

# Poboljšanje svojstava kompozita na bazi aluminija i lebdećega pepela metodom kutnoga istiskivanja

---

Muslić, Merima

Doctoral thesis / Disertacija

2023

*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:235:349750>

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

*Download date / Datum preuzimanja:* **2025-03-04**

*Repository / Repozitorij:*

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





Sveučilište u Zagrebu

Fakultet strojarstva i brodogradnje

Merima Muslić

**POBOLJŠANJE SVOJSTAVA  
KOMPOZITA NA BAZI ALUMINIJA I  
LEBDEĆEGA PEPELA POSTUPKOM  
KUTNOGA ISTISKIVANJA**

DOKTORSKI RAD

Zagreb, 2023.



Sveučilište u Zagrebu

Fakultet strojarstva i brodogradnje

Merima Muslić

**POBOLJŠANJE SVOJSTAVA  
KOMPOZITA NA BAZI ALUMINIJA I  
LEBDEĆEGA PEPELA POSTUPKOM  
KUTNOGA ISTISKIVANJA**

DOKTORSKI RAD

Mentorice:

dr. sc. Vera Rede, red. prof.

dr. sc. Vesna Maksimović, znan. savj.

Zagreb, 2023.



University of Zagreb

Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture

Merima Muslić

**IMPROVEMENT OF AL-FLY ASH  
COMPOSITES CHARACTERISTICS BY  
EQUAL CHANNEL ANGULAR  
PRESSING**

DOCTORAL DISSERTATION

Supervisors:  
Prof. Vera Rede, PhD  
Scientific Adviser, Vesna Maksimović, PhD

Zagreb, 2023

## PODACI ZA BIBLIOGRAFSKU KARTICU

**UDK:**

**Ključne riječi:** kompoziti, lebdeći pepeo, lijevanje u poluskrućenom stanju, kutno kanalno istiskivanje, tvrdoća, erozija

**Znanstveno područje:** Tehničke znanosti

**Znanstveno polje:** Strojarsstvo

**Institucija u kojoj je rad izrađen:** Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje

**Mentorice rada:** Prof. dr. sc. Vera Rede  
dr. sc. Vesna Maksimović

**Broj stranica:** 166

**Broj tablica:** 16

**Broj slika:** 95

**Broj korištenih bibliografskih jedinica:** 115

**Datum obrane:** 13. studeni 2023. godine

**Povjerenstvo:** Prof. dr. sc. Zdenka Keran, predsjednica  
Prof. dr. sc. Lidija Ćurković, član  
Prof. dr. sc. Stanislav Kurajica, član  
(Sveučilište u Zagrebu, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije)

**Institucija u kojoj je rad pohranjen:** Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje  
Nacionalna i sveučilišna knjižnica u Zagrebu

## ZAHVALA

Želim prije svega zahvaliti svojim dvjema mentoricama prof. dr. sc. Veri Rede i dr. sc. Vesni Maksimović, znast. savj. na stručnom vođenju i potpori tijekom cijelog doktorskog studija. Doista sam od obje mnogo naučila, a bez nesebične podrške, koju su mi pružile u svim fazama rada, zasigurno ne bih uspjela.

Također zahvaljujem članovima povjerenstva prof. dr. sc. Zdenki Keran, prof. dr. sc. Lidiji Ćurković i prof. dr. sc. Juraju Šipušiću na korisnim primjedbama, sugestijama i savjetima s kojima se ovaj rad upotpunio i dobio svoj konačni oblik. Hvala na pedantnosti, ekspeditivnosti i uloženom trudu.

Posthumno zahvaljujem i kolegi dr. sc. Iliji Bobiću, pokojnom zaposleniku Instituta za nuklearne nauke „Vinča“ koji je izvršio lijevanja uzoraka, a preminuo je u srpnju 2020. godine.

Zahvaljujem i drugim kolegama koji su sudjelovali pri analizi uzoraka. Prije svega Damiru Doračiću iz Arheološkog muzeja u Zagrebu na provedenim dijelovima SEM/EDS analize i Luki Kurtalju, mag. ing. mech iz tvrtke Topomatika d.o.o. koji je radio kompjutorsku tomografiju pojedinih uzoraka. Hvala laborantu Ivanu Vovku, kolegi Draženu Mezdiću, mag. ing. mech. i prof. dr. sc. Suzani Jakovljević sa Zavoda za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje za pomoć u različitim fazama ispitivanja uzoraka. Hvala i kolegici Heleni Lukšić, mag.ing. mech. na čitanju i korekciji rada, kao i svim zaposlenicima FSB-a na ljubaznosti i profesionalnosti.

Zahvaljujem Odboru za poslijediplomske studije Fakulteta strojarstva i brodogradnje, koji mi je u više navrata dodijelio potporu iz Kompetitivnog fonda, kao i Federalnom ministarstvu obrazovanja i znanosti Bosne i Hercegovine na sufinanciranju troškova istraživanja. Posebna zahvala ide Institutu za nuklearne nauke „Vinča“ Univerziteta u Beogradu gdje je provedena priprava uzoraka, kao i analiza lebdećeg pepela.

Hvala svim članovima moje velike obitelji, a posebno suprugu Damiru i roditeljima Rozini i Šefiku na neizmjernom strpljenju i potpori tijekom studija. Rad posvećujem svojim sinovima Ismaru i Jasminu, neka im bude poticaj za cjeloživotno učenje i usavršavanje te da ne odustaju od svojih ciljeva.

## SAŽETAK

Sitne čestice lebdećeg pepela koje nastaju kao nusprodukt pri izgaranju ugljena u termoelektranama mogu negativno utjecati na zdravlje ljudi pa zbrinjavanje pepela predstavlja ozbiljan zdravstveni, ekološki i ekonomski problem. Jedan od načina rješavanja ovog problema je ugradnja čestica pepela u aluminijsku matricu čime se dobije uporabiv kompozitni materijal. U doktorskom radu istražena je mogućnost proizvodnje kompozita s matricom od Al-legure ojačanog sa što većim udjelom čestica lebdećeg pepela te mogućnost poboljšanja njegovih svojstava postupkom kutnoga kanalnoga istiskivanja. Metodom rendgenske difrakcijske analize određen je fazni sastav pepela, a metodom optičke emisijske spektrometrije s induktivno spregnutom plazmom njegov kemijski sastav. Morfološka analiza čestica pepela provedena je na elektronskom mikroskopu, a metodom difrakcije laserske svjetlosti određena je njihova veličina. Kako bi se čestice pepela što ravnomjernije umiješale u matricu, uzorci kompozita pripremljeni su postupkom lijevanja s miješanjem u poluskrućenom stanju, a zbog usporedbe, na isti način su reološki obrađene i legure. Odliceni su uzorci kompozita s matricom od aluminijskih legura oznake AlCu4Mg1 i AlSi7Mg0,3 s masenim udjelom od 4 % i 6 % lebdećega pepela. Čiste legure i kompoziti podvrgnuti su višestrukom broju prolaza kutnoga istiskivanja, sa zakretanjem oko uzdužne osi za 90° nakon svakog prolaza. Kompozit na bazi legure AlCu4Mg1 nije bio prikladan za kutno istiskivanje te se od njega odustalo, a uzorci legure AlSi7Mg0,3 te kompozita s 4 % i 6 % pepela uspješno su protisnuti do maksimalno tri puta. Na lijevanim i istisnutim uzorcima legure i kompozita analizirana je mikrostruktura, određena otpornost na eroziju krutim česticama pri upadnim kutovima od 30° i 90° te izmjerena tvrdoća pri različitim opterećenjima. Na temelju dobivenih rezultata vrednovan je utjecaj dodatka pepela i kutnoga kanalnoga istiskivanja na svojstva kompozita. Također je utvrđena korelacija između tvrdoće i otpornosti na erozijsko trošenje za oba upadna kuta erodenta, kao i utjecaj opterećenja na vrijednost mikrotvrdoće. Dobiveni rezultati potvrdili su hipotezu da se metodom kutnoga istiskivanja mogu poboljšati svojstva kompozita.

**Ključne riječi:** kompoziti, lebdeći pepeo, lijevanje u poluskrućenom stanju, kutno kanalno istiskivanje, tvrdoća, erozija

## EXTENDED SUMMARY

As a reinforcement in composites with an aluminium matrix, it is possible to incorporate particles of Fly Ash (FA), which is appearing as a side-product during the combustion of coal in thermal power plants. Small particles of fly ash can affect people's health, and its disposal represents a serious ecological and economic problem, which can be solved by finding opportunities for its useful application. The properties of the composite material can be further improved by intensive plastic deformation, such as that of Equal Channel Angular Pressing (ECAP). The main goal of the research was to produce a composite based on aluminium alloy reinforced with as much FA as possible, suitable for ECAP, and to improve its properties by applying this process.

The scientific research is presented through six chapters. In Chapter 1 of the doctoral dissertation, the motivation and main goals are given, as well as an explanation of the methods and research phases. The hypothesis was defined and given in this chapter also.

In the Chapter 2, an overview of the literature related to ALuminium + Fly Ash (ALFA) composites are given. The basic characteristics of the materials used for production of the composites are described: aluminium and its alloys (AlCu4Mg1 and AlSi7Mg0.3), as well as fly ash. Various methods for the preparation and characterization of ALFA composites are also described.

Chapter 3 describes the influence of plastic deformation on the change in the microstructure of the material. According to the available literature, the principle, and dynamics of the ECAP, as well as the influencing parameters of this process, are described in detail.

The fourth chapter provides theoretical considerations on tribology, a multidisciplinary scientific discipline that studies phenomena and processes on the surfaces of elements that are in direct or indirect contact and in relative motion. The basic principles of wear, especially solid particle erosion wear, are explained.

Chapters 5 and 6 are related to the experimental part of the work.

Materials and methods used in the research are described in Chapter 5. In this research, FA from the thermal power plant "Kolubara", Republic of Serbia, was used for the preparation of composites. FA was sieved ( $w = 45 \mu\text{m}$ ,  $d = 63 \mu\text{m}$ ) and only this fraction was characterized. The phase composition was determined by X-ray diffraction analysis (XRD), chemical composition by Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES), particle size by laser diffraction, and morphological analysis by Scanning Electron Microscope (SEM).



This chapter also describes the casting of composites in the semi-solid state and the ECAP of the samples. Composite samples with aluminium alloy matrices reinforced with 4 % FA and 6 % FA were cast. The composite AlCu4Mg1 + 4 % FA was not suitable for ECAP and was abandoned. The samples of AlSi7Mg0.3 alloy and composites with 4 % FA and 6 % FA were subjected to multiple passes of ECAP with rotation around the longitudinal axis by 90° after each pass (route B<sub>C</sub>). They have been successfully pressed a maximum of three times.

In the final phase, the samples were characterized. The microstructure, hardness and solid particle erosion resistance were analysed. The microstructure was analysed on an optical and scanning electron microscope, and when necessary, Energy Dispersive Spectroscopy (EDS analyse) and Computer Tomography (CT) were also used. The micro and macro hardness of the samples were tested using the Vickers method, from HV0.02 to HV1. Meyer's model was used to interpret the results of microhardness measurements. When solid particle erosion resistance was tested the impact angle of the particles was varied (30° and 90°), and silicon carbide (SiC) particles were used as erodent. Erosion resistance was determined based on volume loss  $\Delta V$ .

The obtained results are given and discussed in Chapter 6. The results of the FA characterization show that a used FA fraction consists of metal oxides such as SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and others in the amount of 95.8 %. Morphologically FA particles are mostly spheric and precipitator type. Approximately 90 % of all used FA particles are smaller than 68.3  $\mu\text{m}$ .

The microstructure of the cast alloy consists of primary ( $\alpha$ -Al) crystals and eutectic (Al-Si). Due to the applied casting process, dendritic formations of  $\alpha$ -crystals take the form of primary and mature rosettes, and spheroidal forms are also visible. Larger or smaller agglomerations of fly ash are present in the microstructure of the cast composite. About 1 % of pores were observed by CT analysis in the cast composite.

Applying the ECAP procedure causes the collapse of the rosettes, and FA is additionally distributed in the matrix. The material becomes homogenized and the pores disappear. After one ECAP pass CT scans show a certain orientation of the microstructure in the direction of the shear planes, while after the second pass, there is no difference in the CT scans in the horizontal and vertical planes.

The addition of fly ash particles reduces the hardness and resistance to erosion compared to the cast, rheologically treated alloy. ECAP increases the hardness of the alloy, and especially the hardness of the composite. After the second extrusion, the hardness of the alloy and composite is equal. With very high coefficients of determination ( $R^2 \approx 1$ ), a significant influence

of load on the measured values of microhardness of the samples was confirmed. The hardness of the alloy and composite with 6 % FA in the as-cast condition, decreases with the increase of the test load, which is defined as the normal Indentation Size Effect (ISE). Angularly extruded specimens have a Reverse Indentation Size Effect (RISE).

Applying ECAP generally increases solid particle erosion resistance. On the SEM images, signs of wear characteristic of certain impact erodent angles were observed. For an angle of 90°, cavities were observed due to the "falling out" of particles and slight indentations caused by plastic deformation, which indicates surface fatigue. For an angle of 30°, micro-ploughing, and volume displacement were observed in the direction of the erodent movement, which indicates an abrasive wear mechanism.

Linear regression analyses showed that there was a very strong negative linear relationship between hardness and volume loss at the solid particle erosion wear at an impact angle of 30°, where the dominant wear mechanism is abrasion. In the case of composites with 6 % FA, the mutual dependence of hardness and resistance to impact erosion was also established (impact 90°), while in the case of non-reinforced alloy and composites with 4 % FA, the observed values are not correlated.

Considering all the results, it can be concluded that the main goals of the work have been achieved and the hypothesis was confirmed. It is possible to prepare a composite with an aluminium matrix reinforced with FA and to improve its properties by multiple ECAP passes.

**Key words:** composites, fly ash, semi-solid casting, equal channel angular pressing, hardness, solid particle erosion resistance

## SADRŽAJ

PODACI ZA BIBLIOGRAFSKU KARTICU .....	I
ZAHVALA.....	II
SAŽETAK.....	III
EXTENDED SUMMARY .....	IV
SADRŽAJ .....	VII
POPIS TABLICA.....	IX
POPIS SLIKA .....	X
POPIS OZNAKA I MJERNIH JEDINICA .....	XIV
POPIS KEMIJSKIH SIMBOLA I FORMULA .....	XVI
POPIS KRATICA .....	XVIII
1. UVOD .....	1
1.1. Cilj i hipoteza istraživanja .....	4
2. KOMPOZITNI MATERIJALI S ALUMINIJSKOM MATRICOM I LEBDEĆIM PEPELOM KAO OJAČALOM – ALFA KOMPOZITI.....	6
2.1. Aluminij i njegove legure .....	6
2.1.1. Legure aluminija .....	7
2.2. Lebdeći pepeo.....	10
2.3. Kompoziti ALFA - pregled dosadašnjih istraživanja .....	14
2.3.1. Postupci dobivanja ALFA kompozita .....	15
2.3.1.1. Lijevanje s miješanjem .....	15
2.3.1.2. Lijevanje s miješanjem u poluskrućenom stanju .....	18
2.3.1.3. Lijevanje pod tlakom .....	19
2.3.1.4. Metode infiltracije.....	20
2.3.1.5. Metalurgija praha .....	20
2.3.2. Utjecaj dodatka lebdećega pepela na svojstva dobivenog kompozita.....	21
3. KUTNO KANALNO ISTISKIVANJE.....	26
3.1. Utjecaj plastične deformacije na promjenu mikrostrukture materijala .....	26
3.2. Princip i dinamika procesa kutnoga istiskivanja .....	28
3.3. Geometrija alata za kutno istiskivanje i deformacija materijala.....	29
3.4. Putanje obrade pri većem broju prolaza kutnoga istiskivanja .....	32
3.5. Ostali utjecajni parametri obrade kutnoga istiskivanja.....	34
3.5.1. Kontaktno trenje .....	34
3.5.2. Brzina pritiskivača.....	34
3.5.3. Radni tlak i sila istiskivanja .....	35

3.5.4.	Protutlak .....	37
3.5.5.	Radna temperatura.....	38
4.	TRIBOLOGIJA .....	39
4.1.	Definicija i osnovni pojmovi .....	39
4.2.	Mehanizmi trošenja .....	42
4.2.1.	Abrazija .....	42
4.2.2.	Adhezija .....	43
4.2.3.	Umor površine.....	43
4.2.4.	Tribokorozija.....	44
4.3.	Erozija krutim česticama .....	44
5.	EKSPERIMENTALNI DIO RADA .....	51
5.1.	Izbor polaznih materijala .....	51
5.1.1.	Materijal za matricu - legure aluminija .....	51
5.1.2.	Lebdeći pepeo .....	52
5.2.	Karakterizacija lebdećega pepela .....	52
5.2.1.	Rendgenska difrakcijska analiza lebdećeg pepela .....	52
5.2.2.	Optička emisijska spektrometrija s induktivno spregnutom plazmom .....	53
5.2.3.	Određivanje raspodjele veličine čestica .....	54
5.2.4.	Određivanje morfologije pepela.....	55
5.3.	Lijevanje kompozita .....	55
5.4.	Kutno kanalno istiskivanje .....	57
5.5.	Metode karakterizacije uzoraka.....	60
5.5.1.	Analiza mikrostrukture uzoraka .....	61
5.5.1.1.	Svjetlosni mikroskop .....	62
5.5.1.2.	Pretražni elektronski mikroskop .....	62
5.5.1.3.	Kompjutorizirana tomografija .....	63
5.5.2.	Određivanje tvrdoće uzoraka .....	63
5.5.2.1.	Mikrotvrdoća.....	65
5.5.2.2.	Makrotvrdoća .....	65
5.5.2.3.	Utjecaj opterećenja na tvrdoću i Meyerov zakon .....	65
5.5.3.	Ispitivanje triboloških svojstava.....	67
6.	REZULTATI I RASPRAVA .....	70

6.1.	Rezultati karakterizacije lebdećega pepela.....	70
6.1.1.	Fazni sastav .....	70
6.1.2.	Kemijski sastav .....	71
6.1.3.	Raspodjela veličine čestica.....	71
6.1.4.	Morfologija čestica lebdećeg pepela .....	73
6.2.	Rezultati lijevanja i kutnog istiskivanja kompozita.....	73
6.3.	Mikrostrukturna analiza.....	75
6.3.1.	Rezultati kompjuterske tomografije .....	82
6.4.	Ispitivanje tvrdoće po Vickersu .....	87
6.4.1.	Rezultati ispitivanja mikrotvrdoće i rasprava.....	87
6.4.1.1.	Meyer-ov zakon .....	91
6.4.2.	Ispitivanje makrotvrdoće.....	96
6.5.	Ispitivanje erozije krutim česticama .....	97
	ZAKLJUČAK .....	107
	LITERATURA.....	111
	PRILOG .....	122
	Raspodjele veličine čestica FA.....	122
	CT snimke pojedinih uzoraka.....	126
	SEM snimke erodiranih površina .....	157
	ŽIVOTOPIS .....	163
	BIOGRAPHY.....	164
	POPIS OBJAVLJENIH RADOVA .....	165

## POPIS TABLICA

Tablica 1	Fizikalna i mehanička svojstva aluminija [5,6,9].....	6
Tablica 2	Mehanička svojstva nekih Al materijala [9] .....	8
Tablica 3	Klasifikacija lebdećega pepela prema kemijskom sastavu [19].....	12
Tablica 4	Kemijski sastav legure AlCu4Mg1 .....	51
Tablica 5	Kemijski sastav legure AlSi7Mg0,3.....	52
Tablica 6	Maseni udio oksida u lebdećem pepelu, % .....	71
Tablica 7	Rezultati mjerenja raspodjele veličine čestica difrakcijom laserske svjetlosti ..	72
Tablica 8	Rezultati EDS analize.....	81
Tablica 9	Rezultati mjerenja mikrotvrdoće za leguru AlSi7Mg0,3 .....	87

Tablica 10	Rezultati mjerenja mikrotvrdoće za kompozit AlSi7Mg0,3 + 4 % FA.....	87
Tablica 11	Rezultati mjerenja mikrotvrdoće za kompozit AlSi7Mg0,3 + 6 % FA.....	88
Tablica 12	Rezultati mjerenja makrotvrdoće HV1 .....	96
Tablica 13	Rezultati erozijskog testa .....	97

## POPIS SLIKA

Slika 2.1	Povećanje čvrstoće: a) legiranjem s magnezijem i b) hladnom plastičnom deformacijom (Al 995 - aluminij 99,5 % čistoće, AlMg3/AlMg5-legure aluminija s 3 %, odnosno 5 % magnezija) [9] .....	7
Slika 2.2	Utjecaj temperature i vremena dozrijevanja na čvrstoću legure [5] .....	10
Slika 2.3	Deponij lebdećega pepela [62].....	11
Slika 2.4	Koliko duboko mogu prodrijeti čestice ovisno o njihovoj veličini [20].....	11
Slika 2.5	Osnovni tipovi čestica lebdećega pepela [14,65].....	13
Slika 2.6	Proizvodi MMC na aluminijskoj osnovi u automobilskoj industriji: a) klip, b) dio motora, c) klipnjača, d) kočioni sistemi [2,10].....	14
Slika 2.7	Princip dobivanja kompozita postupkom lijevanja s miješanjem ojačala [24].....	15
Slika 2.8	a) Miješanje lebdećega pepela u aluminijskoj matrici, b) lijevanje taline u kalup [18] .....	16
Slika 2.9	Dendritna struktura Al-legura a) razvoj dendritnih grana, b) iregularna dendritna struktura pri 50 % i 90 % kristalizirane taline [72] .....	16
Slika 2.10	Promjena mikrostrukture pri lijevanju u poluskrućenom stanju: a) početni fragment dendrita, b) dendrit, c) „primitivna“ rozeta, d) formirana rozeta, e) sferoidna čestica [67,77] .....	18
Slika 2.11	Tipična mikrostruktura legure AlSi7: a) lijevana u poluskrućenom stanju, b) lijevana klasičnim postupkom [77] .....	19
Slika 2.12	Mikrostruktura ALFA kompozita prije i nakon žarenja na 850 °C [65].....	25
Slika 3.1	Mikrostruktura legure AlSi7Mg0,3: a) lijevane, b) nakon istiskivanja [82].....	26
Slika 3.2	Mikrostruktura legure 2024 nakon hladnog valjanja s redukcijom poprečnog presjeka od: a) 20 %, b) 60 % i c) 80 % [83].....	27
Slika 3.3	Shematski prikaz kutnoga istiskivanja a) bez protutlaka, b) s protutlakom .....	29
Slika 3.4	Heterogenost deformacija pri procesu kutnoga istiskivanja [38] .....	30
Slika 3.5	Utjecaj kuta $\Phi$ na idealni proces istiskivanja ( $\mu = 0$ ): a) $\Phi < 90^\circ$ , b) $\Phi > 90^\circ$ [37] ..	30

Slika 3.6	Zone smicanja u procesu kutnoga istiskivanja: a) idealan slučaj $\mu = 0$ , b) oštar prijelaz između kanala i $\mu > 0$ , c) zaobljen prijelaz između kanala i $\mu > 0$ [37]...	31
Slika 3.7	Četiri osnovne putanje kod kutnoga istiskivanja [38–42,85].....	32
Slika 3.8	Ravnine smicanja za različite putanje u procesu kutnoga istiskivanja .....	33
Slika 3.9	Eksperimentalni dijagrami „sila - pomak pritiskivača“ [88] .....	36
Slika 3.10	Utjecaj promjera radnog komada i kuta $\Phi$ na teorijsku silu istiskivanja [88].....	36
Slika 3.11	Utjecaj trenja na silu istiskivanja i potrošnju energije tijekom procesa kutnoga istiskivanja [88] .....	37
Slika 4.1	Karakteristične fizikalne veličine trenja klizanja.....	39
Slika 4.2	Prikaz presjeka površinskog sloja materijala [58,59,94] .....	40
Slika 4.3	Morfologija dodirnih površina [59] .....	40
Slika 4.4	Međudjelovanje dvaju materijala pri kontaktu [58,59,94].....	41
Slika 4.5	Smicanje mikrozavara [59,94] .....	41
Slika 4.6	Mehanizmi trošenja: a) abrazija, b) adhezija [58] .....	43
Slika 4.7	Mehanizmi trošenja a) umor površine, b) tribokorozija [58].....	43
Slika 4.8	Erozija krutim česticama pri malom upadnom kutu erodenta [50].....	45
Slika 4.9	Erozija krutim česticama pri upadnom kutu erodenta od $90^\circ$ [50] .....	46
Slika 4.10	Utjecaj upadnog kuta čestica erodenta na erozijsko trošenje materijala [58].....	46
Slika 4.11	Deformacija površine materijala: a) duktilnih, b) krhkih .....	47
Slika 4.12	Oštećenje površine uslijed erozije krutim česticama [96] .....	48
Slika 4.13	Tragovi abrazijskog trošenja za ugljični čelik, upadni kut $\alpha$ i brzina $v_0$ .....	49
Slika 4.14	Tragovi udarnog trošenja $\alpha = 90^\circ$ : a) kobalt, $v_0 = 80$ m/s, b) volfram, $v_0 = 80$ m/s, c) volfram karbid $v_0 = 225$ m/s, d) ugljični čelik $v_0 = 50$ m/s, e) ugljični čelik $v_0 = 225$ m/s [49] .....	50
Slika 4.15	Čestice ugrađene u površinu čelika: a) X5CrNi18-10, $\alpha = 90^\circ$ , b) 42CrMo4, $\alpha = 30$ [96].....	50
Slika 5.1	Shematski prikaz rendgenske difrakcijske analize [104].....	53
Slika 5.2	Shematski prikaz ICP-OES metode ispitivanja [105].....	54
Slika 5.3	Uređaj za određivanje raspodjele veličine čestica A22 NanoTech plus .....	54
Slika 5.4	Elektronski mikroskop SEM JOEL JSM-5800 LV .....	55
Slika 5.5	Oprema za lijevanje: a) opći prikaz: 1 - keramički lonac s električnim grijačima i termoizolacijom, 2 - ljevački lonac, 3 - prihvatnica za ljevački lonac, 4 - miješalica s lopaticom, 5 - osovina miješalice, 6 - upravljački ormar; b) detalji keramičkog	

	lonca i temperaturni senzor; c) električna peć korištena za predgrijavanje kokile i lebdećega pepela.....	56
Slika 5.6	a) Kokila i b) odljevak legure AlSi7Mg0,3 s 4 % lebdećega pepela .....	57
Slika 5.7	Oprema za kutno istiskivanje: a) hidraulička preša, b) alat na preši .....	58
Slika 5.8	Konstrukcija i izrada alata: a) montažna shema, b) unutarnje ploče .....	59
Slika 5.9	Uzorci kompozita pripremljeni za kutno istiskivanje .....	60
Slika 5.10	Uzorci pripremljeni za karakterizaciju .....	61
Slika 5.11	a) Uređaj za brušenje, b) Uređaj za poliranje .....	61
Slika 5.12	a) Optički mikroskop Olympus GX51 .....	62
Slika 5.13	Pretražni elektronski mikroskop SEM Tescan Vega TS5136MM.....	63
Slika 5.14	Mjerenje tvrdoće po Vickersu .....	64
Slika 5.15	Tvrdomjer ZHV $\mu$ -ST (Zwick/Roell/Indentec) .....	65
Slika 5.16	Ovisnost mikrotvrdoće o opterećenju indentora [107,108].....	67
Slika 5.17	Uređaj za ispitivanje erozijom krutim česticama .....	68
Slika 5.18	SEM snimka čestica silicijevog karbida [97] .....	68
Slika 6.1	Difraktogram korištenog lebdećega pepela .....	70
Slika 6.2	Raspodjela veličine čestica korištenog lebdećega pepela.....	72
Slika 6.3	SEM snimke čestica korištenog pepela.....	73
Slika 6.4	Kompoziti s 4 % FA s različitim matricama: a) AlSi7Mg0,3 i b) AlCu4Mg1 nakon jednog prolaza kutnoga istiskivanja .....	74
Slika 6.5	Kompozit nakon kutnoga istiskivanja: a) 1 $\times$ istisnut b), 2 $\times$ istisnut, c) 3 $\times$ istisnut... ..	75
Slika 6.6	Mikrostruktura reološki obrađene legure AlSi7Mg0,3 u lijevanom stanju .....	76
Slika 6.7	Mikrostruktura legure AlSi7Mg0,3 a) lijevano stanje, b) 1 $\times$ istisnuto, c) 2 $\times$ istisnuto, d) 3 $\times$ istisnuto .....	77
Slika 6.8	SEM snimka legure AlSi7Mg0,3 i EDS analiza točke 1 .....	77
Slika 6.9	EDS mapiranje elemenata površine .....	78
Slika 6.10	Mikrostruktura kompozita AlSi7Mg0,3 + 4 % FA: a) lijevano stanje, b) 1 $\times$ istisnuto, c) 2 $\times$ istisnuto .....	79
Slika 6.11	Mikrostruktura kompozita AlSi7Mg0,3 + 6 % FA: a) lijevano stanje, b) 1 $\times$ istisnuto, c) 2 $\times$ istisnuto, d) 3 $\times$ istisnuto .....	79
Slika 6.12	SEM snimka kompozita AlSi7Mg0,3 + 4 % FA: a) aglomeracija FA prije plastične deformacije, b) nakon dva prolaza kutnoga istiskivanja .....	80
Slika 6.13	Usporedni spektri s naznačenih ciljanih područja.....	81



