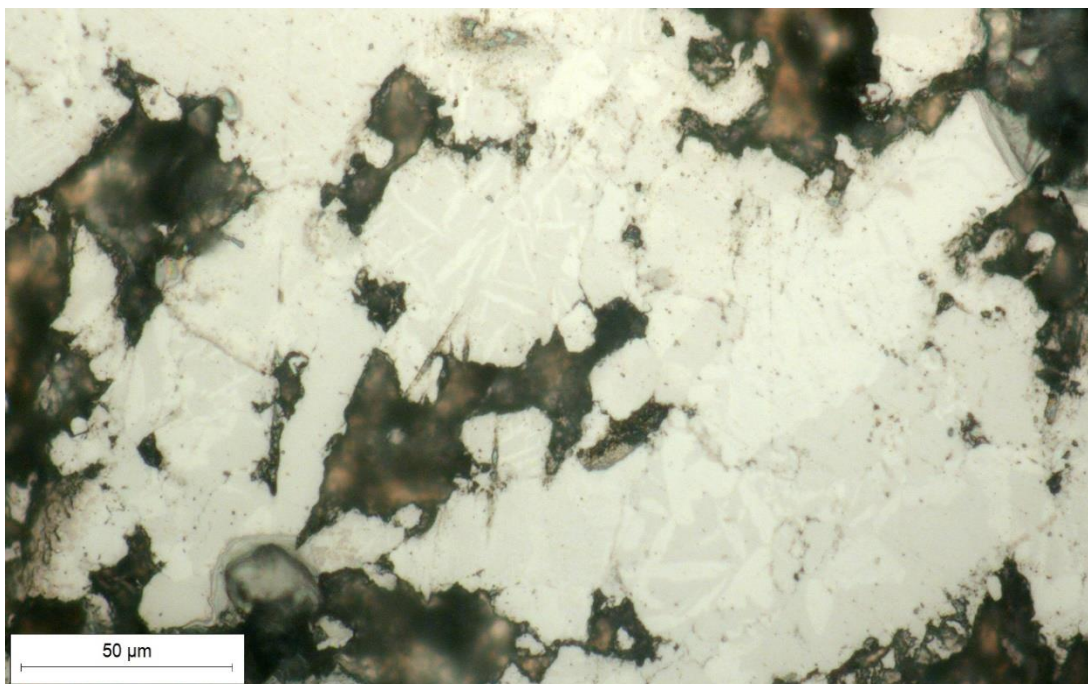
Slika 26. Mikrostruktura uzorka 2, 50x



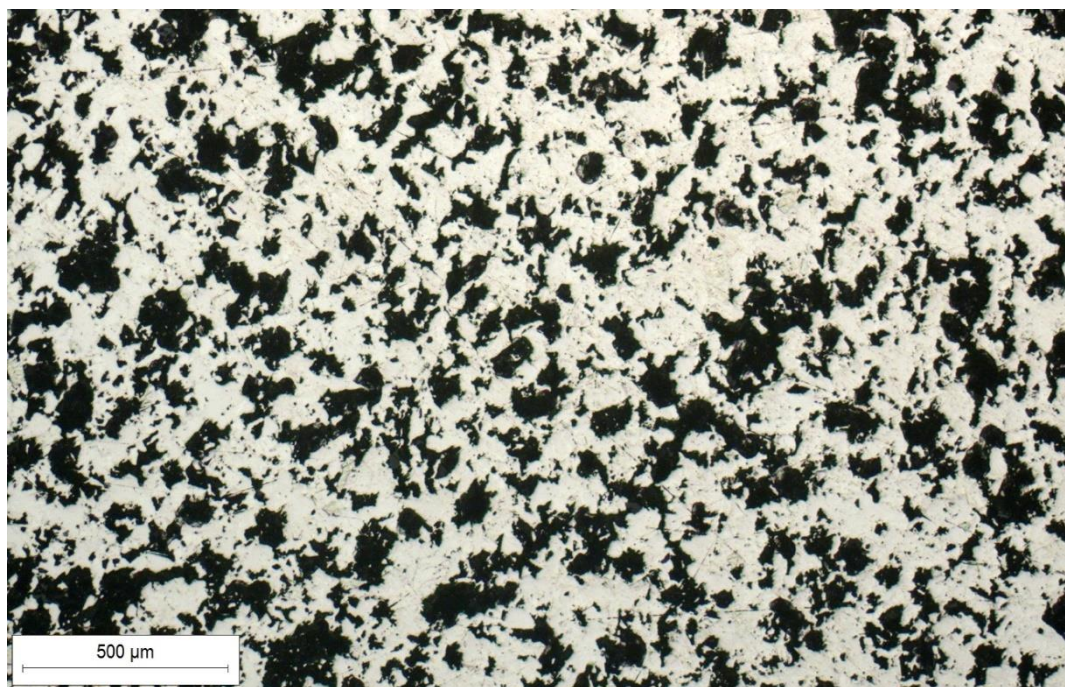
Slika 27. Mikrostruktura uzorka 2, 100x



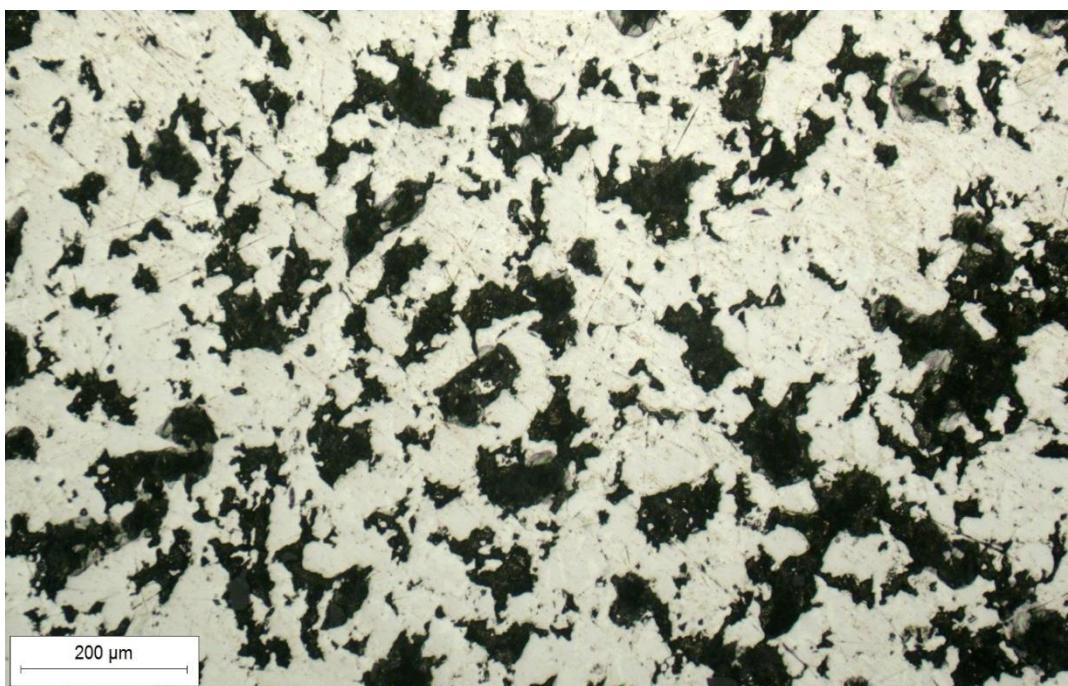
Slika 28. Mikrostruktura uzorka 2, 200x