Slika 6.14	CT snimka kompozita u lijevanom stanju - horizontalni presjek.....	82
Slika 6.15	CT snimka kompozita u lijevanom stanju - vertikalni presjek.....	83
Slika 6.16	CT snimka kompozita, 1× istisnuto - horizontalni presjek .....	83
Slika 6.17	CT snimka kompozita, 1× istisnuto - vertikalni presjek .....	84
Slika 6.18	CT snimka kompozita, 2× istisnuto - horizontalni presjek .....	85
Slika 6.19	CT snimka kompozita, 2× istisnuto - vertikalni presjek .....	85
Slika 6.20	CT snimka kompozita, 3× istisnuto - horizontalni presjek .....	86
Slika 6.21	CT snimka kompozita, 3× istisnuto - vertikalni presjek .....	86
Slika 6.22	Utjecaj stupnja deformacije na mikrotvrdoću legure AlSi7Mg0,3 .....	89
Slika 6.23	Utjecaj stupnja deformacije na mikrotvrdoću kompozita AlSi7Mg0,3 + 4 % FA... .....	90
Slika 6.24	Utjecaj stupnja deformacije na tvrdoću kompozita AlSi7Mg0,3 + 6 % FA .....	91
Slika 6.25	Vrijednosti mikrotvrdoće u ovisnosti o opterećenju i grafički prikaz ovisnosti $\log F$ o $\log d$ prema Meyerovom zakonu za leguru AlSi7Mg0,3 .....	93
Slika 6.26	Vrijednosti mikrotvrdoće u ovisnosti o opterećenju i grafički prikaz ovisnosti $\log F$ o $\log d$ prema Meyerovom zakonu za kompozit AlSi7Mg0,3 + 4 % FA .....	94
Slika 6.27	Vrijednosti mikrotvrdoće u ovisnosti o opterećenju i grafički prikaz ovisnosti $\log F$ o $\log d$ prema Meyerovom zakonu za kompozit AlSi7Mg0,3 + 6 % FA .....	95
Slika 6.28	Utjecaj stupnja deformacije na vrijednosti tvrdoće HV1 .....	96
Slika 6.29	Utjecaj stupnja deformacije i udjela FA na gubitak volumena pri erozijskom trošenju krutim česticama za upadni kut: a) 90° i b) 30° .....	98
Slika 6.30	Morfologija površine legure AlSi7Mg0,3 u lijevanom stanju, upadni kut 90°...	100
Slika 6.31	Morfologija površine legure AlSi7Mg0,3 a) 1× istisnute i b) 2× istisnute, kut 90°.. .....	100
Slika 6.32	Morfologija površine kompozita AlSi7Mg0,3 + 4 % FA, 1× istisnuto, kut 90° .	101
Slika 6.33	Morfologija površine kompozita AlSi7Mg0,3 + 6 % FA, 2× istisnuto, kut 90° .	101
Slika 6.34	Morfologija površine legure AlSi7Mg0,3 u lijevanom stanju, upadni kut 30°...	102
Slika 6.35	Morfologija površine kompozita AlSi7Mg0,3 + 4 % FA, 2× istisnuto, kut 30° .	103
Slika 6.36	Morfologija površine kompozita AlSi7Mg0,3 + 6 % FA, 2× istisnuto, kut 30° .	103
Slika 6.37	Morfologija površine kompozita AlSi7Mg0,3 + 6 % FA, 3× istisnuto, kut 30° .	104
Slika 6.38	Utjecaj tvrdoće na erozijsko trošenje pod upadnim kutom erodenta od 90°.....	105
Slika 6.39	Utjecaj tvrdoće na erozijsko trošenje pod upadnim kutom erodenta od 30°.....	106

## POPIS OZNAKA I MJERNIH JEDINICA

### LATINIČNE OZNAKE

OZNAKA	MJERNA JEDINICA	ZNAČENJE
A, B <sub>A</sub> , B <sub>C</sub> , C	-	putanje kutnoga istiskivanja
A <sub>g</sub>	mm <sup>2</sup>	geometrijska dodirna površina
A <sub>i</sub>	mm <sup>2</sup>	stvarna dodirna površina između vrhova neravnina
ALFA	-	kompoziti na bazi aluminijske i lebdjećeg pepela
A <sub>s</sub>	mm <sup>2</sup>	stvarna dodirna površina
<i>d</i>	nm	razmak između atoma
<i>d</i>	μm	srednja vrijednost dijagonale otiska indentora pri mjerenju Vickersove tvrdoće
<i>d</i>	μm	dijagonala kvadratnog otvora sita
<i>d</i> <sub>1</sub> , <i>d</i> <sub>2</sub>	μm	dijagonale otiska indentora pri mjerenju Vickersove tvrdoće
<i>F</i> , <i>F</i> <sub>max</sub>	kN	sila, maksimalna sila
<i>F</i> <sub>n</sub>	N	normalna sila
<i>F</i> <sub>p</sub>	kN	sila protutiskača
<i>F</i> <sub>t</sub>	N	sila trenja
HV, HB, HRB	-	Vickersova, Brinellova, Rockwellova B tvrdoća
<i>k</i>	-	geometrijska konstanta za Vickersov test
<i>K</i>	N/mm <sup>-n</sup>	konstanta materijala/indentora
<i>L</i>	mm	duljina radnog komada
<i>M</i>	Nm	moment savijanja
<i>N</i>	-	broj prolaza kutnoga istiskivanja
<i>n</i>	-	red difrakcije
<i>n</i>	-	Meyerov indeks
PM	μm	veličina čestica, engl. <i>Particulate Matter</i>
Q <sub>3</sub> ( <i>x</i> )	%	udio čestica promjera manjeg od <i>x</i>
<i>R</i>	-	koeficijent korelacije

$R^2$	-	koeficijent determinacije
$R_m$	MPa	vlačna čvrstoća
$R_{p0,2}$	MPa	granica razvlačenja
$T$	N, kN	vlačna sila
$v_0$	m/s	brzina upada krutih čestica
$w$	$\mu\text{m}$	dužina stranice kvadratnog otvora sita
$w_{FA}$	%	maseni udio lebdećega pepela
$w_L$	%	maseni udio legure
$x$	$\mu\text{m}$	veličina (promjer) čestica
$\bar{x}$		aritmetička sredina mjerenja
$x_{\min}, x_{\max}$		minimalna i maksimalna izmjerena vrijednost
$\Delta m$	gr	gubitak mase pri erozijskom testu
$\Delta V$	$\text{cm}^3$	gubitak volumena pri erozijskom testu

## GRČKE OZNAKE

OZNAKA	MJERNA JEDINICA	ZNAČENJE OZNAKA
$\rho$	$\text{kg/m}^3, \text{g/cm}^3$	gustoća
$\rho_L$	$\text{kg/m}^3, \text{g/cm}^3$	gustoća legure
$\rho_K$	$\text{kg/m}^3, \text{g/cm}^3$	gustoća kompozita
$\rho_{FA}$	$\text{kg/m}^3, \text{g/cm}^3$	gustoća lebdećega pepela
$\sigma$	MPa, $\text{N/mm}^2$	mehanički napon
$\varepsilon$	-	dilatacija
$\Phi$	°	kut između kanala alata za kutno istiskivanje (unutarnji kut)
$\psi$	°	kut zone smicanja (vanjski kut)
$\gamma$	-	deformacija smicanja
$\varepsilon_{eq}$	-	efektivna (ekvivalentna) plastična deformacija
$\mu$	-	koeficijent trenja klizanja
$\alpha$	°	kut upada čestica erodenta
$\theta$	°	kut upada rendgenskih zraka
$\lambda$	nm	valna duljina upadnih X zraka

## POPIS KEMIJSKIH SIMBOLA I FORMULA

OZNAKA	ZNAČENJE
Ag	srebro
Al	aluminij
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	aluminijev oksid, glinica
As	arsen
B	bor
B <sub>4</sub> C	borov karbid
Ba	barij
Be	berilij
C	ugljik
Ca	kalcij
CaAl <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>8</sub>	kalcijev aluminosilikat
CaCO <sub>3</sub>	kalcijev karbonat
CaO	kalcijev oksid
Cd	kadmij
Co	kobalt
Cr	krom
Cu	bakar
Fe	željezo
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	željezov (III) oksid, hematit
Ge	germanij
Hg	živa
K	kalij
K <sub>2</sub> O	kalijev oksid
Li	litij
Mg	magnezij
Mg <sub>2</sub> Si	magnezijev silicid
MgO	magnezijev oksid
Mn	mangan
Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	manganov (III) oksid
MnO	manganov oksid
Mo	molibden

$\text{Na}_2\text{CO}_3$	natrijev karbonat
$\text{Na}_2\text{O}$	natrijev oksid
Ni	nikal
O	kisik
$\text{P}_2\text{O}_5$	olovo oksid
Pb	olovo
Rb	rubidij
S	sumpor
Sb	antimon
Se	selen
Si	silicij
$\text{Si}_3\text{N}_4$	silicijev nitrid
SiC	silicijev karbid
$\text{SiO}_2$	silicijev dioksid, kvarc
Sn	kostar
$\text{SO}_3$	sumporov oksid
Sr	stroncij
Th	torij
Ti	titanij
$\text{TiO}_2$	titanijev dioksid
U	uranij
V	vanadij
WC	volfram karbid
Zn	cink
Zr	cirkonij

## POPIS KRATICA

KRATICA	ZNAČENJE
Al-	alumijski
ALFA	kompoziti na bazi aluminija i lebdećega pepela
BP	protutlak, povratni tlak, engl. <i>Back Pressure</i>
CT	kompjuterizirana tomografija, engl. <i>Computed Tomography</i>
(č)	čestica
DMZ	mrtva zona materijala, engl. <i>Dead Material Zone</i>
ECAP / ECAE	Kutno kanalno prešanje / istiskivanje, engl. <i>Equal Channel Angular Pressing / Equal Channel Angular Extrusion</i>
EDS	energijski razlučujuća rendgenska spektroskopija, engl. <i>Energy Dispersive X-ray Spectroscopy</i>
FA	lebdeći pepeo, engl. <i>Fly Ash</i>
HPT	kompresija visokim tlakom s rotacijom, engl. <i>High-Pressure Torsion</i>
ICP-OES	optička emisijska spektrometrija s induktivno spregnutom plazmom, engl. <i>Inductively Coupled Plasma - Optical Emission spectroscopy</i>
ISE	normalni utjecaj opterećenja na mikrotvrdoću, engl. <i>Indentation Size Effect</i>
LOI	gubitak materijala žarenjem, engl. <i>Loss of Ignition</i>
MMC	kompozitni materijali s metalnom matricom, engl. <i>Metal Matrix Composites</i>
PM	metalurgija praha engl. <i>Powder Metallurgy</i>
PR	primitivne rozete
RISE	obrnut utjecaj opterećenja na mikrotvrdoću, engl. <i>Reverse Indentation Size Effect</i>
S	sferoid
SD	standardna devijacija
SEM	pretražni elektronski mikroskop, engl. <i>Scanning Electron Microscope</i>
SPD	značajna plastična deformacija, engl. <i>Severe Plastic Deformation</i>
SPE	erozija krutim česticama, engl. <i>Solid Particle Erosion</i>
XRD	rendgenska difrakcija, engl. <i>X-ray Diffraction</i>
ZR	zrele rozete

## 1. UVOD

Usavršavanje postojećih, odnosno razvoj novih tehničkih materijala, neiscrpan je predmet istraživanja mnogih znanstvenika, gdje se inovativnost može odnositi na cijeli niz utjecajnih faktora počevši od uporabljenih sirovina, tehnoloških parametara u primarnom dobivanju materijala do parametara naknadnih tehnoloških obrada. Pri tome posebno značajno područje jesu kompozitni materijali koji predstavljaju kombinaciju dvaju (ili više) materijala, gdje je osnovni materijal matrica, a dodatni materijal predstavlja ojačalo. Prilikom kreiranja kompozitnih materijala kao matrica često se koriste metalni materijali. Kompozitni materijali s metalnom matricom (engl. *Metal Matrix Composites* – MMC) imaju značajno drugačija svojstva od svojih komponenti. Uobičajeno su lakši od matrice, otporni na koroziju i trošenje, sa zadovoljavajućom čvrstoćom i tvrdoćom. Dodavanjem ojačala u matricu moguće je kreirati kompozitni materijal s poboljšanim svojstvima i/ili nižom cijenom, ovisno o budućoj primjeni. Kako postoje velike mogućnosti kombiniranja različitih metala i njihovih legura s različitim ojačalima, kompozitni materijali predstavljaju vrlo široko područje za istraživanje, a istodobno imaju i praktičnu primjenu u različitim granama industrije. Kompoziti s metalnom matricom razvijani su još od 70-ih godina prošlog stoljeća radi primjene u automobilske industriji, gdje u serijsku proizvodnju ulaze nakon desetak godina [1–3]. Od tada postupno osvajaju različita tržišta pa se danas proučava i njihova primjena kao biomaterijala. Tako kompoziti na osnovi magnezija i njegovih legura mogu biti primijenjeni u ortopediji kao supstrat za implantaciju kostiju [4].

Zbog svojih dobrih tehnoloških i drugih svojstava aluminij i njegove legure su izrazito atraktivni kao matrica u kompozitnim materijalima. Niska gustoća, dobra mehanička svojstva te toplinska i električna vodljivost, dovele su do široke primjene aluminija i njegovih legura u različitim industrijskim područjima od automobilske, vojne i zrakoplovne industrije do dijelova u kućanskim aparatima, informatičkoj, sportskoj, audio i vizualnoj opremi, kao i drugim proizvodima. Obzirom na način proizvodnje, aluminij dobiven iz rude boksita uvijek sadrži određeni udio nečistoća, odnosno potpuno čisti aluminij se većinom primjenjuje u laboratorijske svrhe. Nelegirani aluminij je materijal s relativno niskom čvrstoćom te ga je potrebno ojačati da bi bio praktično primjenljiv. Ojačavanje aluminija može se postići legiranjem i plastičnom deformacijom, a neke legure aluminija moguće je očvrnuti toplinskom obradom. Kao legirajući elementi, ovisno o svojstvima koja želimo postići, u aluminij se dodaju: magnezij (Mg), silicij (Si), mangan (Mn), bakar (Cu) i cink (Zn), pojedinačno ili u različitim kombinacijama. Aluminijske legure se obično klasificiraju prema postupku

proizvodnje na lijevane i gnječene te na toplinski tretirane i netretirane. Prilikom izbora materijala za matricu kompozita, osim osnovnih svojstava Al-legure, također su važni dostupnost i cijena iste [5–9].

Kompoziti s aluminijskom matricom su prikladni za inženjersku primjenu prvenstveno zbog dobrog omjera čvrstoće i gustoće. Za postizanje željenih svojstava kao što su visoka tvrdoća, čvrstoća i krutost te visoka otpornost na trošenje i koroziju, matrica na osnovi Al ili Al-legure dodatno se ojačava različitim metalnim i nemetalnim česticama. Kao ojačala u uporabi su karbidi ili oksidi poput SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> te grafit, ali se koriste i otpadni materijali iz drugih tehnoloških procesa kao što su lebdeći pepeo (engl. *Fly Ash* – FA), pepeo ljuskica riže, crveni mulj i drugo [10–19].

Lebdeći pepeo je glavni nusprodukt izgaranja ugljena u termoelektranama i sakuplja se u filterima dimnih plinova. Svojstva i sastav lebdećeg pepela variraju ovisno o podrijetlu i vrsti ugljena koji sagorijeva, ali se općenito može reći da je to materijal niske gustoće sastavljen uglavnom od metalnih i drugih oksida. Zbog malog promjera čestica od 1 do 250 mikrometara, kao i samog kemijskog sastava, lebdeći pepeo može dovesti do zagađenja zraka i problema s dišnim organima ljudi i životinja te do zagađenja tla na odlagalištima, a posredno i vodotoka u blizini odlagališta. Godišnje se u svijetu proizvede oko 370 milijuna tona lebdećeg pepela [20–23]. Stoga njegovo zbrinjavanje predstavlja ozbiljan ekološki i ekonomski problem. Zbog svega navedenog te zbog činjenice da se radi o jeftinom materijalu, dostupnom u velikim količinama, odlučeno je da kompozit na osnovi aluminijske matricije s lebdećim pepelom kao ojačalom, bude ispitni materijal u ovom radu.

Za dobivanje kompozita na osnovi aluminijske matricije i lebdećeg pepela uobičajeno se koriste postupci lijevanja [24,25], ali moguće ih je dobiti i drugim postupcima kao što je konsolidacija praha [25]. U literaturi je opisana i tehnologija izrade pjenastih materijala s lebdećim pepelom, gdje su se čestice pepela fino inkorporirale u zid kompozitne pjene i poboljšale strukturu [26]. Dodavanjem lebdećeg pepela kao ojačala u kompozit s aluminijskom matricom mogu se poboljšati čvrstoća i tvrdoća te otpornost prema trošenju dok se istodobno smanjuje gustoća materijala [14,18,19,26–32].

Ovako pripremljen kompozit može se dodatno poboljšati primjenom značajne plastične deformacije. Izlaganjem materijala plastičnoj deformaciji dolazi do promjena u mikrostrukturi. Ove promjene uobičajeno dovode do očvršćivanja materijala, smanjenja poroznosti, povećanja tvrdoće i slično [33–36]. Kao jedan od nedovoljno istraženih postupaka obrade plastičnom deformacijom pojavljuje se proces kutnoga kanalnoga istiskivanja (engl. *Equal Channel Angular Pressing* – ECAP ili *Equal Channel Angular Extrusion* – ECAE) [37–47].



U ovom procesu materijal se protiskuje kroz kalup koji ima oblik dvaju kanala postavljenih pod određenim kutom. Uslijed ovakvog oblika alata tijekom kutnoga istiskivanja dolazi do promjene smjera kretanja materijala odnosno do pojave intenzivnih sila smicanja i trenja. Složeno stanje deformacija i naprezanja u konačnici dovodi do promjene mikrostrukture te svojstava obrađivanog materijala. Zbog trenja dolazi do zagrijavanja materijala zbog čega se kutno istiskivanje može primijeniti i za konsolidaciju praha [45–47].

Cijeli je niz utjecajnih parametra procesa kutnog istiskivanja [37–47]:

- geometrija alata - oblik poprečnog presjeka kanala, kut pod kojim se nalaze kanali i sl.
- fizikalni parametri pokretnog dijela alata - tlak i brzina istiskivanja
- temperatura istiskivanja - sobna ili povišena (kad mora postojati mjerenje i kontrola)
- tip uporabljenog maziva - mast, ulje ili nešto drugo
- primjena protutlaka (engl. *Back Pressure* – BP) kojim se materijal usporava kako bi se poboljšala dinamika procesa
- višestruko istiskivanje materijala s rotacijom ili bez rotacije između prolaza.

Sve navedeno također nudi dosta prostora za istraživanje.

Nakon sinteze novog kompozitnog materijala kao i nakon njegove naknadne obrade potrebno je provesti ispitivanje svojstava važnih za buduću primjenu. U tom pogledu, jedna od važnijih neželjenih pojava u eksploataciji je trošenje materijala, koja rezultira čestom zamjenom dijelova. Trošenje materijala može biti izazvano tribološkim, kemijskim i kombiniranim utjecajima. Predmet proučavanja su različiti mehanizmi i tipovi trošenja: abrazija, adhezija, umor površine, erozija, kavitacija i drugi [10,31,40,48–59].

Jedan od tipičnih slučajeva trošenja materijala je erozija krutim česticama. Ovakvo trošenje javlja se u sustavima gdje sitne čestice tvrdog materijala, nošene uljem za podmazivanje ili nekim drugim medijem, udaraju u površinu i odnose osnovni, mekši materijal. Prisutni medij može promijeniti brzinu i smjer krutih čestica te izazvati različite mehanizme trošenja. Kut pod kojim krute čestice udaraju o površinu osnovnog materijala je najvažniji parametar koji utječe na dominantni mehanizam trošenja. Pri nižim vrijednostima upadnog kuta ( $0^\circ - 30^\circ$ ) dolazi do mikro-rezanja ili brazdanja materijala što odgovara abrazivnom trošenju. Kod viših vrijednosti upadnog kuta krute čestice izazivaju pojavu kratera i „ispadanje“ čestica gdje je dominantni mehanizam trošenja umor površine osnovnog materijala. Ovisno o tvrdoći i drugim svojstvima materijala, kao i eksploatacijskim uvjetima, otpornost na trošenje uslijed erozije krutim česticama bit će različita. Stoga je potrebno ispitati opisane pojave i svojstva novog materijala, kao i kvantificirati utjecaj pojedinih parametra [49–60].

## 1.1. Cilj i hipoteza istraživanja

Cilj rada je postupkom lijevanja proizvesti kompozitni materijal na osnovi aluminija sa što većim udjelom lebdećega pepela, prikladan za proces kutnoga kanalnoga istiskivanja. Navedenim postupkom uslijed značajne plastične deformacije moguće je poboljšati svojstva kompozita primarno dobivenog lijevanjem. Provedbom odgovarajućih ispitivanja kvantificirat će se utjecaj lebdećeg pepela i stupnja deformacije na fizikalna, mehanička i tribološka svojstva kompozita te usporediti s osnovnim materijalom. Iz navedenog proizlazi hipoteza istraživanja: ***Primjenom kutnoga istiskivanja moguće je poboljšati fizikalna, mehanička i tribološka svojstva kompozita na osnovi aluminija i lebdećega pepela, primarno dobivenoga lijevanjem.***

U svrhu potvrde hipoteze i ostvarenja specifičnih ciljeva istraživanje je provedeno po slijedećim fazama:

- U prvoj fazi istraživanja definiran je sastav kompozita na osnovi aluminijske legure sa što većim udjelom lebdećega pepela, prikladan za kutno istiskivanje. Lebdeći pepeo, koji je korišten za proizvodnju kompozita, porijeklom je iz Termoelektrane „Kolubara“, Srbija. Kako svojstva pepela utječu na svojstva dobivenog kompozita određen je kemijski i mineraloški sastav te morfološka struktura lebdećega pepela. Prilikom izbora aluminijske legure za matricu kompozita, osim o svojstvima, vodilo se računa i o njezinoj dostupnosti. Nakon šire analize izabrane su dvije aluminijske legure oznaka EN AW-2024 (AlCu4Mg1) i EN AC-42100 (AlSi7Mg0,3) koje su korištene za lijevanje kompozita. Legura AlCu4Mg1 je prema nomenklaturi namijenjena obradi plastičnom deformacijom i izabrana je zbog naknadne obrade kutnim istiskivanjem, dok je legura AlSi7Mg0,3 namijenjena za lijevanje. Uspješno su izliveni uzorci s masenim udjelom lebdećega pepela od 4 % i 6 % postupkom lijevanja u poluskrućenom stanju. Lijevanje uzoraka i sva navedena ispitivanja provedena su u Institutu za nuklearne nauke „Vinča“ - Institut od nacionalnog značaja za Republiku Srbiju, Univerzitet u Beogradu.
- U drugoj fazi, dobiveni uzorci kompozita izrezani su na odgovarajuće dimenzije i podvrgnuti kutnome kanalnome istiskivanju. Radi usporedbe svojstava na isti način je obrađena i osnovna legura. Uspješno je provedeno kutno kanalno istiskivanje u maksimalno tri prolaza kompozita s legurom AlSi7Mg0,3 kao matricom, dok su se kompoziti s legurom AlCu4Mg1 pokazali neprikladnim za ovaj postupak obrade deformacijom. Nakon svakog prolaza uzorci su rotirani oko svoje osi za 90°. Ova ruta, oznake B<sub>C</sub>, pokazala se najefikasnijom u pogledu izjednačavanja mikrostrukture [39,40]. Tijekom postupka kutnoga kanalnoga istiskivanja parametri obrade bili su jednaki za sve

uzorke. Ispitivanje je provedeno na sobnoj temperaturi, s konstantnim radnim tlakom i brzinom ispod 0,02 m/s, dok je kao mazivo korišten molibdenov disulfid.

- U trećoj fazi istraživanja svim uzorcima analizirana je mikrostruktura, izmjerena makrotvrdoća i mikrotvrdoća te provedeno ispitivanje otpornosti na eroziju krutim česticama. Mikrostruktura uzoraka kompozita analizirana je svjetlosnim i pretražnim elektronskim mikroskopom (engl. *Scanning Electron Microscope* – SEM). Na temelju SEM-analize morfologije površine prije i nakon erodiranja pod različitim kutom zaključivalo se o dominantnom mehanizmu trošenja. Tvrdoća je mjerena metodom po Vickersu pri različitim opterećenjima, od HV0,02 do HV1. Za interpretaciju rezultata mjerenja mikrotvrdoće koristio se Meyerov model. Pri ispitivanju otpornosti na eroziju krutim česticama variran je upadni kut čestica (30° i 90°), a erodent su bile čestice silicijevog karbida (SiC). Trajanje erodiranja bilo je jednako za sve uzorke i iznosilo je 13,89 min ili 20000 udaraca. Vrednovanje rezultata provedeno je mjerenjem mase prije i nakon erodiranja te preračunavanjem gubitka mase u gubitak volumena. Navedena ispitivanja druge i treće faze provedena su u laboratorijima Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu, a dijelom i u Arheološkom muzeju u Zagrebu, Republika Hrvatska. Također je provedeno radiološko snimanje pojedinih uzoraka kompjutoriziranom tomografijom (engl. *Computed Tomography* – CT) u svrhu ispitivanja homogenosti i poroznosti materijala. Ova ispitivanja provedena su u poduzeću Topomatika d.o.o. u Svetoj Nedelji, koje se bavi preciznim mjeriteljstvom.

Na temelju dobivenih rezultata doneseni su zaključci o fizikalnim, mehaničkim i tribološkim svojstvima kompozita te određeni budući pravci istraživanja.

## 2. KOMPOZITNI MATERIJALI S ALUMINIJSKOM MATRICOM I LEBDEĆIM PEPELOM KAO OJAČALOM – ALFA KOMPOZITI

### 2.1. Aluminij i njegove legure

Aluminij (Al) je metal široko rasprostranjen u Zemljinoj kori, gdje se procjenjuje da ga ima oko 8 %. Za dobivanje aluminija najviše se koristi ruda boksit. Boksit je heterogena ruda koja se uglavnom sastoji od jednog ili više aluminijevih hidroksida, a također se u smjesi mogu naći silicijev dioksid, željezni oksidi i aluminosilikati. Zbog svojstva topivosti u alkalnom mediju i visokom udjelu aluminija (20 % do 30 % mase) boksit je sirovina od velike ekonomske i tehničke važnosti za proizvodnju glinice ( $Al_2O_3$ ) iz koje se postupkom elektrolize dobiva aluminij. Ovako dobiveni aluminij naziva se primarni aluminij. Aluminij se najčešće klasificira prema njegovoj čistoći. Tako se slabo čistim smatra aluminij s manje od 99,5 % Al, dok komercijalni sadrži od 99,5 do 99,9 % Al. Uz specijalne postupke i visoku cijenu može dobiti aluminij vrlo visoke čistoće od 99,99 % i više. Kao primjese u komercijalnom aluminiju najčešće su prisutni željezo (Fe), krom (Cr) i titanij (Ti) [5,6].

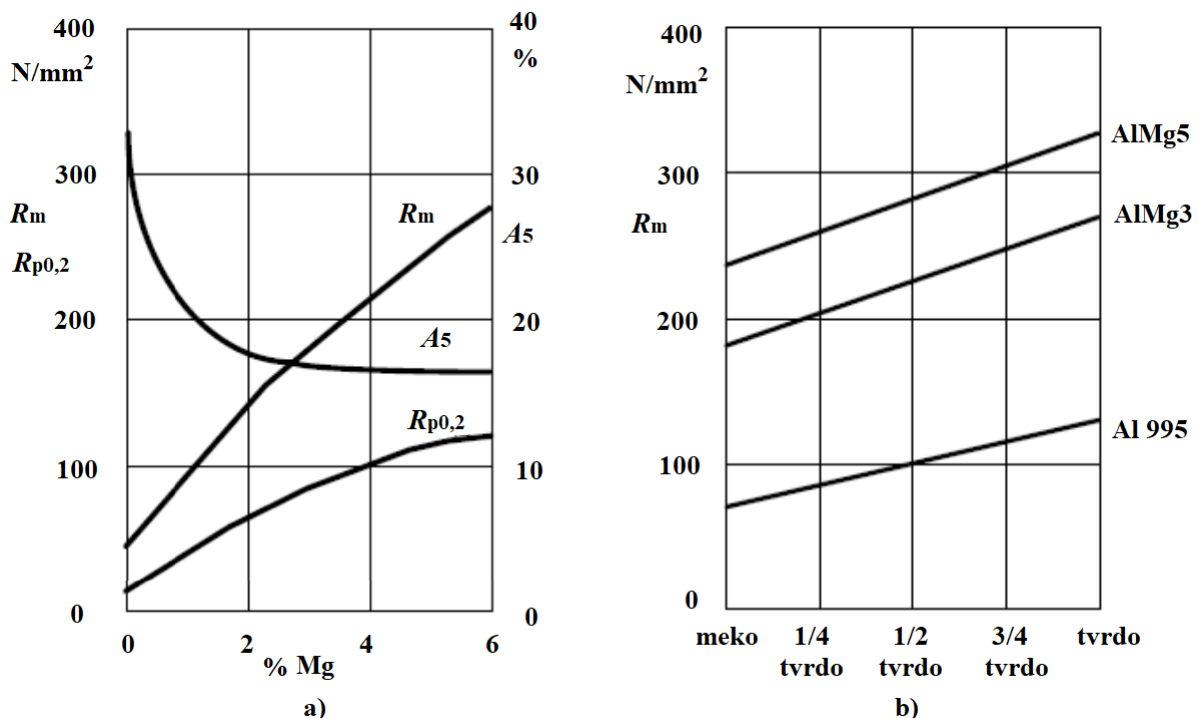
Svojstva aluminija prikazana su u tablici 1.

**Tablica 1** Fizikalna i mehanička svojstva aluminija [5,6,9]

Gustoća pri 20 °C, kg/m <sup>3</sup>	2700
Talište, °C	660
Modul elastičnosti, MPa	69000
Koeficijent linearnog istezanja, 10 <sup>-6</sup> /K	23,8
Električna vodljivost, m/Ωmm <sup>2</sup>	36,0 – 37,8
Specifični toplinski kapacitet, J/(kg·K)	920
Granica razvlačenja, MPa	20 – 120
Vlačna čvrstoća, MPa	40 – 180
Istezljivost, %	50 – 4

Aluminij pripada grupi lakih metala i ima povoljan omjer čvrstoće i gustoće. Gustoća aluminija je oko jedne trećine gustoće čelika pa se aluminij i njegove legure prvenstveno koriste u proizvodnji vozila i zrakoplova. Također ima afinitet prema kisiku gdje se stajanjem na zraku prirodno prevuče slojem oksida  $Al_2O_3$  i stoga mu nije neophodna antikorozivna zaštita. Zbog korozijske postojanosti dosta se primjenjuje u graditeljstvu. Dobra toplinska i električna

vodljivost, kao i mehanička i tehnološka svojstva doprinijela su širokoj primjeni ovog metala. Aluminij je neotrovan i nema negativnih utjecaja na okoliš. Moguće ga je lako oblikovati plastičnim deformiranjem pri čemu se mogu dobiti proizvodi složenog oblika ili tanke folije namijenjene za pakiranje u prehrambenoj i drugim industrijama. Međutim, tehnički aluminij je metal s relativno niskom čvrstoćom. U svom najčišćem obliku ima vlačnu čvrstoću oko 40 MPa što je nedovoljno za širu primjenu te ga je potrebno dodatno ojačati. Povećanje čvrstoće postiže se legiranjem, toplinskom obradom ili plastičnim deformiranjem, kao i kombiniranjem ovih postupaka. Slika 2.1 a) pokazuje povećanje vlačne čvrstoće  $R_m$  i granice razvlačenja  $R_{p0,2}$  uslijed legiranja aluminija s određenim udjelom magnezija, dok slika 2.1 b) pokazuje povećanje čvrstoće uslijed plastične deformacije različitih materijala na aluminijskoj osnovi.



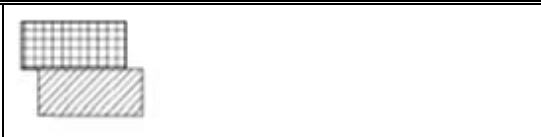



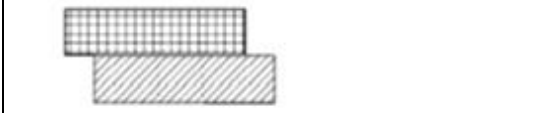
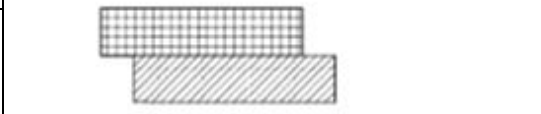

**Slika 2.1** Povećanje čvrstoće: a) legiranjem s magnezijem i b) hladnom plastičnom deformacijom (Al 995 - aluminij 99,5 % čistoće, AlMg3/AlMg5-legure aluminija s 3 %, odnosno 5 % magnezija) [9]

### 2.1.1. Legure aluminija

Legiranje aluminija prvenstveno se koristi za poboljšanje mehaničkih svojstava, ali i za postizanje drugih ciljeva kao što je povećanje korozijske postojanosti, obradivosti, zavarljivosti i sl. Kao legirni elementi koriste se bakar (Cu), magnezij (Mg), silicij (Si), cink (Zn) i mangan (Mn), pojedinačno ili u različitim kombinacijama. Legiranjem se općenito želi postići povećanje vlačne čvrstoće i tvrdoće, krutosti, rastezljivosti, ponekad žilavosti ili livljivosti. Kao dodaci za posebne svrhe također se koriste nikel (Ni), kobalt (Co), litij (Li), srebro (Ag) i drugi

kemijski elementi. Aluminijske legure obično se klasificiraju s obzirom na postupak proizvodnje kao lijevane i gnječene legure te prema mogućnosti toplinske obrade kao toplinski očvrstive i toplinski neočvrstive. U primjeni postoji oko 500 Al-legura, od kojih mnoge imaju sličan kemijski sastav i svojstva. Rasponi vrijednosti za vlačnu čvrstoću i granicu razvlačenja nekih materijala na aluminijskoj osnovi vide se u tablici 2.

**Tablica 2** Mehanička svojstva nekih Al materijala [9]

Legura	Serija	Tip	Oznaka	Rasponi vrijednosti za $R_m$ i $R_{p0,2}$ , MPa						
				0	100	200	300	400	500	600
Toplinski neočvrstive legure	1000	Al	1050A 1070A 1200 1080							
	3000	Al-Mn	3003 3004 3005 3105							
	5000	Al-Mg	5086, 5083 5056A, 5456 5052, 5005 5454, 5754 5254, 5182							
Toplinski očvrstive legure	2000	Al-Cu Al-Cu-Mg	2011, 2030 2017A 2618A 2024, (2124) 2014, (2214) 2219							
	6000	Al-Si-Mg	6005A, 6060 6061 6082 6081 6106 6351							
	7000	Al-Zn-Mg	7020 7021 7039							
		Al-Zn-Mg-Cu	7049A, 7175 7075 7475 7010, 7150 7050							

Konvencionalna granica razvlačenja  $R_{p0,2}$



Vlačna čvrstoća  $R_m$



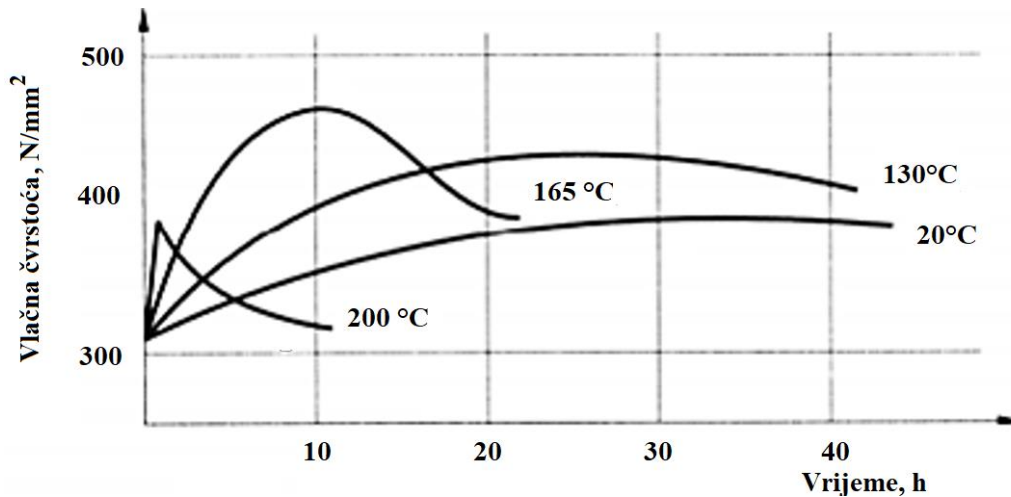
Aluminijeve legure namijenjene lijevanju mogu se jednako dobro lijevati na sva tri osnovna načina: u pješčane kalupe, kokile i tlačno. Dobroj livljivosti aluminijskih legura doprinosi silicij, koji je najčešći legirni element legura za lijevanje.

Legure namijenjene gnječanju daju se oblikovati hladnim deformiranjem, pri čemu dolazi do njihovog očvršnuća. Za povećanje čvrstoće i mogućnosti obrade plastičnom deformacijom kao legirni elementi dodaju se bakar i mangan. Magnezij kao legirni element u aluminijskim legurama, između ostalog, povećava otpornost prema koroziji. Kombiniranjem navedenih, kao i drugih elemenata te njihovih udjela, dobivaju se aluminijske legure ciljanih svojstava. Ovisno o topivosti pojedinih legirnih elementa u aluminiju, mogu se u mikrostrukturi pojaviti različiti kristali mješanci kao i intermetalni spojevi. Tijek skrućivanja, prisutnost pojedinih faza i topivost legirnih elemenata može se pratiti u faznim dijagramima pojedinih legura.

Neke od Al-legura mogu se dodatno očvrstnuti toplinskom obradom. Mikrostruktura takvih legura na sobnoj temperaturi je heterogena, osim kristala mješanca mora biti prisutan i intermetalni spoj. Povišenjem temperature povećava se topivost legirnih elemenata u kristalu mješancu pa kod nekih aluminijskih legura, pri temperaturi između 450 – 550 °C, dolazi do potpunog otapanja elementa koji tvore intermetalne spojeve. Mikrostruktura legure postaje homogena te se ova faza toplinske obrade naziva homogenizacija. Naglim hlađenjem do sobne temperature sprječava se difuzija i nastanak intermetalnog spoja, a mikrostruktura ostaje homogena. S protokom vremena intermetalni spoj će se ipak formirati, ali u obliku sitnih, fino disperziranih čestica (precipitata) što dovodi do značajnog povećanja čvrstoće. Ova pojava se naziva prirodno dozrijevanje. Precipitacija intermetalnog spoja može se ubrzati povišenjem temperature, što se naziva umjetnim dozrijevanjem. Različitim kombinacijama temperature i vremena dozrijevanja može se utjecati na vrijednosti čvrstoće.

Na slici 2.2 prikazana je ovisnost čvrstoće Al-Cu legure o temperaturi i vremenu dozrijevanja. Ovakav vid toplinske obrade naziva se precipitacijsko očvršnuće, a vrijednosti čvrstoće tretiranih aluminijskih legura dostižu vrijednosti čvrstoće mekih čelika.

Kod izbora prikladne legure za proizvodnju kompozita potrebno je poznavati svojstva pojedine aluminijske legure, njenu prikladnost za određeni tip obrade, dostupnost na tržištu i cijenu.



**Slika 2.2** Utjecaj temperature i vremena dozrijevanja na čvrstoću legure [5]

## 2.2. Lebdeći pepeo

Unatoč tome što globalna energetska politika promiče alternativne izvore energije bez emisije CO<sub>2</sub>, odnosno općenito smanjenu ovisnost o fosilnim gorivima, na globalnoj razini termoelektrane na ugljen još uvijek čine 36,4 % izvora energije [14]. Ovdje treba imati u vidu da je u pojedinim državama statistika poraznija, npr. u Indiji se preko 70 % električne energije dobije iz termoelektrana na ugljen [18].

Prilikom spaljivanja ugljena u ovim postrojenjima nastaju četiri glavna tipa nusproizvoda:

- lebdeći pepeo (engl. *Fly Ash* – FA)
- pepeo s dna ložišta
- kotlovski pepeo
- gips nastao desumporizacijom dimnih plinova.

Zbrinjavanje ovog otpada, kao i njegova korisna uporaba predstavlja ozbiljan ekološki problem. To se osobito odnosi na lebdeći pepeo koji čini 40 % od ukupnog otpadnog materijala [19]. Lebdeći pepeo nastaje izgaranjem ugljena pri temperaturama od 920 do 1700 °C [14,23,61] i prikuplja se u elektrostatskim filterima dimnih plinova. Godišnje se proizvede oko 370 milijuna tona lebdećega pepela širom svijeta, a posebno veliki proizvođači su Indija, Kina i Sjedinjene Američke Države [20–23]. Prilikom odlaganja u okolinu lebdeći pepeo zauzima velike površine zemljišta, a jedan takav deponij prikazan je na Slika 2.3.

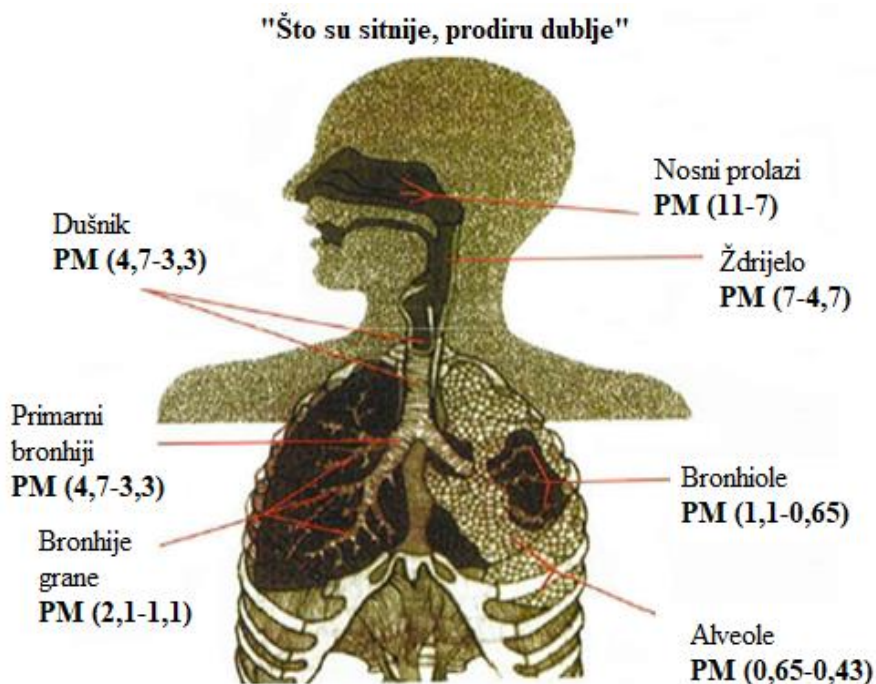




**Slika 2.3** Deponij lebdećega pepela [62]

Lebdeći pepeo može se odlagati u suhom i mokrom stanju [20]. Kod „mokrog“ odlaganja, kao i uslijed djelovanja atmosferilija, dolazi do dubinskog onečišćenja tla, a posredno i vodotoka u blizini odlagališta. Kako se radi o praškastom materijalu kojega čine fine čestice promjera do 250  $\mu\text{m}$ , lebdeći pepeo u suhom stanju nošen vjetrom može uzrokovati zagađenje zraka i oštećenje dišnih organa kod ljudi i životinja.

Slika 2.4 ilustrira do koje razine u dišni sustav mogu prodrijeti čestice, ovisno o njihovoj veličini.



**Slika 2.4** Koliko duboko mogu prodrijeti čestice ovisno o njihovoj veličini [20]

Oznaka PM (engl. *Particulate Matter*) označava da se radi o sitnim česticama, a brojčana vrijednost uz navedenu oznaku predstavlja dimenziju čestice u mikrometrima. Sve čestice oznake PM 10 i manje, mogu negativno utjecati na ljudsko zdravlje. Fine čestice lebdećega pepela mogu prodrijeti duboko u pluća, gdje se talože i izazivaju dugotrajno trovanje.

Na toksičnost lebdećega pepela dodatno utječe njegov kemijski sastav, koji prvenstveno ovisi o vrsti ugljena koji izgara i o termoelektrani iz koje potječe. Radi se o nehomogenom, staklastom materijalu, niske gustoće, sastavljenom najvećim dijelom od metalnih oksida  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  i drugih.

Ovisno o kemijskom sastavu, lebdeći pepeo se klasificira u tri klase, kako je prikazano u tablici 3.

**Tablica 3** Klasifikacija lebdećega pepela prema kemijskom sastavu [19]

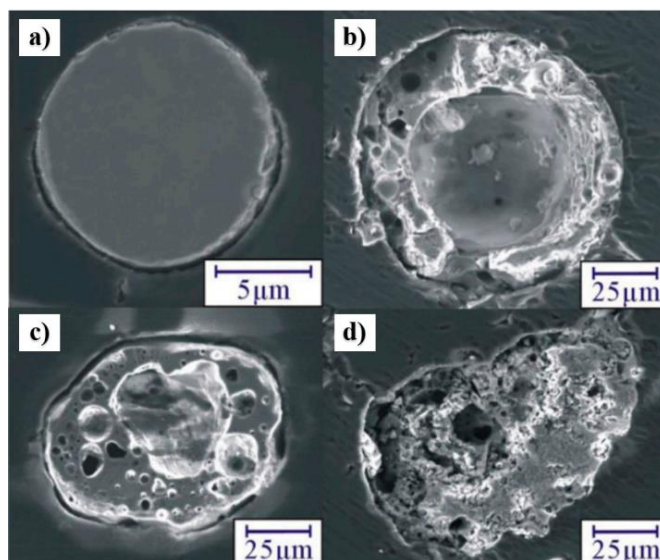
Kemijski sastav, %	Klasa		
	N	F	C
$\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	70	50	50
CaO	zanemariv	$\leq 18$	$> 18$
$\text{SO}_3$	4	5	5
vlaga	3	3	3

Pored navedenih kemijskih komponenti u lebdećem pepelu se, ovisno o porijeklu, mogu naći i drugi oksidi:  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Mn}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ . Također se mogu naći i sljedeći elementi u tragovima: Sr, Ba, V, Zn, B, Ni, Cr, Cu, Pb, Rb, As, Co, Th, Ge, Be, Se, U, Mo, Sb, Sn, Cd i Hg. Kemijski sastav lebdećega pepela utječe na njegovu toksičnost [21,63].

Mineraloški, lebdeći pepeo čine aluminosilikatna stakla koja sadrže kvarc, magnetit, spinel, hematit, mulit, ferit, anhidrid i glinicu [14,64].

Na slici 2.5. prikazana su četiri morfološka oblika čestica koje se mogu naći u sastavu lebdećega pepela [14,65]:

- a) čvrste, pune sfere (precipitacijske)
- b) šuplje sfere ili cenosfere
- c) porozne čestice
- d) čestice nepravilnog oblika.



**Slika 2.5** Osnovni tipovi čestica lebdećega pepela [14,65]

Ovisno o količini vlage i morfološkom obliku, lebdeći pepeo može imati različitu gustoću. Pepeo s gustoćom ispod  $1 \text{ g/cm}^3$  sastoji se većinom od cenosferičnih čestica, dok je kod precipitacijskog pepela gustoća između  $2$  i  $2,5 \text{ g/cm}^3$  [14,35]. U izrazito suhom stanju maksimalna gustoća lebdećega pepela je u rasponu od  $1,01$  do  $1,78 \text{ g/cm}^3$  [63]. Koeficijent toplinskog širenja lebdećega pepela nalazi se u rasponu od  $3,7$  do  $6,6 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}$  [14,32,66].

Kako se radi o nusproizvodu s potencijalno štetnim utjecajima na zdravlje, odgovorno odlaganje lebdećega pepela u okoliš je nužnost iako za sobom povlači dodatne troškove. Ti troškovi se mogu značajno smanjiti recikliranjem, odnosno njegovom uporabom. Pojedine države, poput Danske, Italije i Nizozemske u potpunosti recikliraju lebdeći pepeo, a visoki stupanj recikliranja od  $96,3 \%$  ima i Japan [20,63]. Nažalost, najveći proizvođači lebdećega pepela imaju puno nižu razinu primjene (SAD  $65 \%$ , Indija  $38 \%$  i Kina  $45 \%$ ) i uglavnom ga odlažu u okoliš [20,63]. Zato postoji trajna potreba za istraživanjem svojstava lebdećega pepela, načina njegovog zbrinjavanja i recikliranja.

Ovisno o sastavu, odnosno njegovoj toksičnosti, lebdeći pepeo se koristi kao nasipni materijal za niže terene, rudnike, pri izradi prometnica i slično. Kod lebdećeg pepela s većim udjelom CaO (C klasa) u kontaktu s vodom dolazi do samocementiranja. Takav tip pepela nalazi svoju primjenu u proizvodnji cementa i betona te izradi opeke, blokova i crijepa. Drugi tipovi lebdećega pepela mogu obogatiti tlo i nalaze primjenu u agrokulturi. Obzirom na fizikalna i kemijska svojstva, primjena lebdećega pepela kao ojačala u kreiranju kompozita s metalnom matricom je također postala predmetom istraživanja, kako u svrhu uklanjanja pepela iz okoliša, tako i radi zamjene drugih, skupljih, materijala [14,18–23,61,63].

### 2.3. Kompoziti ALFA - pregled dosadašnjih istraživanja

Kompozitni materijali s aluminijskom matricom koriste se za proizvodnju lakih komponenti u automobilske i drugim industrijama. Slika 2.6 pokazuje neke od proizvoda koji se izrađuju od kompozita s metalnom matricom na osnovi aluminija.



**Slika 2.6** Proizvodi MMC na aluminijskoj osnovi u automobilske industriji: a) klip, b) dio motora, c) klipnjača, d) kočioni sistemi [2,10]

Dodavanjem različitih ojačala u aluminijsku matricu, kao što su čestice MgO, SiC, MnO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> i druge, povećavaju se mehanička svojstva poput čvrstoće, tvrdoće i žilavosti, a smanjuje gustoća. Dodavanjem tvrdih čestica SiC, WC i Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, poboljšavaju se mehanička svojstva kompozita pri visokim temperaturama i otpornost na trošenje [10].

Međutim, kao ograničavajući faktor ovdje se nameće dostupnost i cijena pojedinih ojačala. Cijene pojedinih ojačala su vrlo visoke i kreću se u rasponu od 150 USD/kg (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) do 500 USD/kg (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> i B<sub>4</sub>C). Nasuprot tome, lebdeći pepeo je materijal niske cijene od 0,05 do 0,1 USD/kg, a može imati i negativnu vrijednost, što znači da neke termoelektrane plaćaju za njegovo propisno odlaganje [19]. Kako lebdeći pepeo u svom sastavu sadrži određenu količinu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> i druge tvrde sastojke čija je cijena visoka, njegova primjena kao ojačala postala je predmetom brojnih istraživanja [19,23].

Ispitivanja su pokazala da svojstva kompozita na aluminijskoj osnovi ojačanih lebdećim pepelom ovise o mnogim utjecajnim faktorima. Prije svega ovise o tipu, sastavu, morfološkom obliku i dimenzijama čestica pepela te o masenom udjelu pepela u kompozitu. Pored toga, značajnu ulogu ima i materijal matrice, kao i tehnološki postupci dobivanja samog kompozita.

### 2.3.1. Postupci dobivanja ALFA kompozita

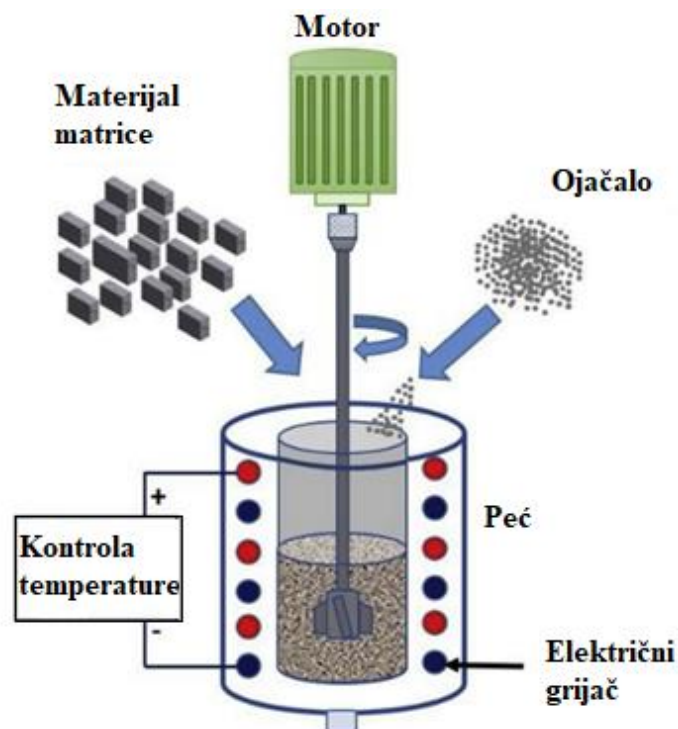
Za izradu ALFA kompozita mogu se koristiti različiti tehnološki postupci koje dijelimo u dvije skupine:

- a) proizvodnja kompozita u rastaljenom stanju - postupcima lijevanja
- b) proizvodnja kompozita u čvrstom stanju - postupcima metalurgije praha.

Svaki primijenjeni postupak proizvodnje ima svoje prednosti i nedostatke te direktno utječe na strukturu, svojstva i općenito na kvalitetu dobivenog kompozita. Stoga se u nastavku daje pregled najčešće korištenih postupaka, prema referencama [23–36,67–71].

#### 2.3.1.1. Lijevanje s miješanjem

Primarni proces za dobivanje kompozita s metalnom matricom je lijevanje s miješanjem (engl. *Stir Casting*). U ovom procesu materijal matrice se rastali u peći te se u određenom trenutku dodaju čestice ojačala uz mehaničko miješanje. Princip je prikazan shematski na slici 2.7.



**Slika 2.7** Princip dobivanja kompozita postupkom lijevanja s miješanjem ojačala [24]

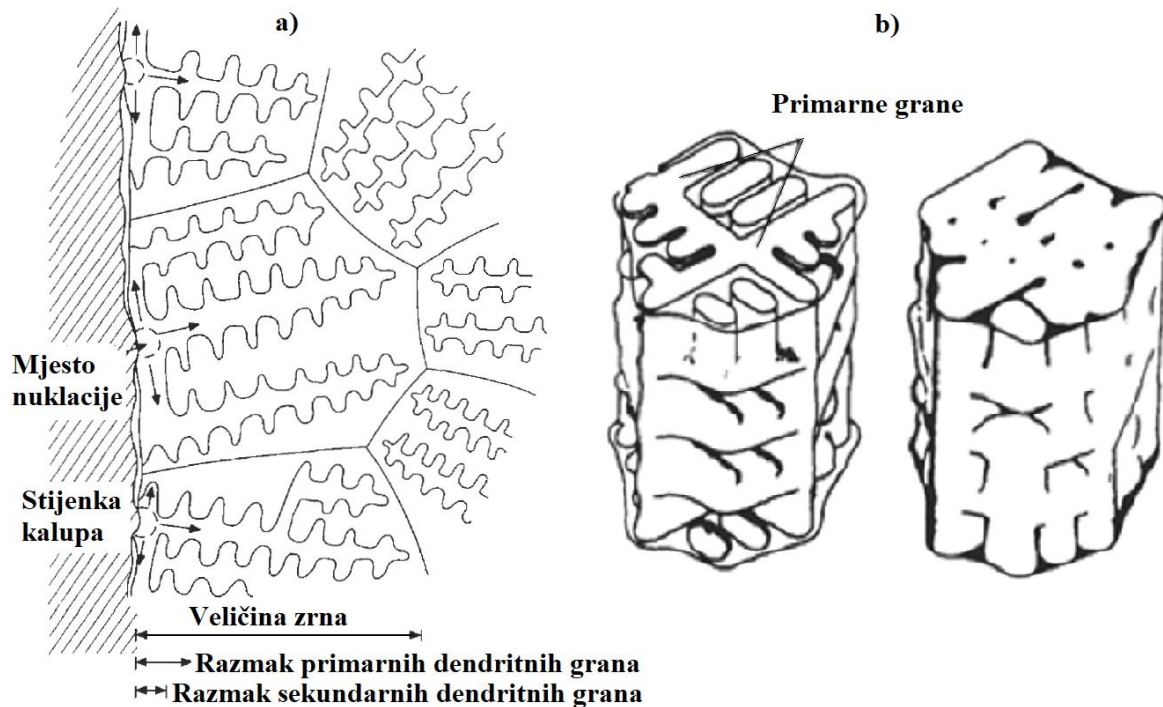
Zagrijavanje peći izvedeno je električnim grijačima, a miješanje se izvodi mješačem u obliku lopatica postavljenih na osovini. Za upravljanje procesom potrebno je moći regulirati temperaturu u peći i broj okretaja mješača. Nakon miješanja odgovarajućim brojem okretaja i

u određenom vremenskom razdoblju, rastaljena masa lijeva se u kalup, kao što pokazuje slika 2.8. Lijevanje se može izvoditi konvencionalnim postupcima kao što su gravitacijsko, centrifugalno ili lijevanje pod tlakom. Uobičajeno se ALFA kompoziti lijevaju u čelične kalupe - kokile [18,70].