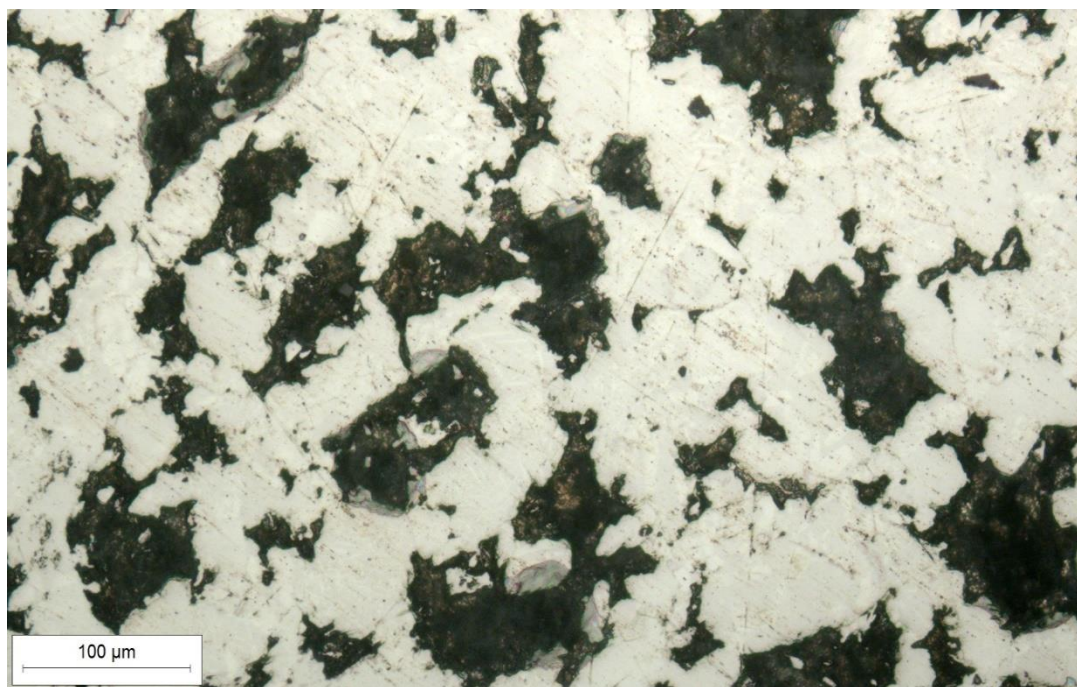
Slika 29. Mikrostruktura uzorka 2, 500x



Slika 30. Mikrostruktura uzorka 3, 50x



Slika 31. Mikrostruktura uzorka 3, 100x



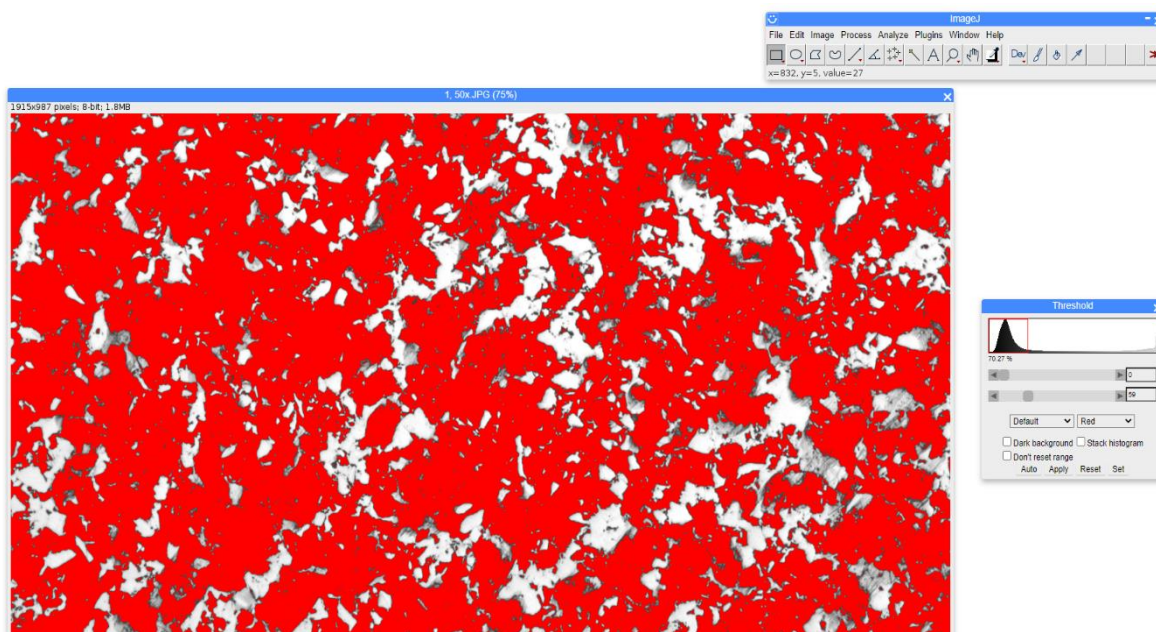