**Slika 2.8** a) Miješanje lebdećeg pepela u aluminijskoj matrici, b) lijevanje taline u kalup [18]

Tijekom kristalizacije, mnoge komercijalne Al-legure formiraju krupnozrnatu, dendritnu mikrostrukturu, kakva je prikazana na slici 2.9.



**Slika 2.9** Dendritna struktura Al-legura a) razvoj dendritnih grana, b) iregularna dendritna struktura pri 50 % i 90 % kristalizirane taline [72]

Nakon ulijevanja rastaljenog metala u ljevački kalup, dolazi do gubitka topline kroz stijenke kalupa. Skrućivanje započinje na stjenkama kalupa i širi se prema unutrašnjosti, formirajući dendritnu mikrostrukturu, slika 2.9 a). Oblik i razvoj dendrita ovisi o uvjetima hlađenja te mogu sadržavati primarne, sekundarne i tercijarne grane. Niža brzina hlađenja uzrokuje sporiji rast dendrita koji se jako granaju, a veća brzina hlađenja uzrokuje brži rast dendrita te se dobije finija struktura grana. Oblik, veličina i rast dendrita utječu na formiranje granice zrna u mikrostrukturi te mogu izazvati različite iregularnosti. Slika 2.9 b) prikazuje iregularnu dendritnu strukturu, kakva je uobičajena za aluminijske legure, pri 50 % i 90 %-tnom skrućenju. Sekundarne grane šire se bočno i spajajući se formiraju kontinuirane ravne ploče [72].

Nehomogena i krupnozrnata struktura obično je krhka i nije pogodna za naknadnu obradu.

Pri lijevanju kompozita s aluminijskom osnovom proces se dodatno komplicira zbog prisustva raznorodnih materijala. Toplinsko stezanje aluminijske matrice dosta je veće od toplinskoga stezanja lebdećega pepela što pri hlađenju može izazvati različite neželjene posljedice. Na dodirnim površinama između matrice i ojačala mogu nastati pore, a na granicama zrna ili u okolini ojačala može doći do gomilanja dislokacija. Da bi se postigla odgovarajuća mikrostruktura kompozita nužno je da se lebdeći pepeo što ravnomjernije rasporedi i što bolje poveže s materijalom matrice.

Dobro adhezijsko spajanje matrice i ojačala definirano je pojmom kvašljivost (engl. *Wettability*). Općenito kvašljivost je tendencija tekućeg materijala da održi kontakt s površinom čvrstog materijala, kojom upravlja ravnoteža sila između adhezivnih i kohezivnih međumolekularnih interakcija. Kod proizvodnje kompozita kvašljivost je mjera privlačnosti između matrice i ojačala na dodirnoj površini. Na kvašljivost između matrice i ojačala utječu različiti čimbenici:

- odvijanje kemijskih reakcija između matrice i ojačala
- kontaminacija neke od komponenti, kao što je na primjer pojava oksidnog sloja
- različita gustoća zbog koje ojačalo može potonuti na dno ili isplivati na površinu
- pritisak, temperatura, vrijeme miješanja i drugi [68].

Za poboljšanje kvašljivosti, odnosno dobro povezivanje matrice i ojačala, koriste se različite metode: mehaničke, kemijske i toplinske. Mehaničke metode podrazumijevaju primjenu različitih ruta i načina miješanja, variranje parametara miješanja i oblika mješača te primjenu ultrazvuka pri miješanju. Poboljšanje kvašljivosti može se postići kemijskim putem dodavanjem određenih aditiva, legiranjem i primjenom prevlaka. Toplinskim putem kvašljivost

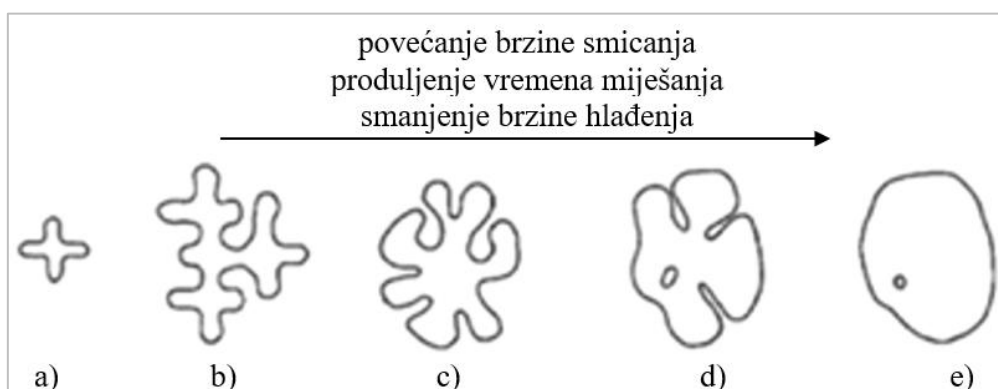
se poboljšava predgrijavanjem ojačala i regulacijom temperature tijekom procesa lijevanja i hlađenja kompozita [68].

Kada je slaba kvašljivost između čestica lebdećega pepela i matrice može doći do pojave aglomeracija pepela, njegovog isplivavanja na površinu, odvajanja, odnosno pojave pukotina na mjestu kontakta matrice i ojačala. Također su, ovisno o sastavu matrice i lebdećega pepela, moguće kemijske reakcije na granicama faza te pojava intermetalnih spojeva, što će negativno utjecati na mikrostrukturu i svojstva kompozita.

Istraživanja pokazuju da se primjenom postupka lijevanja u poluskrućenom stanju navedeni problemi mogu izbjeći, a čestice lebdećega pepela mogu se dobro ugraditi u matricu [25,32,52,60,73–76].

### 2.3.1.2. Lijevanje s miješanjem u poluskrućenom stanju

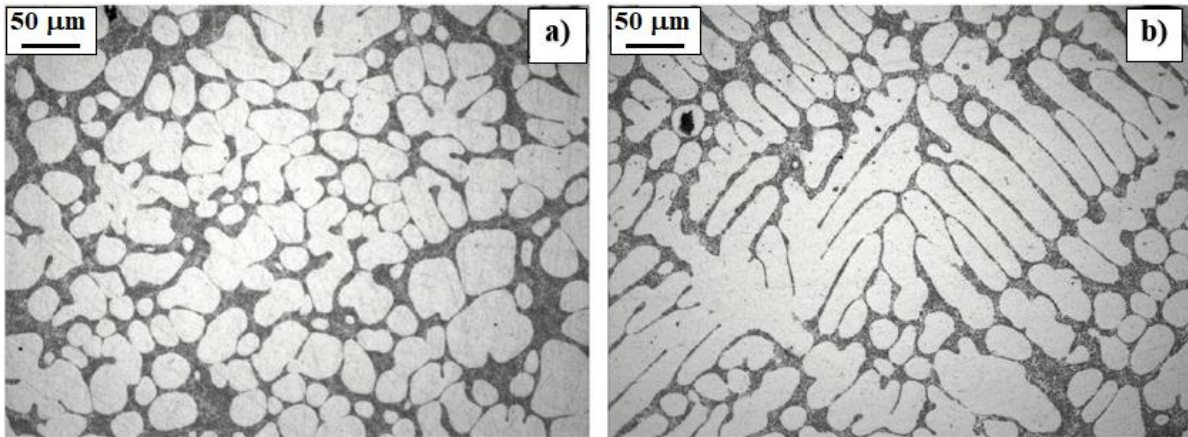
Ovaj postupak lijevanja podrazumijeva da se čestice ojačala dodaju uz miješanje, u poluskrućenu matricu. Pri konstantnoj temperaturi, koja se nalazi između solidus i likvidus linije te približno stalnom odnosu rastaljene i čvrste faze, zbog miješanja dolazi do transformacije mikrostrukture, kako je prikazano na slici 2.10. Slika 2.10 a) predstavlja početak dendritnog rasta. Pri spontanom procesu skrućivanja došlo bi do rasta dendrita, slika 2.10 b), ali zbog miješanja smjese, pod djelovanjem sila smicanja dolazi do interakcije između nakupina dendrita te kidanja pojedinih dendritnih grana. Formiraju se nakupine deformiranih dendrita u obliku tzv. „primitivnih“ rozeta, slika 2.10 c). Pri daljem djelovanju smičnih sila rozete se i dalje transformiraju, slika 2.10 d), da bi konačno poprimile oblik kružnih ili eliptičnih (sferoidnih) čestica, slika 2.10 e). Ovako reološki pripremljena smjesa u poluskrućenom stanju ulijeva se u kalup [67].



**Slika 2.10** Promjena mikrostrukture pri lijevanju u poluskrućenom stanju: a) početni fragment dendrita, b) dendrit, c) „primitivna“ rozeta, d) formirana rozeta, e) sferoidna čestica [67,77]



Slika 2.11 pokazuje razlike u mikrostrukturi legure lijevane u poluskrućenom stanju i legure lijevane klasičnim postupkom. Mikrostruktura legure lijevane klasičnim postupkom je dendritna, s izraženim izduženim granama slično kao što je prikazano na shemi, slika 2.9 b), dok su u leguri lijevanoj u poluskrućenom stanju vidljive rozete i sferoidne čestice.



**Slika 2.11** Tipična mikrostruktura legure AlSi7: a) lijevana u poluskrućenom stanju, b) lijevana klasičnim postupkom [77]

U odnosu na klasično lijevanje, lijevanje s miješanjem ojačala u poluskrućenu matricu dovodi do bolje distribucije ojačala, smanjenja aglomerata, usitnjavanja kristalnih zrna i smanjenja poroznosti. Radna temperatura je niža nego kod prethodno opisanog procesa lijevanja i nalazi se između likvidus i solidus linije, čime se smanjuje potrošnja energije i produžava vijek trajanja kalupa [24,25].

Općenito se dobiva homogenija struktura zbog čega kompoziti proizvedeni ovom metodom pokazuju poboljšanje svojstava [32,52,60,73–76].

### 2.3.1.3. Lijevanje pod tlakom

Lijevanje pod tlakom (engl. *Squeeze Casting*) je kombinacija lijevanja s miješanjem i hidrauličkog plastičnog oblikovanja. Tijekom procesa rastaljena i izmiješana masa kompozita dovodi se u kalup i neposredno nakon toga oblikuje pomoću hidrauličke preše pod djelovanjem visokog tlaka. Sustav kojim se talina dovodi u kalup za oblikovanje ima grijače i regulaciju temperature pa se plastično oblikovanje izvodi u vrućem stanju. Zbog djelovanja visokog tlaka tijekom hlađenja osigurano je dobro popunjavanje kalupa, smanjuje se poroznost i postiže homogenija mikrostruktura [14,24,25,78].

#### 2.3.1.4. Metode infiltracije

Kod metoda infiltracije na dno kalupa se postavlja ojačalo u obliku poroznog materijala ili predoblik na koji se zatim lijeva rastaljeni metal. Proces se nastavlja u peći gdje se hladi određenom dinamikom uz regulaciju temperature. Da bi se poboljšala infiltracija, proces proizvodnje može se izvoditi pod posebnim uvjetima. Tako postoje sljedeći postupci [25,26]:

- spontana infiltracija
- infiltracija pod visokim tlakom
- infiltracija pod vakuumom
- infiltracija plinom
- centrifugalna infiltracija
- ultrazvučna infiltracija i dr.

Postupci infiltracije mogu se primijeniti za proizvodnju kompozita s većim udjelom ojačala [26,79]. Međutim ovi postupci zahtijevaju specijalnu opremu čime se povećavaju troškovi proizvodnje [24,25].

#### 2.3.1.5. Metalurgija praha

Proces proizvodnje kompozita metalurgijom praha (engl. *Powder Metallurgy* – PM) sastoji se od niza operacija. Prvo se miješaju prahovi matrice i ojačala u određenom omjeru, a zatim se prahovi komprimiraju u željeni oblik i zagrijavaju do malo ispod temperature tališta kako bi se čestice mogle povezati u krutom stanju (konsolidacija). Osnovna prednost procesa metalurgije praha je ujednačena disperzija čestica ojačala čime su poboljšana mehanička svojstva. Maseni udjeli matrice i ojačala mogu se podešavati tako da udio ojačala može premašiti 50 %. Međutim, proces metalurgije praha je složen i mora se izvoditi u zatvorenoj, vakuumskoj ili zaštitnoj atmosferi. Troškovi proizvodnje su visoki, a oblik i veličina dijelova ograničeni [24,25].

U radu [46] opisano je dobivanje ALFA kompozita konsolidacijom praha postupkom kutnog istiskivanja s povratnim tlakom. Ovim postupkom može se uspješno proizvesti kompozit s nano i mikro česticama lebdećega pepela, s izrazito visokom gustoćom. U usporedbi s konvencionalnom postupkom sinteriranja proces kutnoga istiskivanja s povratnim tlakom pokazao se učinkovitijim jer se konsolidacija postiže pri nižim radnim temperaturama, a dobiveni kompoziti su s većim udjelom lebdećega pepela i s ravnomjernijom raspodjelom čestica u matrici. Značajna plastična deformacija smicanja, koja se javlja tijekom ovog postupka pospješuje konsolidaciju praha [46].

### 2.3.2. Utjecaj dodatka lebdećega pepela na svojstva dobivenog kompozita

Kako bi se istaknuo značaj istraživanja ALFA kompozita u nastavku se nalazi pregled dosadašnjih istraživanja:

Većina dostupnih istraživanja pokazuje da aluminijske legure s udjelom lebdećega pepela do 10 % imaju dobra svojstva za lijevanje dijelova u autoindustriji, što im uz nižu cijenu materijala i energije te pozitivnog efekta na okoliš daje prednost [18,27,28].

U radu [18] analiziran je utjecaj udjela lebdećega pepela kao ojačala na mehanička svojstva kompozita s matricom od aluminijske legure oznake A356.2. Kompoziti su proizvedeni metodom lijevanja s miješanjem (engl. *Stir Casting*). Maseni udio lebdećeg pepela iznosio je 2, 4, 6, 8 i 10 %. Ispitivanja su pokazala da s povećanjem udjela pepela raste tvrdoća te vlačna i tlačna čvrstoća, dok se duktilnost smanjuje. Tvrdoća se kontinuirano povećavala od 75 HB za 0 % FA do 85,1 HB za 10 % FA. Vlačna čvrstoća povećala se s 278 MPa, koliko je iznosila za leguru, na 323 MPa kod kompozita s 10 % FA. Vrijednost tlačne čvrstoća porasla je s 250 MPa na 298 MPa. S povećanjem udjela lebdećega pepela smanjila se istezljivost sa 6 na 2,7 %.

Utjecaj dodatka lebdećeg pepela na apsorpciju energije i granicu razvlačenja legure Mg-Al oznake AZ91D analiziran je u radu [27]. Utvrđeno je da dodatak finih, cenosferičnih čestica lebdećeg pepela u količini od 5 % utječe na usitnjenje kristalnih zrna i poboljšanje mikrostrukture. U usporedbi s matičnom legurom kompozit je pokazao veću apsorpciju energije i povećanje granice razvlačenja od 19 do 41 %.

U radu [29] varirani su parametri procesa lijevanja i udio lebdećega pepela kako bi se dobila optimalna svojstva kompozita s matricom od 99,9 % čistog aluminijske. Utvrđeni su optimalni parametri: temperatura taljenja od 700 °C, brzina miješanja 1200 o/min, vrijeme miješanja 6 min i maseni udio cenosferičnog lebdećega pepela od 13 %. Gustoća ovako dobivenog kompozita smanjila se za 31,5 %, mikrotvrdoća je povećana do 46 %, dok je čvrstoća povećana i do 50 %, u odnosu na neojačani aluminij.

Na kompozitnom materijalu s matricom od aluminijske legure oznake ADC6 i 5 % FA, dobivenom postupkom lijevanja s miješanjem (300 o/min), analiziran je utjecaj predgrijavanja i brzine dodavanja ojačala na njegovu distribuciju unutar matrice. Istraživanje je pokazalo da viša temperatura predgrijavanja (800 °C) i manja brzina dodavanja pepela (0,1 g/s) dovode do bolje distribucije pepela u matrici, smanjenja poroznosti i povećanja tvrdoće od 20,7 % u odnosu na početnu leguru [30].

U radu [31] analiziran je utjecaj udjela lebdećega pepela na trošenje kompozita s matricom od aluminijske legure oznake AA6063. Maseni udio lebdećega pepela iznosio je 0, 2, 4 i 6 %,

a kompozit je lijevan u poluskrućenom stanju. Otpornost na trošenje ispitana je metodom „*pin on disc*“ pri konstantnoj brzini klizanja od 150 o/min, u trajanju od 10 min. Utvrđeno je da se s povećanjem udjela ojačala smanjuje intenzitet trošenja.

Postupkom lijevanja s miješanjem u poluskrućenom stanju uspješno su proizvedeni kompoziti na osnovu aluminijske legure oznake AA6061 s različitim masenim udjelima lebdećega pepela od 0, 4, 8 i 12 %. Analizom na pretraženome elektronskom mikroskopu utvrđena je homogena disperzija čestica ojačala. U mikrostrukturi nisu uočeni intermetalni spojevi. Povećanjem udjela čestica pepela povećava se tvrdoća i vlačna čvrstoća kompozita [32].

Kompoziti na osnovi legure aluminijske oznake LM6 s dodatkom od 5 do 12,5 % FA proizvedeni su lijevanjem pod tlakom (engl. *Squeeze Casting*), kao i osnovna legura. Korištenjem skenirajućeg elektronskog mikroskopa ustanovljena je jednolika distribucija lebdećega pepela u matrici. Rezultati dobiveni pri ispitivanju tvrdoće i abrazivnog trošenja pokazali su poboljšanje svojstava ALFA kompozita u odnosu na početnu leguru. Povećanje udjela lebdećega pepela od 5 do 12,5 % pozitivno utječe na ispitivana svojstva [25,78].

Hibridni kompoziti na osnovi aluminijske legure oznake Al7075, s dodatkom od 10 % cenosferičnog lebdećega pepela te grafita s udjelima 2, 4 i 6 %, proizvedeni su postupkom lijevanja s miješanjem u poluskrućenom stanju. Morfološka analiza kompozita pokazuje prisutnost dendritnih grana i ravnomjernu raspodjelu čestica ojačala u matrici. Vrijednosti vlačne čvrstoće i tvrdoće povećale su se s dodatkom pepela, ali se smanjuju dodavanjem i povećavanjem udjela čestica grafita. Maksimalna vrijednost vlačne čvrstoće od 213 MPa izmjerena je kod kompozita s 10 % FA bez čestica grafita, što je značajno povećanje u odnosu na čistu leguru čija je vrijednost vlačne čvrstoće 178 MPa. Otpornost na trošenje ispitana je metodom „*pin on disc*“. Dodavanjem lebdećega pepela poboljšana je otpornost na trošenje, a brzina trošenja se dodatno smanjuje dodavanjem grafita koji ima nizak koeficijent trenja i izraženo svojstvo samopodmazivanja. Oba ojačala smanjuju gustoću kompozita [76].

U radu [79] istražen je učinak prethodno mljevenog lebdećega pepela na strukturu kompozita dobivenog postupkom infiltracije pod tlakom. Veći udjeli lebdećega pepela klase C infiltrirani su u matricu od aluminijske legure oznake A356, čime se značajno poboljšala otpornost na trošenje.

Kako bi se ispitalo ponašanje materijala pri deformaciji hladnim prešanjem lijevani su i analizirani uzorci kompozita s matricom od 99,5 %-tnog aluminijske s 5, 10 i 15 % udjela lebdećega pepela. Pri analizi mikrostrukture uočena je ravnomjerna distribucija pepela unutar matrice. Dodavanjem lebdećega pepela smanjila se gustoća s 2,72 g/cm<sup>3</sup> koliko je iznosila za

čisti aluminij na 2,45; 2,26; i 1,85 g/cm<sup>3</sup> za kompozit s 5, 10 i 15 % FA. Istovremeno tvrdoća se povećala s 10 HRB za aluminij na 19, 26 i 45 HRB za kompozite. Tijekom tlačnog testa kompoziti su izloženi hladnom prešanju od 10 % stupnja deformacije do maksimalno 40 %. Analizom dijagrama  $\sigma$ - $\varepsilon$  dolazi se do zaključka da se s povećanjem udjela lebdećega pepela raste čvrstoća [33]. Slična ispitivanja provedena su uspješno i na uzorcima kompozita s matricom od Al-legure oznake AA2024 s masenim udjelom od 2, 6 i 10 % FA. I ovdje rezultati pokazuju smanjenje gustoće i poboljšanje mehaničkih svojstava kompozita s povećanjem udjela lebdećega pepela [34].

Karakterizacijom uzoraka izlivenih od legure oznake AlCu4,5 ojačanih česticama lebdećega pepela u udjelu od 10 % i podvrgnutih valjanju pokazalo se da valjani uzorci imaju poboljšana svojstva u odnosu na lijevani kompozit. Uzorci su uspješno valjani na četiri različita stupnja redukcije od 20, 40, 60 i 80 %. Analiza mikrostrukture pokazala je ravnomjernu raspodjelu pepela te finu, sitnozrnatu strukturu, koja se poboljšava s povećanjem stupnja deformacije. Također, pri većem stupnju deformacije dolazi do smanjenja poroznosti i povećanja tvrdoće i vlačne čvrstoće i otpornosti prema trošenju [35].

Aluminijska legura visoke čvrstoće oznake 7005 korištena je kao matrica kompozita ojačanog lebdećim pepelom (6 %), staklenim vlaknima (5 %) i kombinacijom navedenih ojačala (6 % + 5 %). Kompoziti su proizvedeni postupkom lijevanja s miješanjem. Ispitana je korozijska postojanost čiste legure i dobivenih kompozita u lijevanom i ekstrudiranom stanju, u otopini klorovodične kiseline. Najveću otpornost na koroziju pokazao je uzorak kompozita sa 6 % lebdećega pepela. Čestice lebdećega pepela ostaju inertne tijekom ispitivanja i djeluju kao fizička barijera korozivnom mediju. Kompozit ojačan staklenim vlaknima pokazuje nižu otpornost prema djelovanju otopine klorovodične kiseline. Ekstrudirani uzorci pokazali su veću otpornost na koroziju nego lijevani. S povećanjem stupnja ekstruzije smanjuje se brzina korozije [36]

Aluminijska legura namjenjena gnječenju, oznake EN AW-2024 (AA2024), koja kao glavni legirni element sadrži određenu količinu bakra, primijenjena je uspješno za sintezu kompozita s 5 i 10 % FA, dvjema metodama - lijevanjem i konsolidacijom praha. Lijevanje je izvedeno uz miješanje, dok se za konsolidaciju praha koristio postupak kutnoga istiskivanja. Uzorci su podvrgnuti višestrukom broju prolaza kutnog istiskivanja s rotacijom oko uzdužne osi. Ovakvim postupkom dobivena je struktura s ultrafinim zrnima na submikroskopskoj razini. Distribucija lebdećega pepela unutar matrice je jednolika. Vlačna čvrstoća kompozita u lijevanom stanju manja je od čvrstoće same legure, što ukazuje na krhkost kompozitnog materijala. Tvrdoća kompozita povećala se s povećanjem udjela pepela, kao i nakon svakog

prolaza pri kutnom istiskivanju. Otpornost prema trošenju ispitana je metodom „pin on disc“, pri čemu se pokazalo da je nakon kutnoga istiskivanja trošenje manje [40].

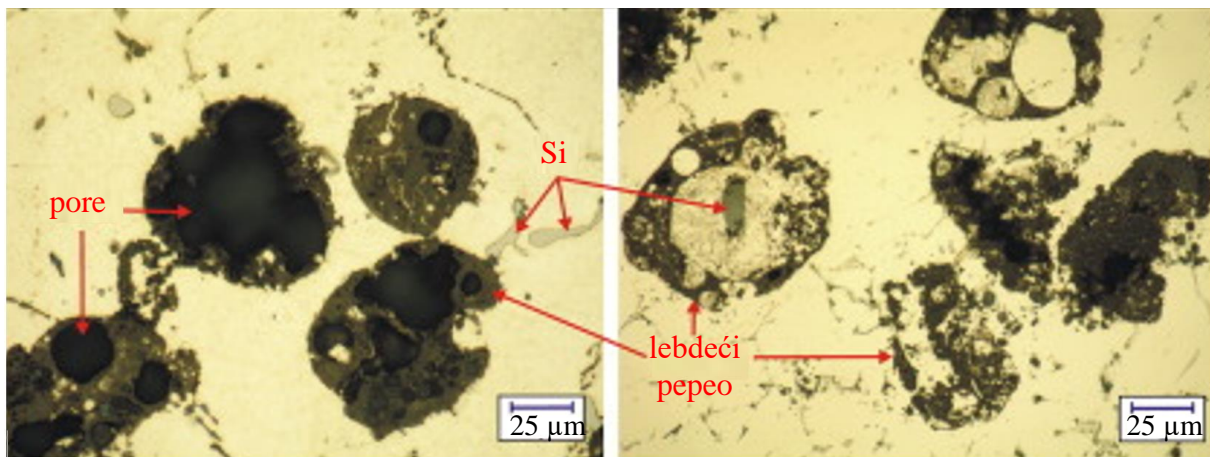
Ispitivanja su također pokazala da se kompozitu s 5 do 20 % masenog udjela lebdećega pepela u aluminijskoj leguri i s dodatkom od 0,5 %Mg i 0,1 %Zn u obliku praha, povećava tvrdoća i otpor prema trošenju s povećanjem udjela lebdećega pepela [51].

Pri ispitivanju otpornosti prema kavitacijskoj eroziji kompozita na osnovi hipoeutektičke aluminijske legure oznake A356 s dodatkom od 5 % udjela lebdećega pepela, analizirana je morfologija površine osnovne legure i kompozita. Pri jednakim uvjetima ispitivanja na površini legure uočen je manji broj kratera koji brzo rastu u dubinu i širinu, dok je na površini kompozita uočen veći broj kratera koji su sporije rasli. Rast kratera usporen je zbog prisustva finih čestica ojačala, čvrsto vezanih u matrici [52].

Na sličnom kompozitu, A356 + 5 % FA, analiziran je utjecaj dozrijevanja na svojstva kompozita i osnovne legure. Zbog šupljih sferičnih čestica lebdećeg pepela gustoća kompozita manja je u odnosu na osnovnu leguru čime se povećava specifična čvrstoća i tvrdoća. Precipitacijsko očvršnuće je podjednako utjecalo na svojstva kompozita i osnovne legure [66].

Tijekom sinteze kompozita i pri njihovom izlaganju povišenoj temperaturi može doći do različitih reakcija koje utječu na stabilnost kompozita [65,80,81]. Mikrostrukturna analiza uzoraka kompozita u nekim radovima pokazala je da izlaganje kompozita povišenoj temperaturi (iznad likvidusa) dovodi do dezintegracije stjenki čestica lebdećega pepela [65,80]. U radu [81] prikazani su rezultati diferencijalne toplinske analize pri hlađenju ALFA kompozita. Registrirana je pojava egzotermnih pikova što ukazuje na odvijanje kemijskih reakcija.

U radu [65] analizirani su učinci dugotrajnog izlaganja kompozita Al-3Mg + 5 % FA temperaturi od 850 °C, na mikrostrukturu i tvrdoću. Kompozit je proizveden postupkom lijevanja uz miješanje. Tijekom držanja na navedenoj temperaturi od u trajanju od 0, 10, 20, 30 i 40 sati, događaju se različite reakcije koje dovode do razgradnje čestica lebdećega pepela i nastanka novih faza. Na slici 2.12 vide se promjene nastale u mikrostrukтури nakon 30-satnog žarenja na 850 °C. Većina čestica pepela se razgradila, a rastaljeni metal je ušao u pore i pukotine nakon pucanja stijenke čestica. U reakcijama redukcije iz lebdećeg pepela oslobađa se Si i otapa u talini. Zbog povećanog udjela Si može se formirati intermetalni spoj Mg<sub>2</sub>Si. Sve navedeno dovodi do smanjenja poroznosti, povećanja tvrdoće i gustoće kompozita. Nakon 40-satne reakcije tvrdoća se povećala za 46,7 % u odnosu na neojačanu leguru.



**Slika 2.12** Mikrostruktura ALFA kompozita prije i nakon žarenja na 850 °C [65]

Pri zagrijavanju ALFA kompozita iznad 850 °C dolazi do kemijskih reakcija koje dovode do redukcije silicijevih i željeznih oksida. Reakcije u potpunosti završavaju nakon 10 sati [80,81].

U literaturi je opisano i dobivanje pjene na osnovu aluminijske matrice s dodatkom lebdećeg pepela, što je zanimljivo s aspekta izolacije i elastičnosti pjenastih metala. Dodatak pepela nije uzrokovao promjene u stabilnosti pjene, čestice pepela su ravnomjerno distribuirane u stjenkama ćelija pjena, a s povećanjem udjela pepela povećana je i apsorpcija energije [26].

Općenito se može zaključiti da se dodavanjem lebdećeg pepela kao ojačala u matricu na aluminijskoj osnovi može dobiti kompozit s poboljšanim svojstvima: povećati tvrdoća, čvrstoća i otpornost prema trošenju, uz istodobno smanjenje gustoće. Učinkovita uporaba lebdećeg pepela u proizvodnji kompozita može problem njegovog skladištenja i zbrinjavanja svesti na minimum [71].

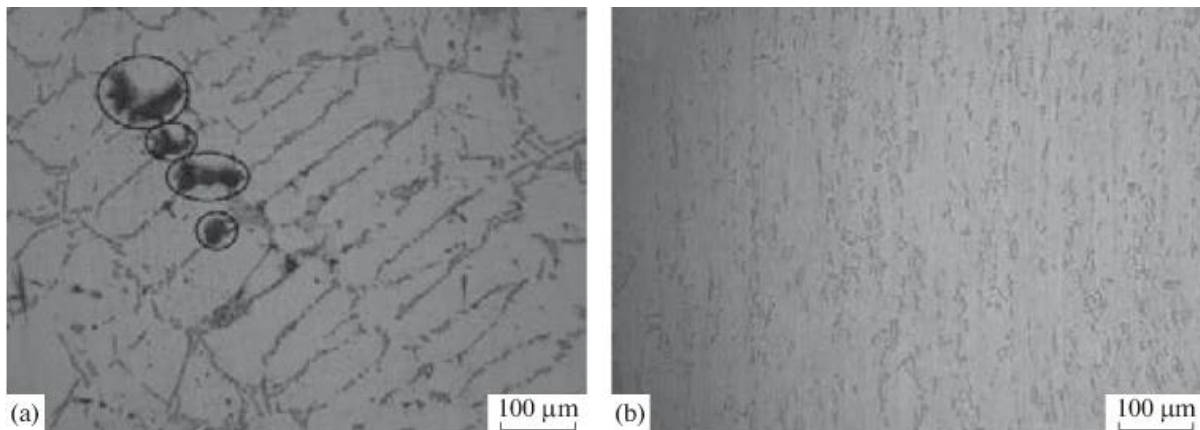
### 3. KUTNO KANALNO ISTISKIVANJE

#### 3.1. Utjecaj plastične deformacije na promjenu mikrostrukture materijala

Kao što je ranije već navedeno u poglavlju 1, izlaganjem aluminijskih legura ograničenoj plastičnoj deformaciji dolazi do povećanja njihove čvrstoće, slika 2.1 b). Danas su u uporabi različiti tehnološki postupci obrade plastičnom deformacijom: kovanje, prešanje, valjanje, istiskivanje i drugi, koji prvenstveno za cilj imaju promjenu oblika početnog materijala. Ispitivanja ovih procesa pokazala su da prilikom izlaganja metalnog materijala plastičnoj deformaciji uobičajeno dolazi do promjena mikrostrukture koje utječu i na promjenu njegovih svojstava kao što su čvrstoća, tvrdoća, poroznost, korozivna postojanost, otpornost na trošenje i druge. Intenzitet spomenutih promjena ovisi o nizu utjecajnih čimbenika:

- kemijskom sastavu materijala
- tipu plastične obrade, odnosno pravcu, smjeru i intenzitetu djelovanja mehaničkih naprezanja
- stupnju i brzini deformacije
- da li se obrada provodi u toplom ili hladnom stanju.

Radi ilustracije na slici 3.1 prikazana je promjena mikrostrukture legure aluminijske oznake AlSi7Mg0,3 izazvana plastičnom deformacijom pri postupku protusmjernog istiskivanja.



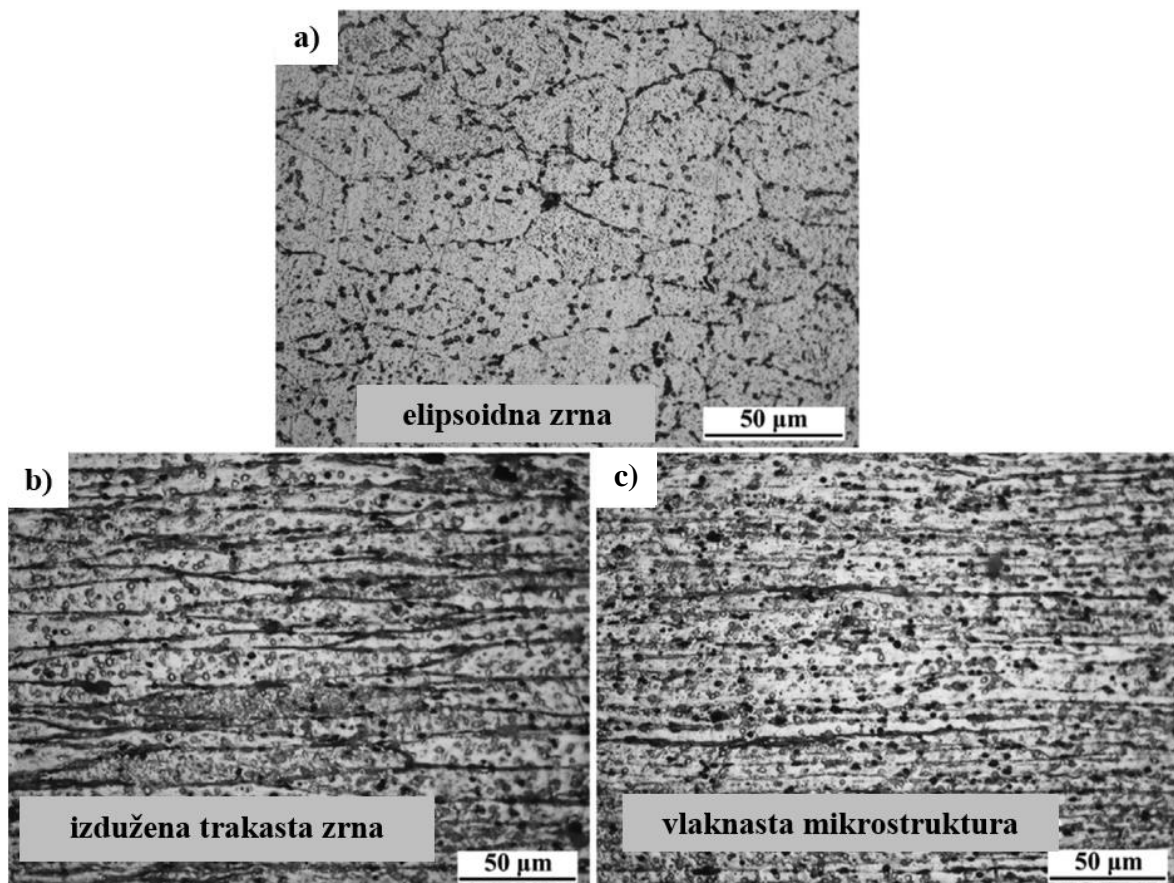
**Slika 3.1** Mikrostruktura legure AlSi7Mg0,3: a) lijevane, b) nakon istiskivanja [82]

Kod legure u lijevanom stanju, prikazane na slici 3.1 a), vide se krupna zrna primarnih  $\alpha_{Al}$ -kristala mješancu okruženih česticama Si i intermetalnim fazama. Struktura je tipična ljevačka, dendritna. Crnim krugovima označene su pore nastale stezanjem legure pri hlađenju. Slika 3.1 b) pokazuje da nakon protusmjernog istiskivanja dolazi do velike promjene mikrostrukture. Čestice Si su fragmentirane, dendritna struktura je razbijena i usmjerena uslijed značajne



plastične deformacije. Struktura je kompaktnija i zbijenija, što za posljedicu ima smanjenje poroznosti, kao i povećanje čvrstoće i žilavosti [82].

Na drugom primjeru, slika 3.2, vidljiva je promjena mikrostrukture aluminijske legure oznake EN AW-2024, primarno dobivene metalurgijom praha. Legura je podvrgnuta valjanju u hladnom stanju, sa stupnjem deformacije od 20, 60 i 80 %. Veći stupanj deformacije izazvao je i veće izduženje kristalnih zrna u pravcu valjanja. Autori navode da pri kumulativnom povećanju stupnja deformacije od 0 – 80 % relativna gustoća raste od 98,31 % do 99,04 %, tvrdoća raste od 75,3 HV do 85,9 HV, a vlačna čvrstoća raste od 221,9 MPa do 302,9 MPa. Poboljšanje mehaničkih svojstava također se pripisuje kompaktnosti mikrostrukture, usitnjenosti zrna i dislokacijskom očvršću [83].



**Slika 3.2** Mikrostruktura legure 2024 nakon hladnog valjanja s redukcijom poprečnog presjeka od: a) 20 %, b) 60 % i c) 80 % [83]

Općenito se može zaključiti da se izborom optimalnih tehnoloških parametara obrade plastičnom deformacijom može izmijeniti mikrostruktura materijala s ciljem poboljšanja njegovih mehaničkih i drugih svojstava. Što je intenzitet plastične deformacije veći, veće su i

mikrostrukturne promjene te se može govoriti o primjeni značajne plastične deformacije (engl. *Severe Plastic Deformation – SPD*).

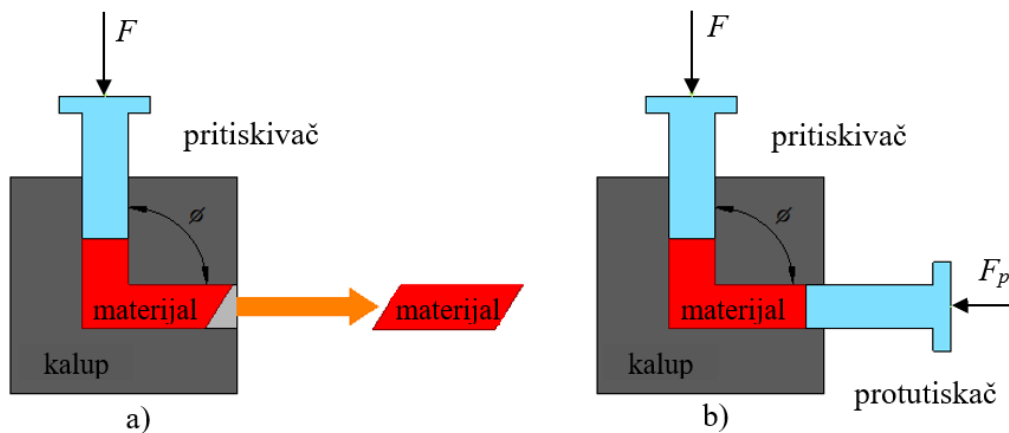
U radu [37] dan je pregled razvoja metode kutnoga istiskivanja koja pripada u tehnologiju obrade oblikovanja značajnom plastičnom deformacijom. Kao znanstveni koncept SPD je zasnovan na radu dobitnika Nobelove nagrade P.W. Bridgmana koji se bavio faznim transformacijama materijala koje nastaju u ekstremnim uvjetima vrlo visokog tlaka, temperature i smičnih naprezanja. Takvi uvjeti vladaju u Zemljinoj kori prilikom formiranja ruda i minerala. Kako bi simulirao ove uvjete Bridgman je razvio metodu kompresije visokim tlakom s torzijom (engl. *High-Pressure Torsion – HPT*). Navedena metoda i danas se uspješno koristi u laboratorijske svrhe [84], ali nije doživjela primjenu u industriji [37]. Želeći principe oblikovanja značajnom plastičnom deformacijom primijeniti u industrijske svrhe, autor rada [37] razvio je postupke kod kojih se ovakve deformacije postižu jednostavnijim tipom gibanja. Tako je nastala metoda kutnoga kanalnoga istiskivanja koja umjesto torzije koristi jednostavna smična naprezanja klizanja za promjenu mikrostrukture. Metoda se razvija i optimizira od 1980-ih godina i s vremenom postaje prva komercijalno primijenjena tehnika oblikovanja značajnom plastičnom deformacijom.

Princip tehnološkog postupka obrade kutnoga kanalnoga istiskivanja temelji se na istiskivanju materijala kroz kalup, koji ima dva jednaka kanala postavljena pod određenim kutom. Zbog promjene smjera kretanja (plastičnog tečenja) dolazi do pojave tangencijalnih naprezanja smicanja. Postoje različiti tipovi izvedbe postupka kutnoga istiskivanja ovisno o obliku alata i drugim utjecajnim parametrima.

### **3.2. Princip i dinamika procesa kutnoga istiskivanja**

Na slici 3.3 nalazi se shematski prikaz procesa obrade kutnoga istiskivanja. Alat za kutno istiskivanje postavlja se na prešu i sastoji iz dva dijela. Između pokretnog dijela (pritiskivača) i nepokretnog dijela (kalupa) treba postojati odgovarajući zazor. U kalupu su vidljiva dva kanala, koja trebaju biti jednakog geometrijskog oblika poprečnog presjeka i koji se sijeku pod unutarnjim kutom  $\Phi$ . Pokretni dio alata kreće se odozgo prema dolje i djeluje na materijal silom  $F$ . U prvoj fazi postupka, zbog djelovanja sile  $F$ , dolazi do prešanja materijala. Materijal je izložen tlačnom naprezanju pri čemu mu se smanjuje visina. Daljim djelovanjem sile  $F$  dolazi do klizanja slojeva materijala, pojave tangencijalnih naprezanja i skretanja u slobodni, horizontalni kanal. Uslijed djelovanja sila trenja između zidova kalupa i materijala dolazi do nejednakog kretanja pojedinih slojeva te komad izlazi sa zakošenim čeonim površinama. Kako se kalup ne bi često rastavljao, u vertikalni kanal postavlja se sljedeći komad materijala kojim

se do kraja istiskuje prethodni komad. Zbog toga će i druga čeona strana biti slično skošena, slika 3.3 a).



**Slika 3.3** Shematski prikaz kutnoga istiskivanja a) bez protutlaka, b) s protutlakom

Radi poboljšavanja mikrostrukture materijala, proces kutnoga istiskivanja može se provoditi na istom komadu nekoliko puta, odnosno u većem broju prolaza. Kako bi se komad pripremio za idući prolaz potrebno je poravnati čeone površine pri čemu nužno dolazi do gubitka određene količine materijala. To se može izbjeći primjenom dodatnog dijela alata (protutiskač), koji određenom silom  $F_p$  djeluje suprotno od smjera kretanja materijala izazivajući protutlak, slika 3.3 b). Korištenjem protutlaka dolazi do ravnomjernijeg tečenja materijala zbog čega čeone površine ostaju ravne. Iznos sile  $F_p$  može se podešavati, čime se može utjecati na mikrostrukturu i svojstva materijala što je prednost u odnosu na postupak bez protutlaka.

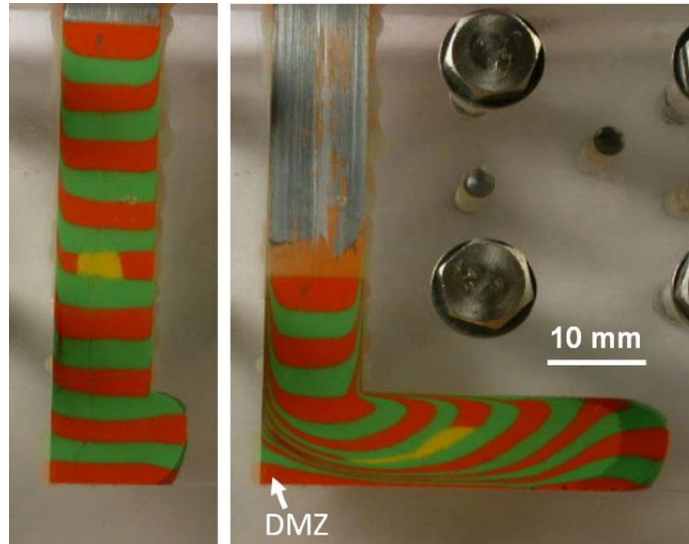
Kutno istiskivanje s protutlakom ima i neke nedostatke među kojima su najvažniji:

- Usporavanje kretanja materijala nužno dovodi do usporavanja cjelokupnog procesa zbog čega opada produktivnost.
- Dodavanjem protutiskača povećava se složenost alata i mehanizma njegovog upravljanja, što dovodi do povećanja cijene alata.
- Potrošnja energije je veća, jer je potrebno postići odgovarajuću silu  $F_p$ , odnosno protutlak.

### 3.3. Geometrija alata za kutno istiskivanje i deformacija materijala

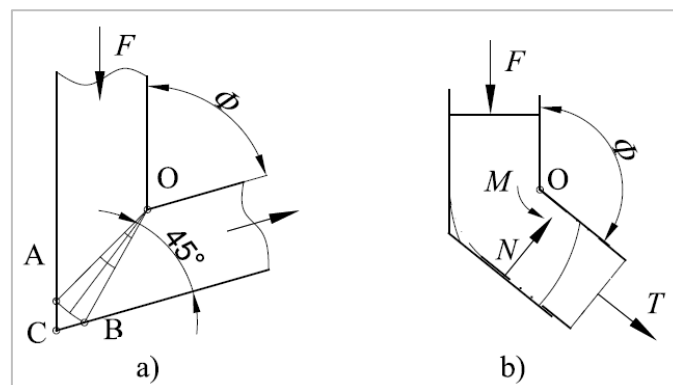
Geometrijski oblik alata za kutno istiskivanje definiran je oblikom kanala kalupa, koji mogu biti kružnog i kvadratnog poprečnog presjeka te unutarnjim kutom  $\Phi$ , koji međusobno zatvaraju kanali. O veličini ovog kuta ovisit će stanje naprezanja i deformacija u materijalu, koje je u

realnom procesu prilično heterogeno, što vrlo zorno prikazuje slika 3.4. Na slici je vizualizirana heterogenost deformacija pomoću plastelina u bojama. U donjem dijelu kanala strelicom je naznačeno područje u kojem se ne odvija smicanje i koje se uobičajeno naziva „mrtva zona materijala“ (engl. *Dead Material Zone – DMZ*). Heterogenost deformacija dovodi do neujednačenosti mikrostrukture i mehaničkih svojstava istisnutog materijala [38].



**Slika 3.4** Heterogenost deformacija pri procesu kutnoga istiskivanja [38]

Kako su deformacije u pojedinim dijelovima materijala vidno različite, tako u različitim zonama vladaju različita naprezanja. Osim tlačnih naprezanja uslijed prešanja, u materijalu su prisutna i velika smična naprezanja. Veličina ovih naprezanja direktno ovisi o kutu između kanala  $\Phi$ , slika 3.5.



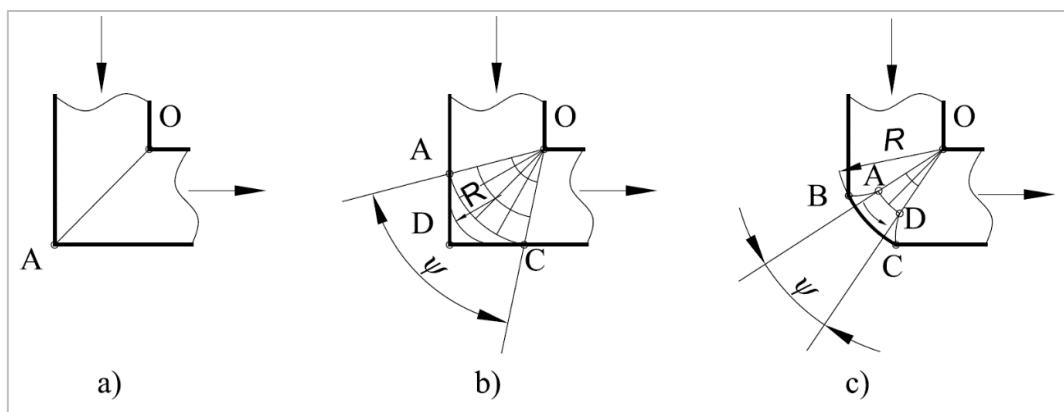
**Slika 3.5** Utjecaj kuta  $\Phi$  na idealni proces istiskivanja ( $\mu = 0$ ): a)  $\Phi < 90^\circ$ , b)  $\Phi > 90^\circ$  [37]

Ovaj kut mora biti odgovarajuće veličine - dovoljno velik da poveća akumulirano smicanje i dovoljno mali da smanji tlak prešanja. Za prvi kriterij vezana je slika 3.5 a) koja pokazuje

idealni proces kutnoga istiskivanja za kutove manje od  $90^\circ$ . Što je kut između kanala manji to je veće područje ABC. To je mrtva zona materijala ili područje u kojem se ne odvija smicanje čak i kad je zanemareno kontaktno trenje. Prema drugom kriteriju, kada je kut  $\Phi$  veći od  $90^\circ$  može se pojaviti savijanje materijala oko točke O, kao što pokazuje slika 3.5 b). Deformacija savijanjem umjesto čistog smicanja može se pojaviti i primjenom vlačne sile T. [37,38].

Za većinu materijala optimalna vrijednost kuta između kanala je  $90^\circ$  što rezultira maksimalnim smičnim naprežanjem po prolazu i prihvatljivim normalnim naprežanjem prešanja. Općenito, ovaj kut ne bi trebao biti veći od  $135^\circ$  [37].

Osim navedenog kuta  $\Phi$ , ovisno o radijusu zaobljenja na prelazu između kanala, definira se i vanjski kut  $\psi$ , slika 3.6 [37,38,84].



**Slika 3.6** Zone smicanja u procesu kutnoga istiskivanja: a) idealan slučaj  $\mu = 0$ , b) oštar prijelaz između kanala i  $\mu > 0$ , c) zaobljen prijelaz između kanala i  $\mu > 0$  [37]

U idealnom slučaju, kada se zanemari kontaktno trenje, tijekom procesa kutnoga istiskivanja dolazilo bi do smicanja materijala u jednoj ravnini, predstavljenoj na slici 3.6 a) linijom OA. U tom slučaju, deformacija koja se odvija u ovoj ravnini bila bi izazvana čistim smicanjem i ne bi bilo promjene oblika materijala nego samo promjene mikrostrukture, čemu se i teži. Međutim, kontaktno trenje između materijala i zidova kalupa u realnom procesu ne može se zanemariti te umjesto ravnine smicanja u realnosti postoji zona smicanja koja je definirana kutom  $\psi$  (slike 3.6 b i c). Ovaj kut je jedan od važnijih parametara procesa kutnoga istiskivanja i ovisi o obliku kanala i veličini kontaktnog trenja. Na slici 3.6 b) i c) linije prikazane unutar zone smicanja predstavljaju ravnine klizanja materijala za realan slučaj,  $\mu > 0$ .

Slika 3.6 b) pokazuje slučaj kada je trenje jednako u oba kanala, a alat ima vrlo oštar prijelaz u točki D, uz mali ili nikakav radijus. Distribucija linija klizanja unutar kružnog odsječka OAC je ravnomjerna dok ih u području ACD uopće nema - mrtva zona. U mrtvoj zoni dolazi do prijanjanja materijala uz dno kalupa što povećava trenje do maksimalnih vrijednosti, bez obzira

na korištenje sredstva za podmazivanje. Ukoliko radijus zaobljenja alata između vertikalnog i horizontalnog kanala u točki D ostane unutar mrtve zone distribucija linija klizanja ostat će slična kao na slici 3.6 b). Neki alati imaju pri točki D veći radijus, kao što pokazuje slika 3.6 c). Ovdje se uz središnji kružni odsječak AOD pojavljuje i zona krute rotacije ADCB oko središta O. Smična naprezanja duž granice BC mogu varirati od 0 do maksimalne vrijednosti. Ovaj slučaj je posebno manjkav zbog značajne nejednolikosti deformacija po cijelom poprečnom presjeku materijala [37].

Deformacija smicanja  $\gamma$  i efektivna plastična deformacija  $\varepsilon_{eq}$  pri postupku kutnoga istiskivanja ovise o kutovima  $\Phi$  i  $\psi$  i računaju se prema izrazima:

$$\gamma = N \left[ 2 \cot \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \csc \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (3.1)$$

$$\varepsilon_{eq} = N/\sqrt{3} \left[ 2 \cot \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \csc \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (3.2)$$

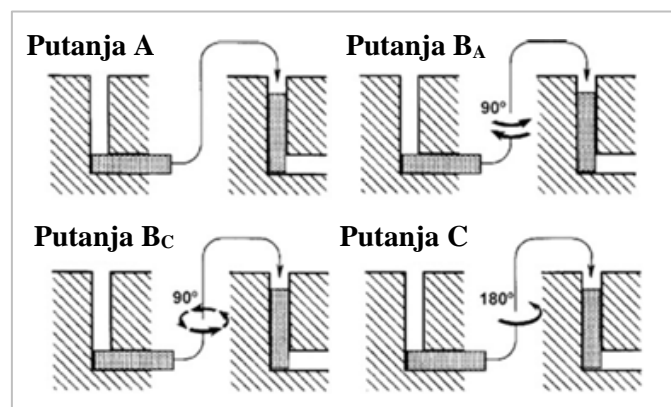
gdje je  $N$  broj prolaza kutnoga istiskivanja, odnosno stupanj deformacije.

Kako bi se smanjila heterogenost deformacija, a samim time i heterogenost mikrostrukture, radni komad materijala se izlaže većem broju prolaza kutnoga istiskivanja.

### 3.4. Putanje obrade pri većem broju prolaza kutnoga istiskivanja

Ukoliko se koristi veći broj prolaza kutnoga istiskivanja, postiže se i veći stupanj deformacije, što prate i veće mikrostrukturne promjene. Nakon svakog prolaza, radni komad se može prema određenoj putanji zakrenuti prije nego se ponovno postavi u kalup.

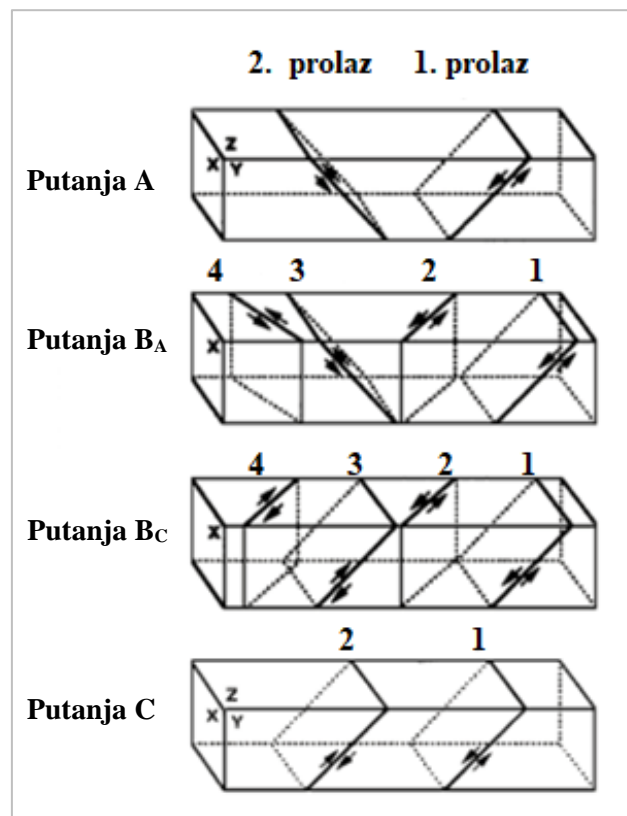
Na slici 3.7 prikazane su četiri najčešće korištene putanje obrade.