Slika 32. Mikrostruktura uzorka 3, 200x



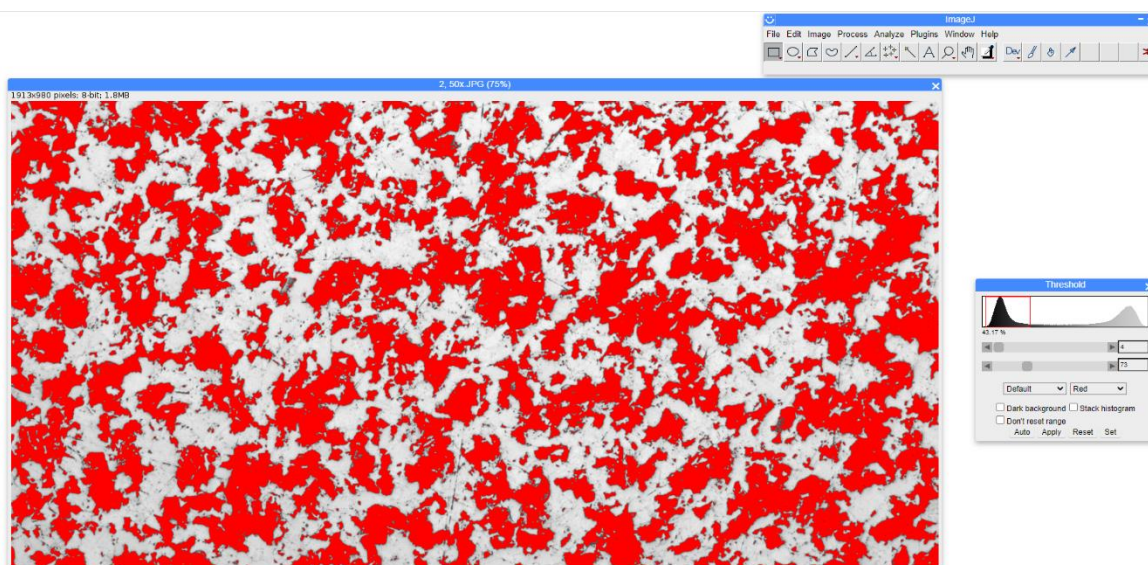
Slika 33. Mikrostruktura uzorka 3, 500x

4.3.2. Analiza mikrostrukture u software-u ImageJ

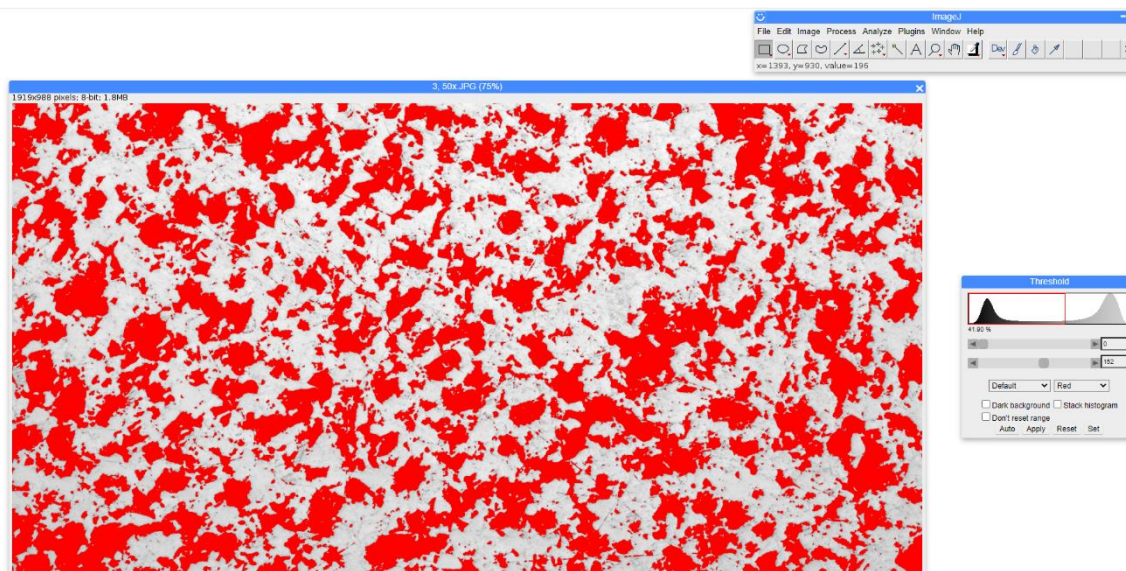
Napravljena je i analiza mikrostrukture u software-u za analizu slike ImageJ. U ImageJ na jednostavan način očitava se udio faze magnezija i titanija u mikrostrukturi. Rezultati su prikazani u tablici [Tablica2] i na slikama [Slika34], [Slika35] i [Slika36].