**Slika 3.7** Četiri osnovne putanje kod kutnoga istiskivanja [38–42,85]

Kod putanje A nema zakretanja materijala nego se u sljedećem prolazu kutnoga istiskivanja materijal postavlja na isti način kao u prvom, odnosno prethodnom. Putanja B<sub>A</sub> podrazumijeva da se radni komad okrene oko svoje osi za 90° nakon svakog prolaza, naizmjenično u jednu pa na drugu stranu. Kod putanje B<sub>C</sub> komad se nakon svakog prolaza okreće za kut od 90°, ali uvijek u istom smjeru. Putanja C podrazumijeva okretanje radnog komada za kut od 180°.

Promjenom putanje mijenjaju se ravnine smicanja materijala, slika 3.8, gdje se za isti broj prolaza primjenom različitih putanja mogu dobiti različite mikrostrukture materijala. Eksperimentalno je pokazano da nakon jednog prolaza kutnoga istiskivanja mikrostruktura postaje izdužena, a elongacija kristalnih zrna paralelna je s primarnim sustavom klizanja [85]. Nakon svakog novog prolaza mikrostruktura se usitnjava. Ultra fina mikrostruktura najbrže se dobije korištenjem putanje B<sub>C</sub> [37–42,86].



**Slika 3.8** Ravnine smicanja za različite putanje u procesu kutnoga istiskivanja

Učinak putanja i stupnja deformacije ili broja prolaza na mikrostrukturu materijala analiziran je na različitim materijalima. Općenito se može zaključiti sljedeće:

- veći broj prolaza dovodi do poboljšanja strukture, odnosno do usitnjavanja kristalnih zrna
- s većim brojem prolaza može se povećati čvrstoća i tvrdoća materijala, a smanjiti poroznost i trošenje

- nakon većeg broja prolaza kod nekih materijal duktilnost se smanji toliko da postanu izrazito krhki
- najbrže ujednačavanje mikrostrukture postiže se primjenom putanje B<sub>C</sub>.

### 3.5. Ostali utjecajni parametri obrade kutnoga istiskivanja

Na konačni ishod procesa kutnoga istiskivanja osim gore navedenih utječu i drugi specifični parametri:

- kontaktno trenje
- brzina pritiskivača
- radni tlak ili sila istiskivanja
- protutlak
- radna temperatura.

#### 3.5.1. Kontaktno trenje

Između zidova kalupa i materijala uvijek je prisutno kontaktno trenje koje izaziva različitu brzinu pomicanja pojedinih slojeva materijala, a time i nehomogenost deformacija. Kao što je ranije opisano, ako bi kontaktno trenje bilo jednako u oba kanala ravnine klizanja bile bi ravnomjerno raspoređene kao na slici 3.6 b). Međutim, na osnovu izgleda plastelina na slici 3.4 može se uočiti da su se različiti slojevi, zbog različitih vrijednosti sile trenja, kretali različitom brzinom. Pokazalo se, da je trenje obično veće u horizontalnom nego u vertikalnom kanalu, a najveće je pri dnu horizontalnog kanala [37,38]. Za proces kutnoga kanalnoga istiskivanja optimalno je da kontaktno trenje bude što manje te je neophodno podmazivati radni komad i kalup. Radi smanjenja kontaktnog trenja, razvijeni su postupci kutnoga istiskivanja s pokretnim plohamo kanala [37].

#### 3.5.2. Brzina pritiskivača

Brzina pokretnih dijelova alata kod tehnoloških postupaka obrade plastičnom deformacijom može imati različit utjecaj na kvalitetu obrađenih komada. Kod nekih postupaka visokobrzinske obrade, kao što su kovanje, valjanje te probijanje i prosijecanje, povećanje brzine deformacije dovodi do povećanja kvalitete proizvoda. Kod drugih postupaka, kao što su prešanje, istiskivanje i provlačenje žice, bolja kvaliteta se postiže nižim brzinama. U ovoj grupi nalazi se i postupak kutnoga kanalnoga istiskivanja, gdje je potrebna niža brzina kako bi se uspostavilo



kontinuirano plastično tečenje materijala. Pri većim brzinama pritiskivača moguće je zaglavljanje materijala i oštećenje kalupa.

Ispitivanja na aluminiju pokazala su da se s nižim vrijednostima brzine istiskivanja dobije bolja mikrostruktura materijala [87]. Također je važno da brzina kretanja pritiskivača tijekom cijelog postupka bude što ravnomjernija [37].

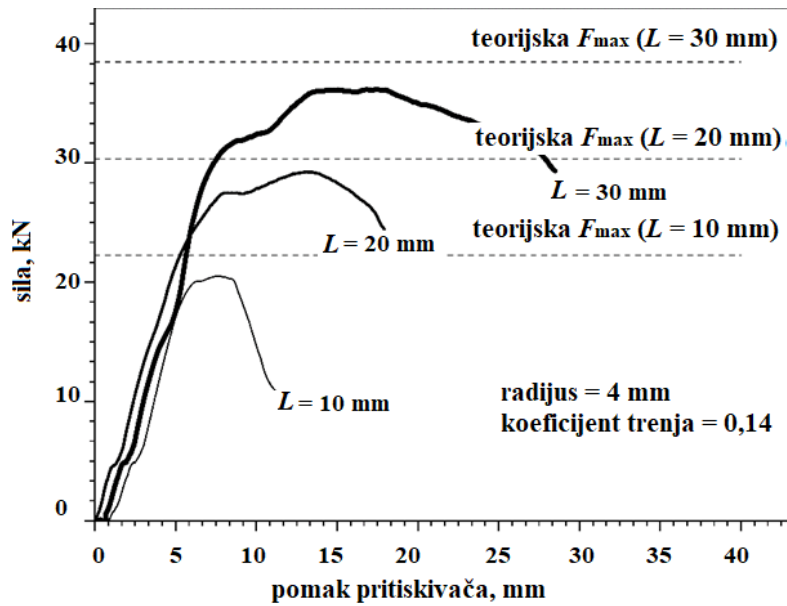
### 3.5.3. Radni tlak i sila istiskivanja

Radni tlak je tlak kojim pritiskivač djeluje na materijal, producirajući pri tome radnu silu istiskivanja  $F$ . Ova sila mora biti dovoljno velika da savlada otpor materijala prema plastičnoj deformaciji, kao i sile kontaktnog trenja između materijala i kalupa. Kako na vrijednost kontaktnog trenja utječe i geometrija alata, to će i oblik alata utjecati na potrebnu radnu silu. Radi potrošnje energije, poželjno je da sila istiskivanja bude što manja.

Djelovanje sile istiskivanja u materijalu izaziva složeno stanje naprezanja i deformacija. Kao što je ranije već opisano u pojedinim dijelovima materijala ne vladaju ista naprezanja, odnosno uslijed promjene smjera kretanja dolazi do promjene iz tlačnog naprezanja, koje je prisutno u vertikalnom kanalu, u smično naprezanje.

Promjena sile tijekom procesa kutnoga istiskivanja uzrokovana je različitim faktorima. Koristeći određena pojednostavljenja, moguće je metodom „gornje granice“ (engl. *Upper Bound*) doći do analitičkog modela za izračunavanje sile istiskivanja i deformacijske zone te donijeti zaključke o potrošnji energije unutar materijala [88,89]. Analitički model sile istiskivanja u [88] potvrđen je eksperimentalnim postavom, gdje su kutno istiskivani komadi aluminijske legure oznake AA6061-T6 različitih dužina i promjera. Kut između kanala iznosio je  $120^\circ$ . Na slici 3.9 i slici 3.10 prikazan je utjecaj dimenzija radnog komada na silu istiskivanja. Pokazalo se da su za veće dimenzije materijala potrebne veće vrijednosti sile istiskivanja.

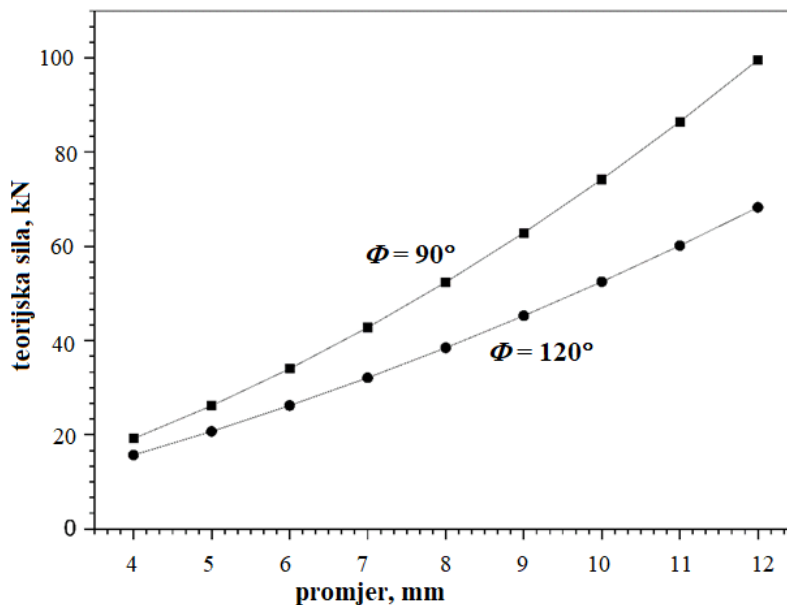
Eksperimentalni dijagrami na slici 3.9 prikazuju ovisnost između sile procesa i pomaka pritiskivača za različite duljine radnog komada  $L$  i konstantnog promjera od 8 mm. Rezultati pokazuju izvrsno slaganje teorijskog modela s eksperimentalnim rezultatima, s maksimalnim odstupanjem od samo 6 %. Oblik krivulja je karakterističan za procese ekstruzije i na svakoj od njih mogu se razlučiti tri faze. Linearni dio krivulja predstavlja fazu prešanja u kojoj je trenje statičko. U drugoj fazi dolazi do tečenja materijala, trenje prelazi iz statičkog u dinamičko, a prirast sile za isti pomak je manji. U trećoj fazi djeluje samo dinamičko trenje i stoga dolazi do smanjenja sile istiskivanja [88].



**Slika 3.9** Eksperimentalni dijagrami „sila - pomak pritiskivača“ [88]

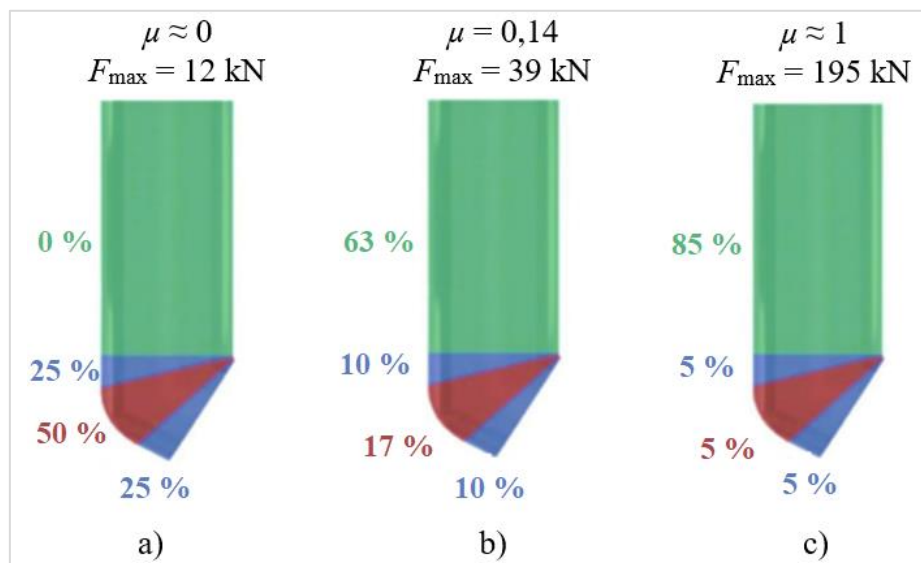
Na slici 3.10 prikazana je ovisnost sile istiskivanja, dobivene primjenom teorijskog modela, o promjeru radnog komada. Svi uzorci su imali jednaku duljinu radnih komada od 30 mm. Na slici je također vidljiv utjecaj kuta između kanala na silu istiskivanja. Za kut od  $90^\circ$  potrebna je veća radna sila nego za kut od  $120^\circ$ . Porastom promjera radnog komada ova razlika postaje sve veća [88].

Može se zaključiti da je za istiskivanje predmeta većih dimenzija potrebna veća radna sila, a samim time veća je i potrošnja energije.



**Slika 3.10** Utjecaj promjera radnog komada i kuta  $\Phi$  na teorijsku silu istiskivanja [88]

Na slici 3.11 prikazana je ovisnost sile istiskivanja i utrošene energije tijekom procesa istiskivanja o kontaktnom trenju. Rezultati su dobiveni primjenom analitičkog modela uz pretpostavku da je koeficijent trenja konstantan. Prema prikazanim rezultatima vidi se da je korištenjem odgovarajućeg sredstva za podmazivanje moguće smanjiti silu istiskivanja i do petnaest puta. Kada je koeficijent trenja  $\mu \approx 0$ , slika 3.11 a), energija potrebna za provođenje procesa troši se u zoni deformacije po 25 % na ulazu i izlazu iz zone, a 50 % u središnjem dijelu. Ukoliko se vrijednost koeficijenta kontaktnog trenja približi jedinici  $\mu \approx 1$ , slika 3.11 c), 85 % energije procesa potroši se za savladavanje trenje na ulazu kalupa, što cijeli proces čini nedovoljno efikasnim [88].



**Slika 3.11** Utjecaj trenja na silu istiskivanja i potrošnju energije tijekom procesa kutnoga istiskivanja [88]

#### 3.5.4. Protutlak

Korištenjem protutlaka pri kutnom kanalnom istiskivanju usporava se kretanje materijala u horizontalnom kanalu i utječe na stanje kontaktnog trenja, kao i na zonu deformacije. Proces kutnoga istiskivanja s povratnim tlakom prikazan je ranije na slici 3.3 b). Ispitivanja na čistom aluminiju pokazala su da se s povećanjem povratnog tlaka u iznosu od 0 do 60 MPa smanjuje deformacijska zona i povećava simetričnost linija protoka materijala [90]. Time naprezanje smicanja postaje dominantno u odnosu na tlačno naprezanje te se proces približava idealnom.

Proces kutnoga istiskivanja s protutlakom uspješno je primijenjen za konsolidaciju praha. Pokazalo se da korištenje protutlaka pri kutnoj konsolidaciji omogućuje da se čestice od nano do mikro razine konsolidiraju u potpunosti pri mnogo nižim temperaturama i pod mnogo jednostavnijim uvjetima [46,47,91].

### 3.5.5. Radna temperatura

Procesi plastičnog deformiranja kutnoga istiskivanja mogu se odvijati pri različitim radnim temperaturama. Općenito se očekuje da se s povećanjem radne temperature olakša proces obrade plastičnom deformacijom. Međutim, kada je riječ o materijalima na aluminijskoj osnovi pri povećanju radne temperature značajnu ulogu u konačnoj mikrostrukturi igra i precipitacijsko očvršćivanje pa to ne mora uvijek biti slučaj. Proces kutnoga istiskivanja nije do kraja ispitan u ovom pogledu te značajna plastična deformacija uslijed smicanja na povišenoj radnoj temperaturi može imati specifičan učinak na konačnu strukturu materijala.

Na primjer, prilikom istraživanja učinaka procesa kutnoga istiskivanja pri različitim temperaturama (20, 120, 150 i 180 °C) na mikrostrukturu i mehanička svojstva legure oznake Al 7075 pokazalo se da optimalna temperatura s aspekta poboljšanja mehaničkih svojstava iznosi 120 °C. Povećanjem radne temperature sa sobne do 120 °C povećana je tvrdoća i vlačna čvrstoća, dok su se s daljnjim povećanjem temperature ova svojstva smanjivala. Mikrostrukturna analiza pokazala je da poboljšanje mehaničkih svojstava treba pripisati usitnjavanju kristalnih zrna. Sitnozrnata struktura dobivena je nakon 3 ili 4 prolaza, pri različitim temperaturama istiskivanja [92].

U radu [93] opisan je utjecaj niske radne temperature od –60 °C pri kanalnom kutnom istiskivanju na mehanička svojstva kompozita na osnovi Al-legure oznake AA2017, ojačanog s 10 % SiC. Rezultati ukazuju na smanjenje nestabilnog plastičnog toka pri nižoj temperaturi, povećanje vlačne čvrstoće od 25 % u odnosu na početno stanje, ali uz smanjenje duktilnosti.

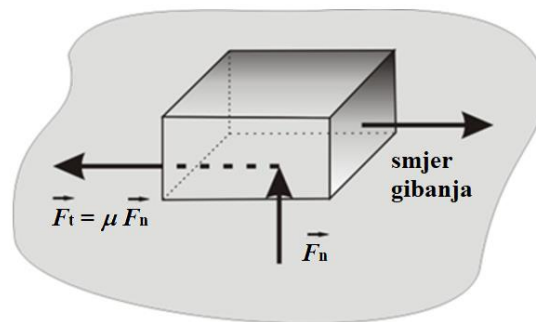
Da bi se ispitaio utjecaj temperature na proces kutnoga istiskivanja potrebno je imati precizno upravljanje radnom temperaturom što zahtijeva dodatne troškove za izradu alata. Najčešće se kutno istiskivanje s povišenom temperaturom koristi u konsolidaciji praha.

## 4. TRIBOLOGIJA

### 4.1. Definicija i osnovni pojmovi

Riječ „tribologija“ potječe od grčkih riječi „τριβή“ što označava trenje i „λογία“ - znanost te bi se doslovnim prijevodom tribologiju moglo definirati kao znanost o trenju. Koliko je to multidisciplinarna, zahtjevana i nedovoljno istražena znanstvena disciplina pokušat će se približiti sljedećim razmatranjima.

Ukoliko se dva tijela nalaze u kontaktu i međusobno se relativno gibaju, na dodirnim površinama javlja se otpor tom gibanju, koji nazivamo kontaktno trenje. Kontaktno trenje se manifestira kao sila trenja  $F_t$  koja je paralelna pravcu gibanja, a suprotnog je smjera i koju je potrebno savladati da bi se tijelo gibalo. Na slici 4.1 prikazane su karakteristične fizikalne veličine trenja klizanja.



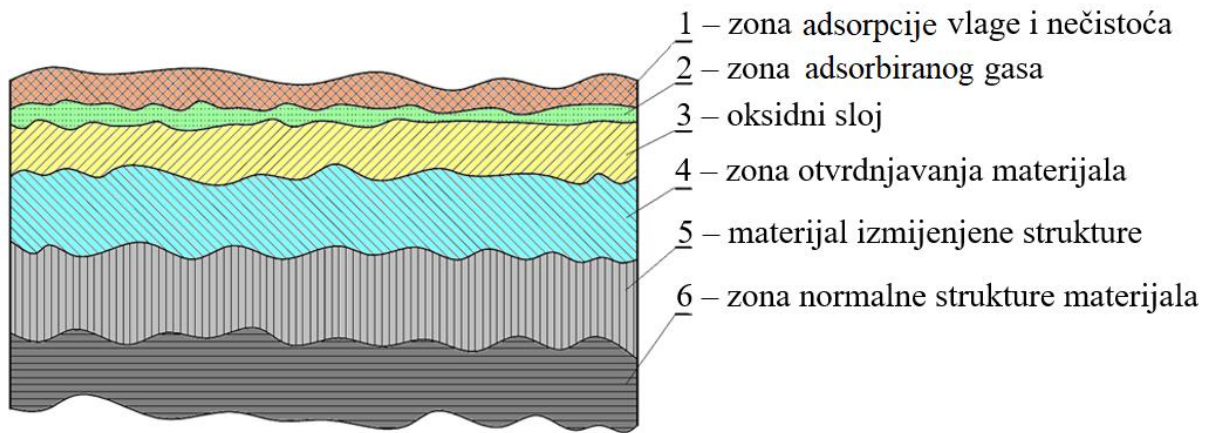
**Slika 4.1** Karakteristične fizikalne veličine trenja klizanja

Veličina trenja uobičajeno se procjenjuje na osnovu koeficijenta trenja  $\mu$ , koji prema Coulombovom zakonu trenja predstavlja omjer sile trenja  $F_t$  i normalnog opterećenja  $F_n$ , a ovisi o stanju na dodirnim površinama u kontaktu:

$$\mu = \frac{F_t}{F_n} \quad (4.1)$$

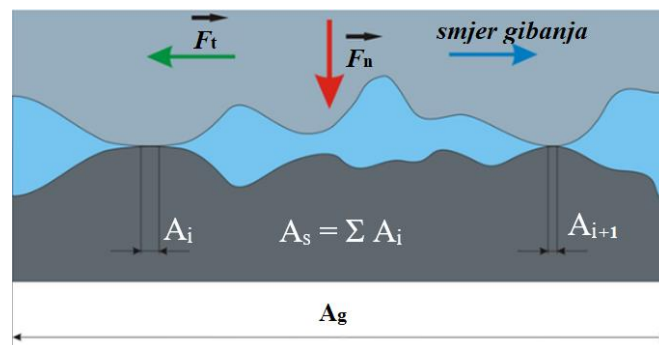
Ovisno o vrsti materijala, kao i njegovoj prethodnoj obradi, u površinskom sloju materijala može doći do formiranja različitih slojeva. Na slici 4.2 shematski je prikazan raspored pojedinih zona u poprečnom presjeku. Slobodna površina materijala koja obuhvaća zone 1, 2 i 3, izložena je atmosferskim utjecajima i može sadržavati slojeve adsorbirane vlage, plinova, prašine i sličnih nečistoća, a kod metala se javlja i oksidirajući sloj. Uslijed djelovanja tlaka i povišene temperature tijekom prethodne mehaničke obrade materijala može doći do promjene

mikrostrukture u površinskom sloju i do otvrdnjavanja (zone 4 i 5) te se stoga ovaj sloj naziva i „defektni sloj“ [59,94].



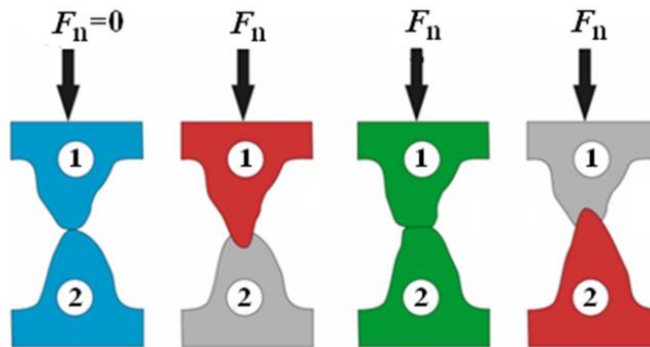
**Slika 4.2** Prikaz presjeka površinskog sloja materijala [58,59,94]

Navedeni elementi površine u kontaktu utjecat će na oblik površina u relativnom gibanju, kao i na dinamiku procesa koji se pri tome odvijaju. Bez obzira na kvalitetu obrađene površine, dva materijala u dodiru imaju određenu hrapavost uslijed čega se kontakt nikad ne ostvaruje po cijeloj nominalnoj geometrijskoj površini  $A_g$ , nego po vrhovima mikroneravnina. Stvarna dodirna površina  $A_s$  je puno manja od nominalne. Na slici 4.3 shematski je prikazana morfologija dviju površina koje se relativno gibaju.



**Slika 4.3** Morfologija dodirnih površina [59]

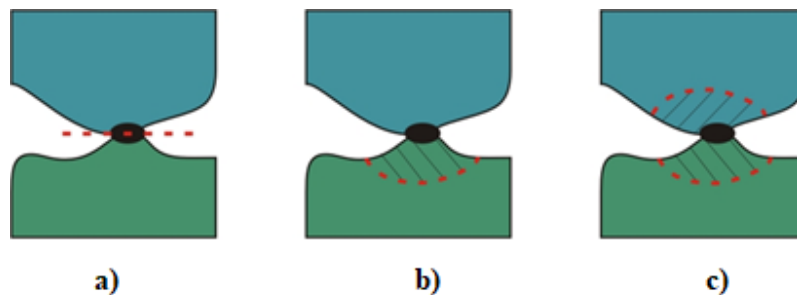
Pri kontaktu vrhova mikroneravnina mogu nastati različiti slučajevi kao što prikazuje slika 4.4. Kada je  $F_n = 0$  ne dolazi do promjene oblika mikroneravnina. U slučaju da je jedan materijal tvrdi, slika 4.4 b) i d), on će prodirati u površinu mekšeg i oblik mikroneravnina se mijenja. Kada su dva materijala podjednake tvrdoće, slika 4.4 c), dolazi do promjene oblika mikroneravnina na oba. Ove deformacije mogu biti i elastične i plastične.



**Slika 4.4** Međudjelovanje dvaju materijala pri kontaktu [58,59,94]

Ako se površine u kontaktu počnu međusobno gibati zbog elasto-plastičnih deformacija i sile trenja dolazi do stvaranja topline na mikrolokacijama, koja može dovesti do njihovog hladnog zavarivanja. Nastavkom relativnog gibanja dolazi do razaranja netom nastalih mikrozavara, što dovodi do trošenja materijala. Pri tome mogu nastati tri slučaja prikazana na slici 4.5:

- Ako je materijal mikrozavara mekši od osnovnih materijala, smicanje nastaje na samom spoju, vrhovi neravnina postaju manji, trošenje je neznatno, a trenje se smanjuje.
- Ako je materijal mikrozavara tvrdi od oba osnovna materijala, a osnovni materijali su različite tvrdoće, do odvajanja dolazi u površinskom sloju mekšeg materijala. Tvrdi materijal izaziva brazdanje, odnosno odnošenje čestica mekšeg materijala. Nastavkom relativnog gibanja ovi produkti trošenja mijenjaju stanje na dodirnim površinama na način da dodatno povećavaju trenje.
- Ako je materijal mikrozavara tvrdi od oba osnovna materijala, a oni su podjednake tvrdoće, doći će do oštećenja i trošenja obiju površina. I u ovom slučaju pojavit će se produkti trošenja koji mijenjaju stanje na dodirnim površinama i povisuju trenje.



**Slika 4.5** Smicanje mikrozavara [59,94]

Prostor između površina u kontaktu može biti ispunjen zrakom i u tom slučaju se radi o „suhom trenju“ pri čemu je trenje maksimalno. Navedeni prostor može biti ispunjen sredstvom za podmazivanje i tada se radi o indirektnom kontaktu. Zadatak maziva je smanjiti kontaktno trenje odvođajući toplinu i produkte trošenja iz područja dodira. Uzevši u obzir da postoje različita sredstva za podmazivanje, kao i različiti sustavi za dovođenje maziva u zonu kontaktnog trenja, problem se dodatno usložnjava. Prema svemu opisanom jasno je da se u zoni dodirnih površina odvijaju složeni fizikalni, kemijski, mehanički i termodinamički procesi.

Svi ti procesi predmet su istraživanja tribologije, multidisciplinarnе znanstvene discipline koja proučava pojave i procese na površinama elemenata koji su u uzajamnom djelovanju, direktnom ili indirektnom kontaktu i relativno se gibaju [58].

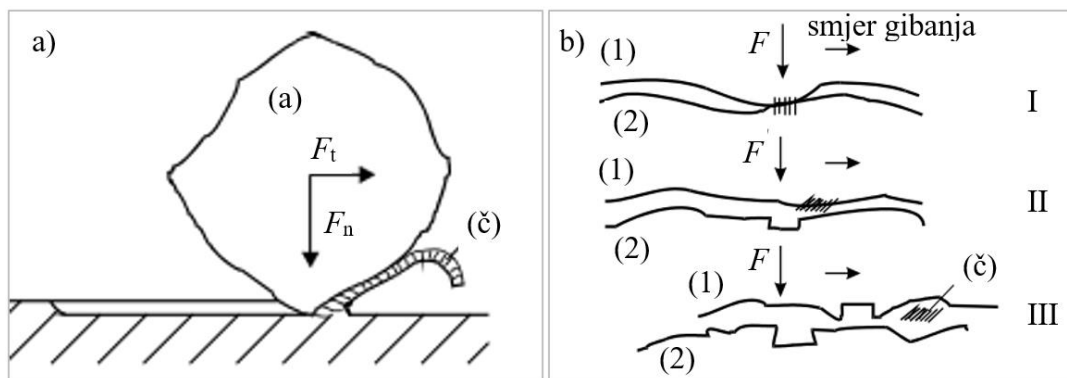
## **4.2. Mehanizmi trošenja**

Trenje na dodirnim površinama izaziva zagrijavanje i trošenje materijala. Stoga je trenje uzročnik gubitaka energije u mehaničkim sustavima dok je trošenje materijala osnovni razlog dotrajanja i potrebe zamjene dijelova u tim sustavima. Stalna težnja za povećanjem produktivnosti i efikasnosti strojarskih sustava, to jest za povećanjem brzine, radnog opterećenja i radnih temperatura, dovodi u prvi plan opisane tribološke pojave. Potreba za proučavanjem ovih procesa postala je aktualna već s počecima industrijalizacije društva te se tribologija, kao posebna disciplina, pojavljuje 60-tih godina prošlog stoljeća [58,59]. Iako trenje u strojarskim sustavima uglavnom smatramo nepoželjnim, kod nekih procesa obrade plastičnom deformacijom određeni stupanj trenja može dovesti do poboljšanja dinamike procesa. Prema tome, zadatak tribologije je istraživanje pojava i procesa trenja i trošenja kod različitih mehaničkih sustava te optimizacija različitih parametara ovisno o uvjetima eksploatacije. Ovisno o radnim uvjetima, različiti materijali imat će različite odgovore na tribološko opterećenje te stoga postoje različiti mehanizmi trošenja [48,58,59]. Četiri su osnovna tipa: *abrazija*, *adhezija*, *umor površine* i *tribokorozija* [58].

### *4.2.1. Abrazija*

Abrazija je trošenje materijala mikrorezanjem ili mikrobrazdanjem. Mehanizam trošenja shematski je prikazan na slici 4.6 a). Čestice tvrdog materijala nepravilnog oblika (abraziv), prodiru u površinu mekšeg materijala izazivajući njegovo istiskivanje, plastičnu deformaciju, a zatim i odvajanje čestica (č). Čestice koje nastanu odvajanjem uslijed izloženosti visokoj temperaturi trenja mogu otvrdnuti te također postati abrazivne.





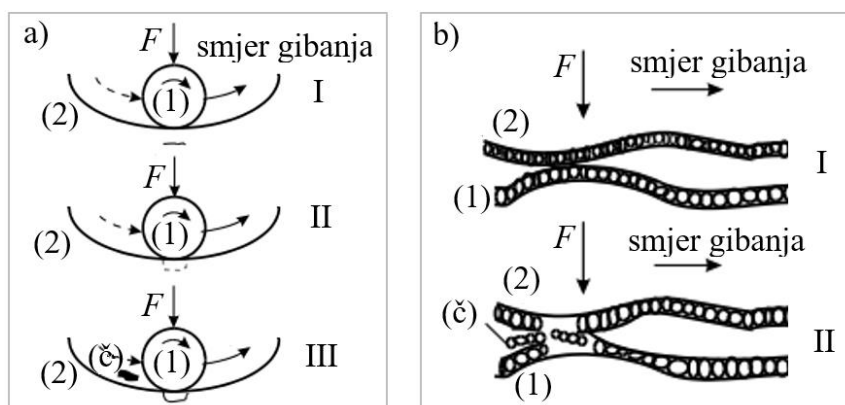
**Slika 4.6** Mehanizmi trošenja: a) abrazija, b) adhezija [58]

#### 4.2.2. Adhezija

Princip adhezijskog trošenja prikazan je na slici 4.6 b). Ovaj mehanizam podrazumijeva pojavu mikrozavara. U prvoj fazi (I) na kontaktu mikroneravnina adhezijske privlačne sile dovode do spontanog zavarivanja. Nastavkom relativnog gibanja (faza II) dolazi do raskidanja adhezijskog spoja (mikrozavara). Pri tome čestica trošenja (č) ostaje pričvršćena za jedan od materijala, dok s površine drugog biva „iščupana“. U trećoj fazi može, a ne mora, doći do potpunog odvajanja čestice s materijala na koji je navarena.

#### 4.2.3. Umor površine

Tijekom dugotrajnog djelovanja cikličkog opterećenja na mjestu koncentriranog dodira ispod površine materijala javlja se mikropukotina, slika 4.7 a). U ovoj fazi (I) nema još uvijek odnošenja čestica. U drugoj fazi (II) pukotina se razvija i izbija na površinu, dok u trećoj fazi (III) dolazi do ispadanja čestice. Na površini ostaje oštećenje u obliku rupice, zbog čega se ovaj vid trošenja naziva i rupičasto trošenje (engl. *pitting*).



**Slika 4.7** Mehanizmi trošenja a) umor površine, b) tribokorozija [58]

#### 4.2.4. Tribokorozija

Tribokorozija je mehanizam trošenja pri kojem se uz mehaničko trošenje istodobno odvijaju kemijske ili elektrokemijske reakcije. Princip je prikazan skicom na slici 4.7 b). Na površini materijala dolazi do korozije uslijed interakcije s okolišem (faza I). Produkti korozije su prikazani na slici 4.7 b) kao poseban sloj, koji se u fazi II djelomično ili potpuno razara uslijed relativnog gibanja materijala u zahvatu.

U realnim sustavima istovremeno može djelovati više osnovnih mehanizama trošenja, pri čemu je najčešće jedan od njih dominantan. S obzirom na mnogobrojne kombinacije unutarnjih i vanjskih čimbenika tribosustava, klasificirani su prema DIN 50320 i VDI 382 različiti specifični slučajevi trošenja: erozija krutim česticama, erozija kapljevnom, erozija plinom, kavitacijska erozija, klizno, kotrljajuće i udarno trošenje i dr. [48,58]. Prilikom karakterizacije materijala izvode se različiti laboratorijski testovi kojima se određuje tribološka otpornost [58,59]. Ovdje se navode samo neke od metoda koje su korištene za ispitivanje otpornosti na trošenje u analiziranoj literaturi:

- metode klizanja s rotirajućim diskom (engl. *ball on disc* [10]), (engl. *pin on disc* [31,40,60,79]), (engl. *block on disc* [57])
- metode udarnog djelovanja čestica: erozija krutim česticama u struji fluida (engl. *Solid Particle Erosion – SPE*) [49,50,54,55,95–97], suhi pijesak /gumeni kotač (engl. *dry sand / rubber wheel*) [78]
- metode udarnog djelovanja čestica fluida [52,53]

Jedan od značajnijih slučajeva trošenja je erozija krutim česticama, koja se često javlja u praksi i česti je predmet znanstvenih istraživanja.

### 4.3. Erozija krutim česticama

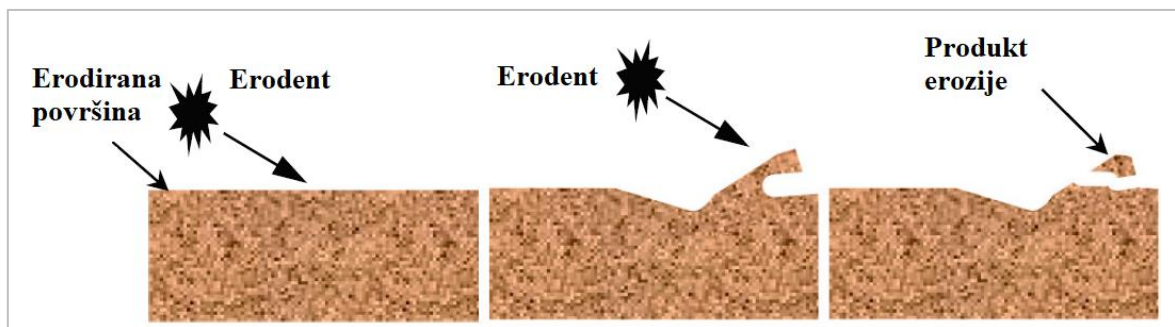
Erozija je proces odnošenja materijala uslijed udarnog djelovanja sitnih čestica krutine kapljevine ili plina na neku površinu [49,50,58,59]. U mnogim strojarskim sustavima kao što su cjevovodi, hidraulički i pneumatski elementi, komponente zrakoplova i automobila, pneumatski transport i drugi, javlja se problem trošenja elemenata sustava uslijed erozije krutim česticama. Krute čestice mogu biti čestice prašine, produkti trošenja i druge nečistoće, a kod pneumatskog transporta to je materijal koji se transportira. U navedenim sustavima krute čestice nošene strujom fluida (zraka, sredstva za podmazivanje ili radnog fluida) udaraju u površinu elemenata sustava izazivajući trošenje.

Pri ovom tribološkom opterećenju utjecajni parametri su [49,50]:

- materijal, oblik i dimenzije krutih čestica
- brzina strujanja krutih čestica
- radna temperatura
- upadni kut krutih čestica prema erodiranoj površini
- svojstva radnog fluida
- svojstva materijala erodiranih površina i drugi.

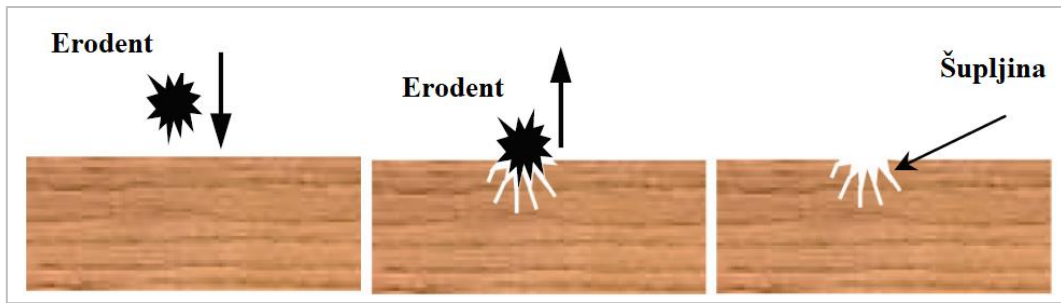
Upadni kut čestica erodenta je kut koji zatvara trajektorija ili vektor brzine gibanja čestica prema erodiranoj površini. Ovaj, izuzetno značajan, parametar direktno utječe na dominantni mehanizam trošenja. Pri eroziji krutim česticama mogu se javiti različiti mehanizmi trošenja istodobno. Najviše su zastupljeni umor površine i abrazijsko trošenje dok je, ovisno o svojstvima radnog fluida, puno manja mogućnost pojave tribokorozije i adhezije.

Ispitivanja su pokazala da ovisno o upadnom kutu čestica jedan mehanizam može prevladati u odnosu na drugi. Kao što je prikazano na slici 4.8, kada je upadni kut erodenta manji, dolazi do brazdanja osnovnog materijala što odgovara abrazijskom trošenju. Čisto abrazijsko trošenje javlja se pri upadnom kutu od  $0^\circ$  do  $15^\circ$ . Ovakav tip erozije krutim česticama naziva se abrazivna erozija [49,50,58].



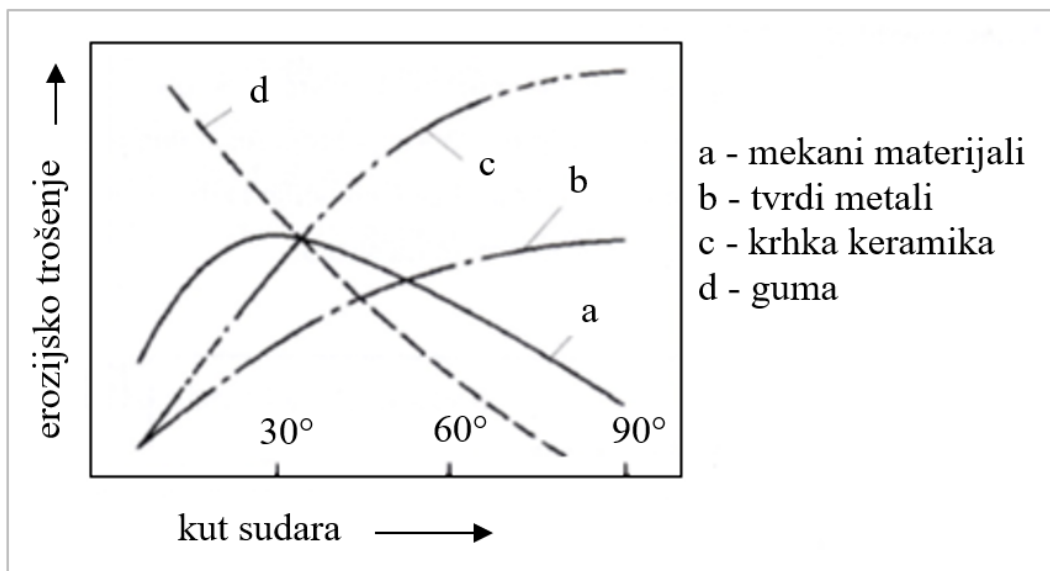
**Slika 4.8** Eroziya krutim česticama pri malom upadnom kutu erodenta [50]

Kontinuiranim udaranjem krutih čestica na lokaliziranom mjestu pod kutom od  $90^\circ$  u odnosu na površinu materijala, slika 4.9, dolazi do labavljenja spojeva na granicama mikrozrna te u konačnici do ispadanja čestice erodirane površine. Nema pojave mikrobrazdanja, odnosno trošenje materijala je izazvano čistim umorom površine. Eroziya pri gotovo okomitom upadu čestica naziva se udarna eroziya [49,50,58].



**Slika 4.9** Erozijski procesi pri upadnom kutu erodenta od  $90^\circ$  [50]

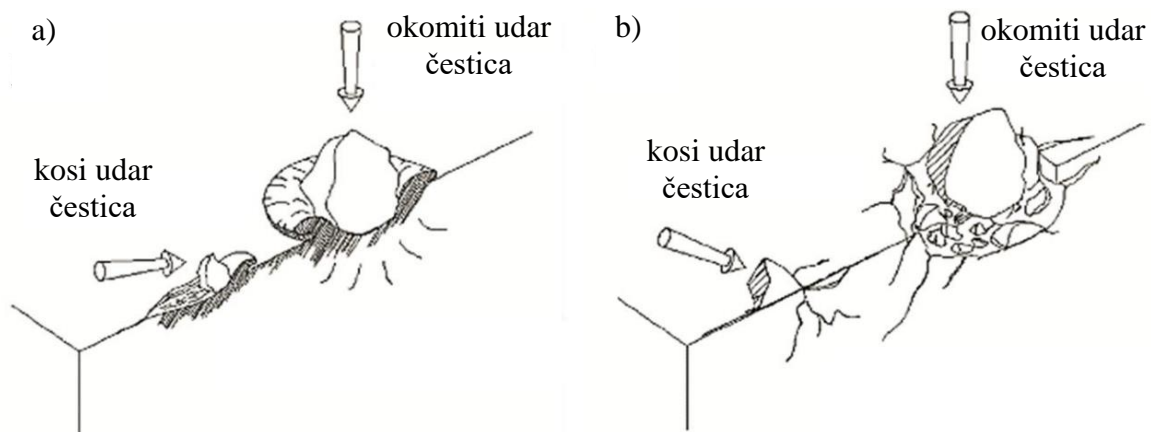
Istraživanja pokazuju da različiti materijali imaju različitu otpornost na eroziju krutim česticama u odnosu na upadni kut. Tako duktilni materijali pokazuju veću otpornost prema udarnoj eroziji, a krhki prema abrazivskoj [49,50,58]. Slika 4.10 pokazuje utjecaj upadnog kuta čestica na erozijsko trošenje različitih materijala.



**Slika 4.10** Utjecaj upadnog kuta čestice erodenta na erozijsko trošenje materijala [58]

Različit odgovor na eroziju krutim česticama izazvan je različitim elasto-plastičnim pojavama na mikrolokaciji. Tako je trošenje materijala ovisno i o elastičnim svojstvima, odnosno o sposobnosti apsorpcije energije udarnog djelovanja čestica.

Osim elastičnih, na mjestu udara, javljaju se i plastične deformacije koje ovise o upadnom kutu erodenta. Na slici 4.11 shematski je prikazan nastanak kratera ili šupljine pri različitim upadnim kutovima udara čestica i za različit tip materijala.



**Slika 4.11** Deformacija površine materijala: a) duktilnih, b) krhkih

Kod duktilnih materijala, slika 4.11 a), izraženije su pojave plastične deformacije. Prilikom udara čestice o površinu dio volumena biva istisnut. Pri manjem upadnom kutu određeni volumen je istisnut u smjeru kretanja čestice, a oblik kratera je izdužen s ispupčenjem na mjestu izlaza čestice. Pri okomitom udaru krute čestice istisnuti volumen u okolini čestice je gotovo osnosimetričan, a oblik kratera je kružno ulegnuće.




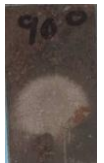





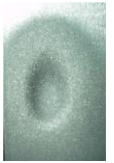
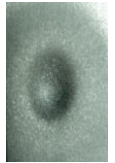
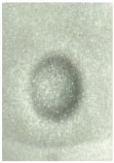


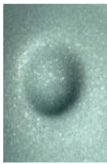











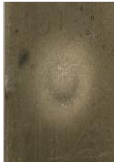





Kod krhkih materijala, slika 4.11 b), dolazi do pojave pukotina, a plastična deformacija nije izražena. Pri okomitom udaru trošenje je puno intenzivnije nego pri kosom udaru erodenta.

U radu [96] ispitivan je utjecaj upadnog kuta čestica pri eroziji različitih materijala. Krute čestice, nošene strujom komprimiranog zraka, udarale su u površinu testiranih materijala. Variran je upadni kut čestica i brzina strujanja. Većina materijala pokazala je duktilno ponašanje jer je njihova maksimalna brzina erozije postignuta pri nižim kutovima udara ( $30^\circ$  i  $45^\circ$ ), a brzina erozije znatno je smanjena pri većim upadnim kutovima od  $60^\circ$ ,  $75^\circ$  i  $90^\circ$ .

Najveću otpornost na eroziju pokazala je aluminijska legura oznake 6061.

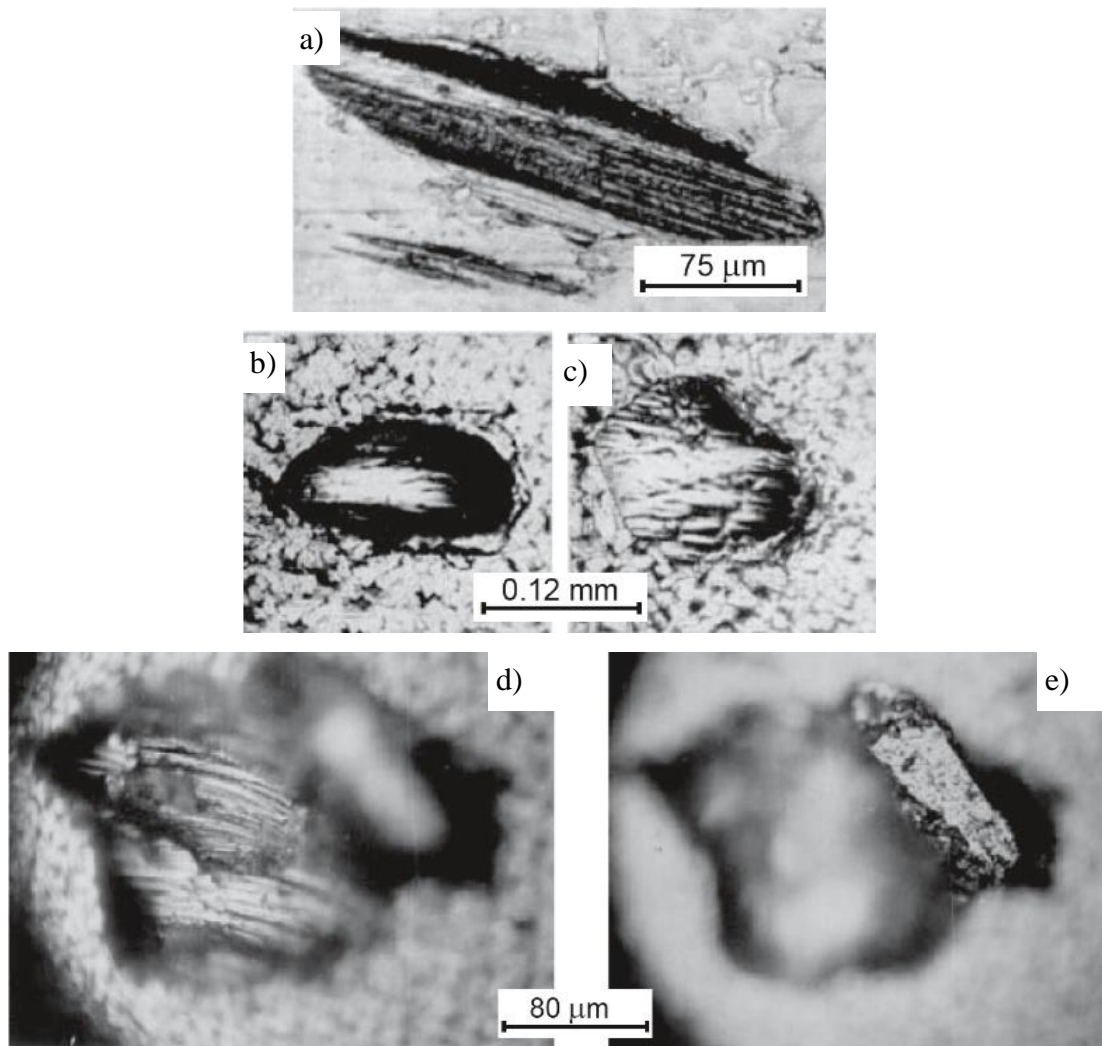
Na slici 4.12 prikazani su tragovi erozijskog trošenja. Ispod svake slike napisana je procijenjena vrijednost oštećene površine uzorka u  $\text{mm}^2$ . Pri manjim vrijednostima upadnog kuta ( $30^\circ$  i  $45^\circ$ ) oblik kratera je eliptičan, dok je za veće vrijednosti upadnog kuta ( $60^\circ$  i  $90^\circ$ ) oblik kratera kružan.

Također je na većini slika vidljivo mjesto sekundarnog trošenja. To je mjesto u kojem su erozijski djelovale odbijene čestice erodenta kao i produkti erozije.

Materijal	Upadni kut čestica			
	30°	45°	60°	90°
čelik 42CrMo7	 226 mm <sup>2</sup>	 220 mm <sup>2</sup>	 201 mm <sup>2</sup>	 177 mm <sup>2</sup>
čelik C15	 170 mm <sup>2</sup>	 170 mm <sup>2</sup>	 153 mm <sup>2</sup>	 133 mm <sup>2</sup>
čelik X5CrNi18-10	 205 mm <sup>2</sup>	 185 mm <sup>2</sup>	 160 mm <sup>2</sup>	 153 mm <sup>2</sup>
čelik X5CrNiMo17-12-2	 230 mm <sup>2</sup>	 205 mm <sup>2</sup>	 186 mm <sup>2</sup>	 179 mm <sup>2</sup>
čelik X20Cr13	 240 mm <sup>2</sup>	 230 mm <sup>2</sup>	 225 mm <sup>2</sup>	 215 mm <sup>2</sup>
Al-legura 6061	 210 mm <sup>2</sup>	 194 mm <sup>2</sup>	 145 mm <sup>2</sup>	 130 mm <sup>2</sup>
mjed	 220 mm <sup>2</sup>	 188 mm <sup>2</sup>	 113 mm <sup>2</sup>	 113 mm <sup>2</sup>
bakar	 188 mm <sup>2</sup>	 184 mm <sup>2</sup>	 113 mm <sup>2</sup>	 95 mm <sup>2</sup>

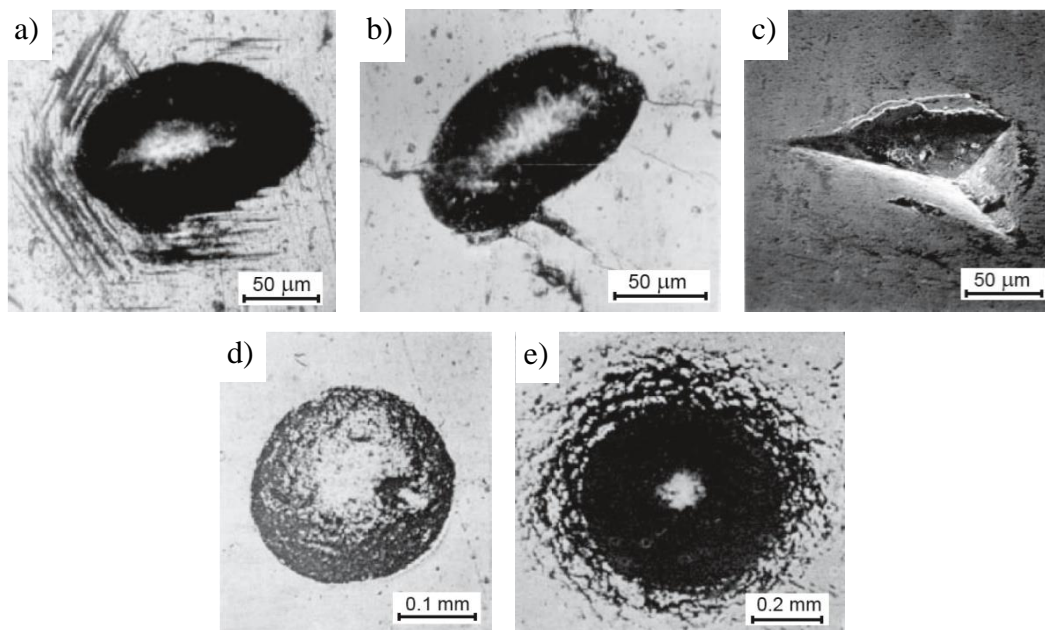
Slika 4.12 Oštećenje površine uslijed erozije krutim česticama [96]

Na površinama se, ovisno o upadnom kutu, ali i drugim utjecajnim čimbenicima, mogu istodobno pojaviti različiti morfološki tragovi trošenja. U radu [49] analizirane su erodirane površine pretražnim elektronskim mikroskopom. Uočeni su različiti morfološki oblici poput šupljina (kratera), brazda i drugih udubina. Tragovi brazdanja na čeličnoj površini, nastali pri upadnim kutovima od  $3^\circ$ ,  $30^\circ$  i  $40^\circ$  te pri različitim brzinama prikazani su na slici 4.13. Slike d) i e) su snimke istog mjesta s tim da je na slici d) fokus na dno kratera, a na slici e) fokus je na istisnutom volumenu.



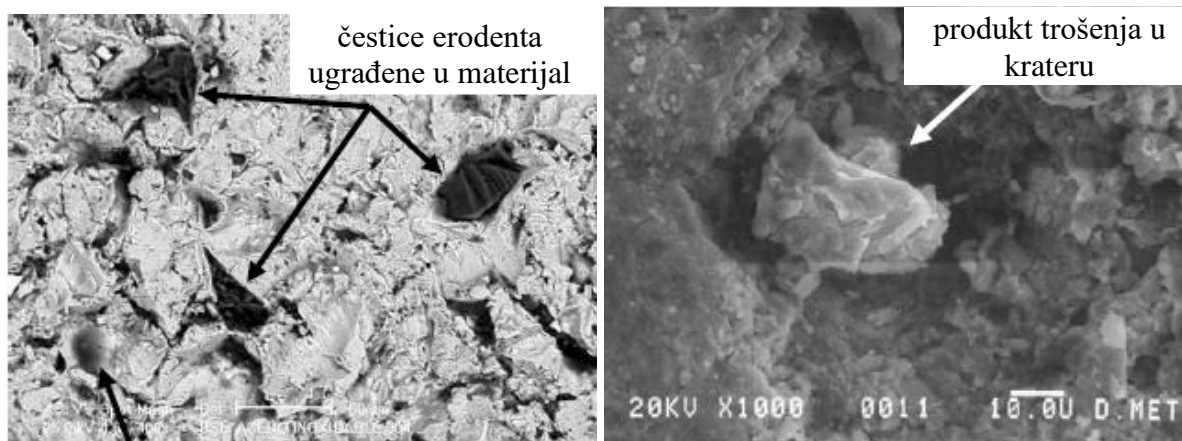
**Slika 4.13** Tragovi abrazijskog trošenja za ugljični čelik, upadni kut  $\alpha$  i brzina  $v_0$   
a)  $\alpha = 3^\circ$ ,  $v_0 = 100$  m/s, b), c)  $\alpha = 30^\circ$ ,  $v_0 = 150$  m/s d), e)  $\alpha = 40^\circ$ ,  $v_0 = 150$  m/s [49]

Na slici 4.14 prikazani su tragovi trošenja na različitim materijalima, nastali pri udarnoj eroziji i pri različitim udarnim brzinama erodenta. Na svim slikama, osim na slici c), mogu se vidjeti krateri manje ili više osno simetričnog oblika. Na slici 4.14 c) vidi se šupljina oštih rubova odakle je ispala čestica trošenja uslijed umora površine.



**Slika 4.14** Tragovi udarnog trošenja  $\alpha = 90^\circ$ : a) kobalt,  $v_0 = 80$  m/s, b) volfram,  $v_0 = 80$  m/s, c) volfram karbid  $v_0 = 225$  m/s, d) ugljični čelik  $v_0 = 50$  m/s, e) ugljični čelik  $v_0 = 225$  m/s [49]

Ovisno o svojstvima materijala čestice erodenta ili produkti erozije mogu se zabiti i ugraditi u površinu erodiranog materijala, što prikazuje slika 4.15 [96].