Slika 34. Udio Mg u mikrostrukturi metalnog kompozita uzorka 1



Slika 35. Udio Mg u mikrostrukturi metalnog kompozita uzorka 2



Slika 36. Udio Mg u mikrostrukтури metalnog kompozita uzorka 3

Tablica 2. Udjeli faza u mikrostrukтури uzoraka

Uzorak	Udio Ti, %	Udio Mg, %
1	29,73	70,27
2	66,83	43,17
3	68,10	41,90

4.3.3. Mjerenje tvrdoće

Za mjerenje tvrdoće korištena je Vickers metoda HV0,2 s opterećenjem od $0,2 \cdot 9,81$ N. Mjerenje tvrdoće provedeno je na uređaju PMT 3. Mjerenja su provedena na sredini i uz rub svakog uzorka. Rezultati mjerenja prikazani su u tablicama [Tablica3], [Tablica4] i [Tablica5]. Uređaj za mjerenje tvrdoće prikazan je na slici [Slika37].

Tablica 3. Vrijednosti dobivene mjerenjem tvrdoće uzorka 1

Uzorak	Mjerenje	HV0,2	Prosječan HV0,2
1	1.	188	199
	2.	199	
	3.	193	
	4.	241	
	5.	174	
Rub uzorka 1	1.	181	125,24
	2.	92,3	
	3.	84,9	
	4.	105	
	5.	163	

Tablica 4. Vrijednosti dobivene mjerenjem tvrdoće uzorka 2

Uzorak	Mjerenje	HV0,2	Prosječan HV0,2
2	1.	172	158,4
	2.	151	
	3.	128	
	4.	178	
	5.	163	
Rub uzorka 2	1.	116	107,66
	2.	70,9	
	3.	130	
	4.	83,4	
	5.	138	

Tablica 5. Vrijednosti dobivene mjerenjem tvrdoće uzorka 3

Uzorak	Mjerenje	HV0,2	Prosječan HV0,2
3	1.	308	248,2
	2.	199	
	3.	245	
	4.	229	
	5.	260	
Rub uzorka 3	1.	278	348,6
	2.	274	
	3.	269	
	4.	553	
	5.	369	



Slika 37. Uredaj za mjerenje tvrdoće

5. ZAKLJUČAK

U ovom radu opisan je postupak izrade metalnog kompozita titan-magnezij putem toplog vakuumskog prešanja i utjecaj temperature postupka na mikrostrukturu i tvrdoću dobivenog kompozita.

Postupkom toplog vakuumskog prešanja dobiva se kompaktni titan-magnezij kompozit. Analizom mikrostrukture zaključeno je da materijal sadrži minimalni udio poroziteta te je visoke gustoće. Analizom mikrostrukture u software-u za obradu slike ImageJ zaključeno je da se pri većim temperaturama postupka (350 °C i 430 °C) mikrostruktura kompozita sadrži veće udjele titana (66,83 % i 68,10 %) u odnosu na nižu temperaturu (29,73 %), a time i kompozit boljih mehaničkih svojstava.

Tvrdoća je bila mjerena na sredini i uz rub uzorka. Pri temperaturama postupka od 250 °C i 350 °C dobivene su relativno niske vrijednosti tvrdoće HV0,2 te vrijednosti tvrdoće uz rub uzorka niže su od vrijednosti tvrdoća mjerenih na sredini uzoraka. Na uzorku prešanom na temperaturi 350 °C izmjerene su znatno veće vrijednosti tvrdoće, a vrijednosti tvrdoće uz rub uzorka veće su od vrijednosti tvrdoća mjerenih na sredini uzorka.

Miješanjem titana magnezijem dobiva se metalni kompozit slabijih mehaničkih svojstava i tvrdoće u odnosu na tradicionalni metal titan.

Primjenom metalurgije praha i utvrđivanjem mogućnosti proizvodnje kompaktnog titan-magnezij kompozita stvoreni su preduvjeti za nastavak istraživanja i naredna laboratorijska ispitivanja.

LITERATURA

- [1] Matthews F.L., Rawlings R.D. Composite Materials: Engineering and science. Cambridge, Woodhead Publishing Limited; 1999.
- [2] <https://www.metallographic.com/Metallographic-Preparation-Procedures/SiC-aluminum-MMC.htm> , Pristupljeno: 15. studenog 2022.
- [3] Filetin T., *Suvremeni materijali i postupci*, Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, Zagreb, 2005
- [4] Haramina, T.: *Materijali II - Kompoziti*, ppt podloga za predavanje, FSB, Zagreb, 2020.
- [5] Hong SH, Chung KH. Effects of vacuum hot pressing parameters on the tensile properties and microstructures of SiC -2124 A1 composites. :6.
- [6] Ćorić, D.: *Posebni metalni materijali – III Dio*, (digitalni udžbenik), Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2017.
- [7] Šnajdar Musa, M. (2015). 'Razvoj titan-magnezij kompozita za biomedicinsku primjenu', [doktorski rad], Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, citirano: 18.09.2022., <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:178757>
- [8] Nallusamy S., Karthikeyan A., Analysis of Wear Resistance, Cracks and Hardness of Metal Matrix Composites with SiC Additives and Al₂O₃ as Reinforcement, Indian Journal of Science and Technology, Vol 9(35), DOI: 10.17485/ijst/2016/v9i35/100149, September 2016
- [9] Chang I., Zhao Y., *Advances in powder metallurgy*, Woodhead Publishing, 2013
- [10] Slokar LJ., *Metalurgija praha i sinter materijali*, 2015.
- [11] Seo Y.J., Yun K.D., Kim H.S., Park S.W.: Adaptability of zirconia core fabricated by cold isostatic pressing, J Korean Acad Prosthodont., Vol. 48, 143-150, 2010
- [12] Atkinson HV, Davies S. Fundamental aspects of hot isostatic pressing: An overview. Metall and Mat Trans A. 2000 Dec;31(12):2981–3000.
- [13] Hong SH, Chung KH. Effects of vacuum hot pressing parameters on the tensile properties and microstructures of SiC -2124 A1 composites. :6.
- [14] Clinktan R, Senthil V, Ramkumar KR, Sivasankaran S, Al-Mufadi FA. Influence of B₄C nanoparticles on mechanical behaviour of Silicon brass nanocomposite through mechanical alloying and hot pressing. Ceramics International. 2019 Oct;45(15):18691–700.

-
- [15] https://www.researchgate.net/figure/Spray-co-deposition-of-Sic-particles-and-Al-liquid-droplets-to-form-composite-particles_fig2_318452583, Pristupljeno: 15. studenog 2022.
- [16] Pradeep Devaneyan S., Senthilvelan T.. Electro Co-deposition and Characterization of SiC in Nickel Metal Matrix Composite Coatings on Aluminium 7075, Procedia Engineering, Volume 97, 2014, Pages 1496-1505
- [17] Pramod S.L., Bakshi Srinivasa R., Murty B.S.. Aluminum-Based Cast In Situ Composites: A Review, Journal of Materials Engineering and Performance volume 24, pages 2185–2207 (2015)