**Slika 4.15** Čestice ugrađene u površinu čelika: a) X5CrNi18-10,  $\alpha=90^\circ$ , b) 42CrMo4,  $\alpha=30^\circ$  [96]

Iz brojnih literaturnih navoda može se zaključiti da dodavanje čestica lebdećeg pepela u aluminijску matricu izaziva promjene otpornosti prema trošenju u odnosu na osnovnu leguru. Fine čestice lebdećega pepela, dobro inkorporirane u matricu, mogu povećati otpornost prema trošenju.



## 5. EKSPERIMENTALNI DIO RADA

Uzorci kompozita s matricom od aluminijske legure ojačani lebdećim pepelom pripremljeni su u Institutu za nuklearne nauke „Vinča“, Univerziteta u Beogradu, gdje je provedena i karakterizacija lebdećega pepela. Kutno kanalno istiskivanje i većina ispitivanja kompozita provedeni su u laboratorijima Fakulteta strojarstva i brodogradnje, Sveučilišta u Zagrebu. Pojedina ispitivanja provedena su i u drugim institucijama što je, u opisu metode, jasno istaknuto.

### 5.1. Izbor polaznih materijala

Za potrebe istraživanja, kao materijal za matricu kompozita, izabrane su dvije komercijalne aluminijske legure:

1. legura za lijevanje - AlSi7Mg0,3
2. legura za gnječenje - AlCu4Mg1.

Kao ojačalo u aluminijsku matricu ugrađene su čestice lebdećeg pepela.

Obje legure bile su dostupne, od ranije u posjedu Instituta za nuklearne nauke „Vinča“ Univerziteta u Beogradu, a prema referencama [16,40,52,55,74,79,82,83,98] dobra su osnova za lijevanje kompozita s dodatkom lebdećega pepela.

#### 5.1.1. Materijal za matricu - legure aluminija

Legura oznake AlCu4Mg1 pripada u legure aluminija s bakrom i namijenjena je obradi plastičnom deformacijom [40], što je važno zbog planirane daljnje obrade kompozita kutnim istiskivanjem. Kemijski sastav korištene legure nalazi se u tablici 4. Postupkom lijevanja s miješanjem u poluskrućenom stanju uspješno je dobiven kompozit s dodatkom od 4 % lebdećega pepela [99].

**Tablica 4** Kemijski sastav legure AlCu4Mg1

kemijski element	Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Zn	Ti	Cr	Ti+Zr	Al
maseni udio, %	4,2	1,06	0,53	0,14	0,34	0,10	0,05	0,01	≤ 0,2	ostatak

Legura oznake AlSi7Mg0,3 je legura aluminija s dodatkom silicija namijenjena za lijevanje proizvoda u autoindustriji i proizvodnji zrakoplova, zbog visokog omjera čvrstoće i gustoće [98]. Također se uspješno primjenjuje za proizvodnju kompozita [52,60,74,79,98], zbog dobre

distribucije ojačala u strukturi matrice. Kemijski sastav ove legure prikazan je tablici 5. Ova legura, kao i prethodna, sadrži određeni udio magnezija, za koji se pokazalo da povećava kvašljivost čestica [68]. Postupkom lijevanja s miješanjem u poluskrućenom stanju u prethodnim istraživanjima uspješno su proizvedeni kompoziti s dodatkom lebdećega pepela koji je dobro inkorporiran u matricu [52,79]. U okviru prethodnih istraživanja vezanih za doktorsku radnju, uspješno su istim postupkom izliveni kompoziti s dodatkom 4 % [95]. Naknadno su izliveni kompoziti i sa 6 % lebdećega pepela.

**Tablica 5** Kemijski sastav legure AlSi7Mg0,3

kemijski element	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Sr	Al
maseni udio,%	7,0	0,11	< 0,01	< 0,01	0,37	0,01	0,12	0,056	ostatak

### 5.1.2. Lebdeći pepeo

Za pripremu kompozita s aluminijskom matricom kao ojačalo je korišten lebdeći pepeo prikupljen u elektrostatskim filterima u termoelektrani „Kolubara“, Veliki Crljeni, Republika Srbija. Prema dostupnoj literaturi sav pepeo koji potječe iz termoelektrana u Srbiji može se klasificirati kao F klasa, prema standardu ASTM C 618-12 [61,100–103]. Termoelektrana je izgrađena u blizini rudnika pa se pepeo iz ove termoelektrane odlaže u jalovište rudnika.

## 5.2. Karakterizacija lebdećega pepela

Lebdeći pepeo je prvo prosijan i za ojačanje kompozita korištena je samo frakcija čestica koje su prošle kroz sito čije su dimenzije otvora na mreži sljedeće:

- dužina stranice kvadratnog otvora mreže sita  $d = 45 \mu\text{m}$
- dijagonala kvadratnog otvora mreže sita  $w = 63 \mu\text{m}$ .

Karakteristike i svojstva lebdećeg pepela određena su kombiniranjem različitih metoda ispitivanja.

### 5.2.1. Rendgenska difrakcijska analiza lebdećeg pepela

Fazni sastav pepela određen je rendgenskom difrakcijskom analizom (engl. *X-ray diffraction analysis* – XRD). Shematski prikaz ove metode ispitivanja nalazi se na slici 5.1. Metoda se temelji na difrakciji rendgenskih zraka o uzorak. Zrake, valnih duljina reda veličina

razmaka među atomima, usmjeravaju se prema uzorku pod određenim kutom ( $2\theta$ ). Ovisno o razmaku atoma do difrakcije rendgenskih zraka doći će samo ako je zadovoljen izraz:

$$2d \sin\theta = n\lambda \quad (5.1)$$

gdje je:

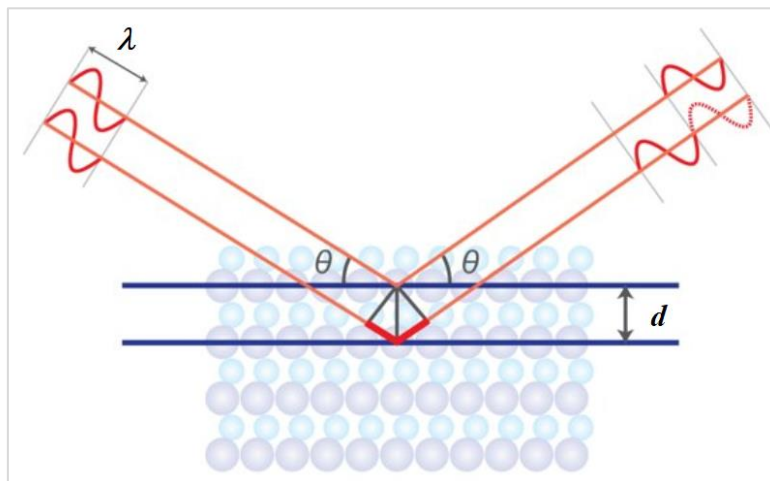
$d$  – razmak između atoma, nm

$\theta$  – kut upada rendgenskih zraka, °

$n$  – red difrakcije

$\lambda$  – valna duljina upadnih rendgenskih zraka, nm.

Detektiranjem intenziteta difraktiranog snopa rendgenskih zraka uz pomoć računalne opreme kao rezultat analize dobije se difraktogram uzorka, koji za svaki tip materijala ima karakterističan oblik.



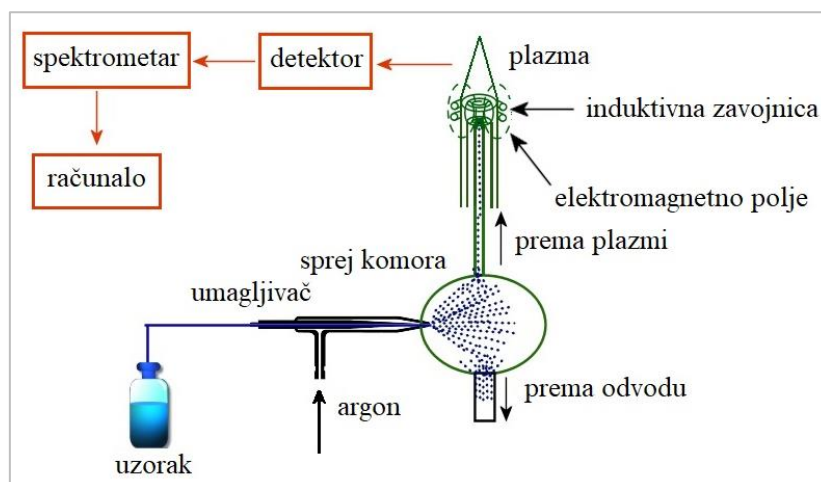
**Slika 5.1** Shematski prikaz rendgenske difrakcijske analize [104]

Ispitivanje faznog sastava lebdećega pepela izvršeno je snimanjem uzoraka u području od 10 do 60 ° $2\theta$  na rendgenskom difraktometru Rigaku Ultima IV s fiksnim koracima od 0,02° te brzinom od 5°/min, pri naponu od 40 kV i struji od 40 mA.

### 5.2.2. Optička emisijska spektrometrija s induktivno spregnutom plazmom

Analiza kemijskog sastava pepela provedena je optičkom emisijskom spektrometrijom s induktivno spregnutom plazmom (engl. *Inductively Coupled Plasma - Optical Emission spectroscopy* – ICP-OES). Ova metoda temelji se na pobuđivanju atoma materijala u visokotemperaturnom izvoru - plazmi. Kada se pobuđeni atomi vrate u stanje niske energije emitiraju fotonsko zračenje određene valne duljine. Detektiranjem emitiranog svjetlosnog

zračenja i uspoređivanjem s bazom podataka pomoću spektrometra i računalne opreme može se odrediti o kojem kemijskom elementu se radi. Shematski prikaz metode nalazi se na slici 5.2.



**Slika 5.2** Shematski prikaz ICP-OES metode ispitivanja [105]

### 5.2.3. Određivanje raspodjele veličine čestica

Mjerenje raspodjele veličine čestica lebdećega pepela provedeno je metodom difrakcije laserske svjetlosti. Kod ove metode na uzorak se emitira lasersko svjetlo koje se u sudaru s česticom odbija i raspršuje. Obrazac raspršenja znatno ovisi o dimenziji čestice. Detekcijom i analizom formiranog obrasca difraktirane svjetlosti omogućena je procjena ekvivalentnog promjera čestica. Primjenom odgovarajuće računalne obrade kao rezultat dobije se volumna raspodjela veličine čestica uzorka. Analizom u mokrom stanju i primjenom ultrazvučne pobude proces se može poboljšati. Na slici 5.3 prikazan je uređaj za određivanje raspodjele veličine čestica metodom difrakcije laserske svjetlosti A-22 NanoTech plus na kojem je provedena ova analiza.



**Slika 5.3** Uređaj za određivanje raspodjele veličine čestica A22 NanoTech plus

#### 5.2.4. Određivanje morfologije pepela

Kako bi se odredila morfologija čestica pepela provedena je analiza na pretražnom elektronskom mikroskopu SEM JOEL JSM-5800 LV koji je prikazan na slici 5.4.



**Slika 5.4** Elektronski mikroskop SEM JOEL JSM-5800 LV

Princip rada ovog znanstveno-istraživačkog instrumenta temelji se na emisiji elektrona na površinu promatranog uzorka i detekciji raspršenog snopa. Postoji više načina detekcije te se ovim uređajem mogu dobiti različiti rezultati. Detekcijom povratno raspršenih elektrona (engl. *backscater*) dobivaju se slike mikrostrukture skenirane površine. Emitirani elektronski snop izaziva otpuštanje elektrona s promatrane površine. Ovi elektroni zovu se sekundarni i imaju malu kinetičku energiju u odnosu na povratno raspršene. Njihovom detekcijom dobije se snimka morfologije promatrane površine. Korištenjem EDS (engl. *energy dispersive X-ray spectroscopy*) detektora moguće je odrediti koji se kemijski elementi nalaze u sastavu promatrane površine uzorka, kao i njihov raspored.

### 5.3. Lijevanje kompozita

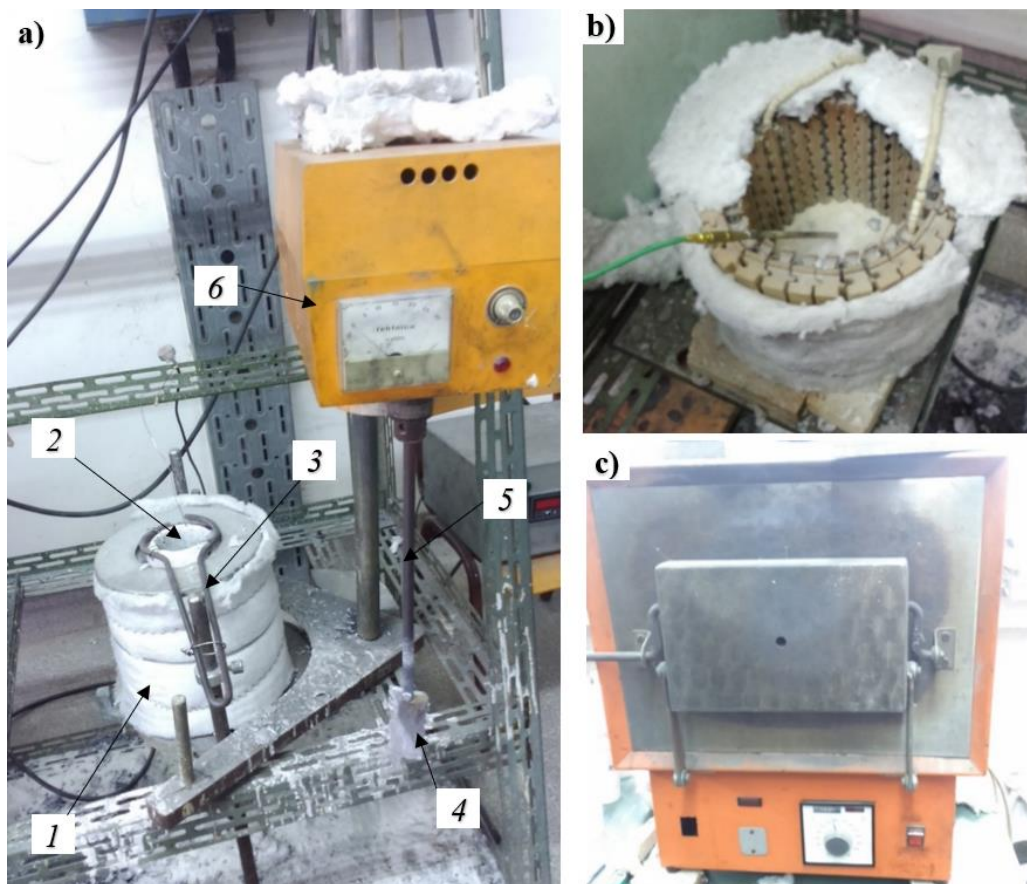
Kompoziti na osnovi aluminijskih legura i lebdećeg pepela proizvedeni su postupkom lijevanja s miješanjem u poluskrućenom stanju. Poluskrućeno stanje nalazi se u području između likvidusa i solidusa u kojem je otpočela primarna kristalizacija. Postupak se provodi kada su krutina i talina u podjednakim masenim udjelima na slijedeći način:

- lebdeći pepeo se predgrijava na temperaturi od 150 °C u trajanju od 2 sata, kako bi se eliminirala vlaga
- pepeo se postupno dodaje uz brzinu miješanja od 500 do 800 o/min

- vrijeme miješanja pepela u poluskrućenoj matrici, ispod likvidus linije, je između 4 i 5 minuta
- kompozit se lijeva u kokilu pri temperaturi između 650 i 680 °C
- kokila je predgrijana na temperaturu od 300 °C
- nakon lijevanja kokila s odljevkom je ostavljena da se postupno ohladi na sobnoj temperaturi.

Navedeni parametri prilagođavaju se sastavu pojedine legure i udjelu pepela.

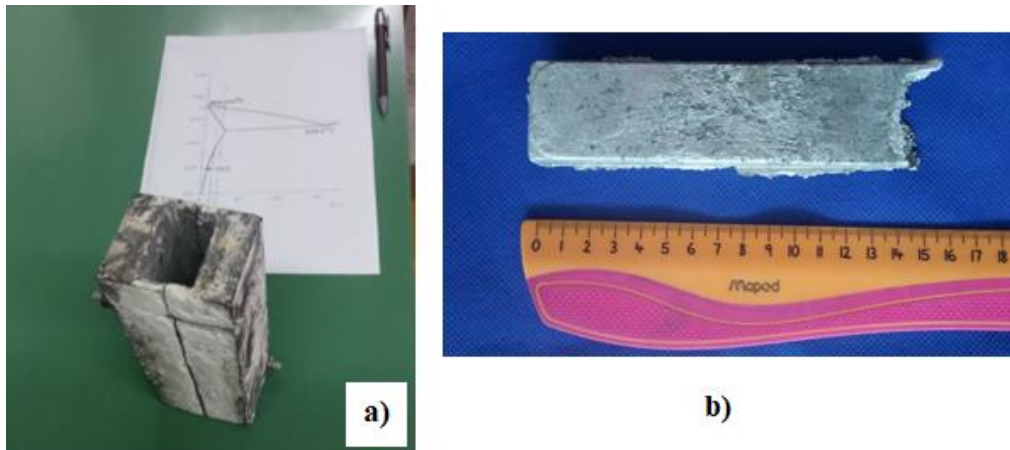
Pri navedenom postupku korištena je oprema prikazana na slici 5.5.



**Slika 5.5** Oprema za lijevanje: a) opći prikaz: 1 - keramički lonac s električnim grijačima i termoizolacijom, 2 -ljevački lonac, 3 - prihvatnica za ljevački lonac, 4 - miješalica s lopaticom, 5 - osovina miješalice, 6 - upravljački ormar; b) detalji keramičkog lonca i temperaturni senzor; c) električna peć korištena za predgrijavanje kokile i lebdećega pepela

Za taljenje legure korišten je keramički lonac s električnim grijačima te ugrađenim senzorom za praćenje temperature. Grijači su povezani na izvor električne energije pomoću kojeg se može regulirati temperatura. Za predgrijavanje pepela i kokile korištena je električna peć koja također posjeduje mogućnost regulacije temperature.

Na slici 5.6 a) prikazana je rastavljiva kokila u koju su lijevani kompoziti. Kokila je čelična, dvodjelna, a dijelovi su spojeni vijcima. Unutarnji oblik ima određene nagibe i zaobljenja kako bi se izliveni komad lakše odvojio od kalupa. Dimenzije kalupne šupljine su takve da se iz ingota može izdvojiti materijal dimenzija  $20\text{ mm} \times 30\text{ mm} \times 120\text{ mm}$ , kada se odstrane šavovi, nagibi i druge neravnine karakteristične za postupak lijevanja. Jedan od izlivenih komada (ingota) prikazan je na slici 5.6 b).



**Slika 5.6** a) Kokila i b) odljevak legure AlSi7Mg0,3 s 4 % lebdećega pepela

Kako bi početni uvjeti za kutno istiskivanje legure bez primjesa lebdećega pepela i kompozita bili usporedivi, legura je odlivena postupkom lijevanja s miješanjem u poluskrućenom stanju, to jest reološki obrađena.

Reološka obrada legure izvedena je kako slijedi:

- Količina od 500 grama komercijalne legure u potpunosti je rastaljena i pregrijana na temperaturu  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$  radi čišćenja troske.
- Talina je ohlađen na temperaturu  $620\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  ispod likvidus temperature, čime je legura dovedena u poluskrućeno stanje.
- Nakon toga otpočelo se s reološkom obradom. Prvo se miješalo 5 min brzinom od 500 o/min, a zatim narednih 10 min brzinom od 700 o/min.
- Talina se izlije u čeličnu kokilu predgrijanu na  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ , ručno prešan da se bolje popuni kalup i ostavljen da se hladi na sobnoj temperaturi.

Ovako pripremljeni uzorci legure dalje su pripremljeni jednako kao i uzorci kompozita.

#### 5.4. Kutno kanalno istiskivanje

Kutno kanalno istiskivanje provedeno je u Laboratoriju za oblikovanje deformiranjem Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu u svrhu poboljšanja svojstava kompozita,

primarno dobivenog lijevanjem. Postupak je proveden na hidrauličkoj preši "HYDRAUMA" nazivne sile 400 kN, prikazanoj na slici 5.7 a).

Uzorci su podvrgnuti kutnom istiskivanju na sobnoj temperaturi, u više prolaza. Nakon svakog prolaza uzorci su zakretani oko uzdužne osi za  $90^\circ$  prema ranije opisanoj putanji B<sub>c</sub>, a u svrhu maksimalne promjene mikrostrukture. Ispitivanja su provedena brzinom ispod 0,02 m/s, s nominalnom silom od 122 kN. Da bi se smanjilo trenje kao mazivo korišten je molibdenov disulfid.

Za potrebe istraživanja konstruiran je i izrađen alat za kutno istiskivanje prikazan na slici 5.7 b). Sklop alata je načinjen iz dva funkcionalna dijela:

1. pokretni dio ili pritiskivač, pričvršćen za pokretni dio preše i
2. nepokretni dio ili kalup, fiksiran za radni stol preše.

Uobičajeno je da se za proces kutnoga istiskivanja koriste alati s kružnim poprečnim presjekom kanala. Kvadratni poprečni presjek kanala predstavlja inovativni dio doktorskog rada, s obzirom na vrlo malu zastupljenost ovakvih postupaka u dostupnoj literaturi. Primjena kvadratnog presjeka omogućila je bolju iskoristivost odljevka. Kanali izrađenog alata su dimenzija  $12\text{ mm} \times 12\text{ mm}$  s unutarnjim kutom od  $90^\circ$  i radijusima zaobljenja od 2 mm.

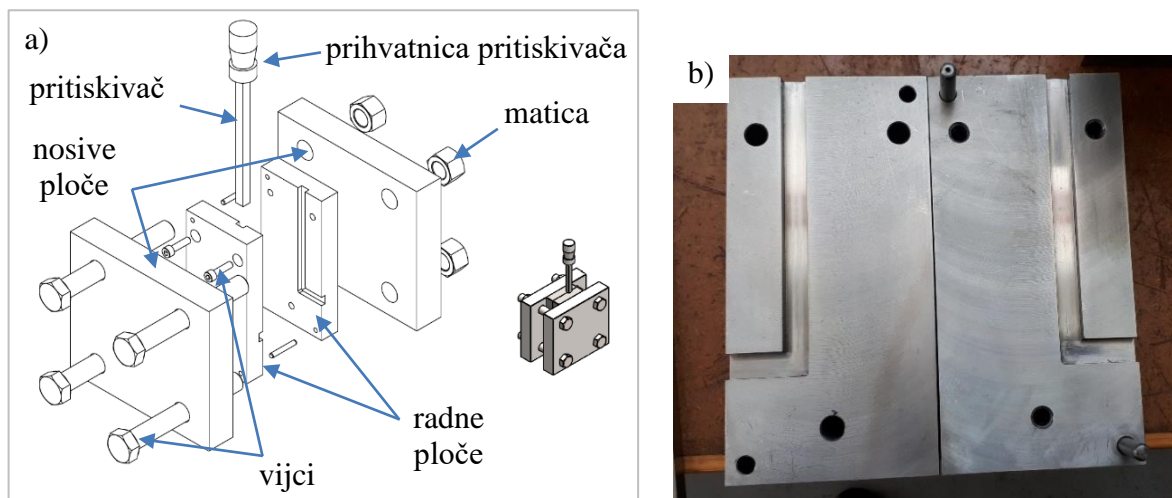


**Slika 5.7** Oprema za kutno istiskivanje: a) hidraulička preša, b) alat na preši



Na slici 5.8 a) prikazane su pozicije konstrukcije alata. Unutarnje radne ploče, prikazane na slici 5.8 b), izrađene su od poboljšanog alatnog čelika oznake 42CrMo4. Kanali su brušeni i polirani. Radne ploče se spajaju vijcima. Radi preciznijeg nalijeganja dijagonalno su postavljene zatici i pripadajuće rupe na suprotnoj ploči. Vanjske, masivnije, nosive ploče izrađene su od konstrukcijskog čelika oznake S235JRG1 i daju čvrstoću i krutost potpunom sklopu. Četiri vijka s maticama M25 povezuju alat u kompaktnu cjelinu. Između pritiskivača i kanala postignuto je nalijeganje sa zazorom od 0,1 mm, koji je tijekom rada ispunjen mazivom.

Protutiskač, koji bi doprinio ravnomjernijem plastičnom tečenju materijala, radi kompleksnosti izrade i montaže te dodatnih troškova, nije izrađen. Kako bi se skratilo vrijeme trajanja eksperimenta, a ipak osigurala određena protusila, uzorci su prešani jedan za drugim bez rastavljanja i ponovnog sastavljanja alata. To znači da je svaki uzorak istisnut iz kalupa od strane slijedećeg. Prvo je u alat postavljen uzorak od čistog aluminijskog, a zatim, jedan za drugim uzorci legura i kompozita. Zbog pojave zakošenja, opisanih u dijelu 3.2, uzorci su nakon svakog prolaza čiono obrađeni.



**Slika 5.8** Konstrukcija i izrada alata: a) montažna shema, b) unutarnje ploče

Iz odljevaka su izrezani uzorci za istiskivanje dimenzija 11,8 mm × 11,8 mm × 120 mm, prikazani na slici 5.9. Oblikom i dimenzijama uzorci su prilagođeni opisanom alatu. Uzorci su izrezani pilom, a na točnu mjeru dovedeni su glodanjem i brušenjem.



**Slika 5.9** Uzorci kompozita pripremljeni za kutno istiskivanje

### **5.5. Metode karakterizacije uzoraka**

U svrhu karakterizacije uzoraka legure i kompozita s različitim sadržajem pepela te različitog stupnja deformacije, provedene su slijedeće metode:

- analiza mikrostrukture svjetlosnim mikroskopom
- analiza mikrostrukture pretražnim elektronskim mikroskopom
- kompjutorizirana tomografija
- ispitivanje makrotvrdoće i mikrotvrdoće
- ispitivanje otpornosti na eroziju krutim česticama.

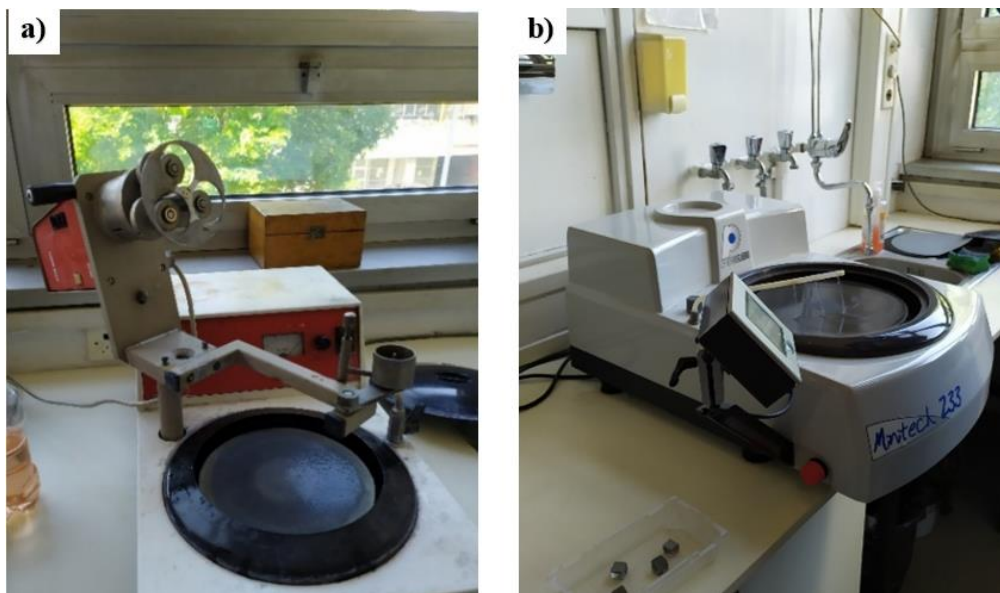
Oblik i dimenzije uzoraka za sva predviđena ispitivanja određeni su poprečnim presjekom kanala i oblikom držača u uređaju za ispitivanje erozije. Sva planirana ispitivanja provedena su na istoj ispitnoj površini, dimenzija  $12\text{ mm} \times 12\text{ mm}$ , koja je bila okomita na smjer istiskivanja. Zbog nedovoljne visine i jednostavnijeg rukovanja neki uzorci su bili zaliveni u polimernu masu. Uzorci su izrezani u Laboratoriju za alatne strojeve Fakulteta strojarstva i brodogradnje, a neki od njih prikazani su na slici 5.10.



**Slika 5.10** Uzorci pripremljeni za karakterizaciju

Ispitne površine uzoraka pripremljene su brušenjem i poliranjem u Laboratoriju za materijalografiju Fakulteta strojarstva i brodogradnje. Na slici 5.11 a) prikazan je uređaj za brušenje. Vidi se rotirajuća ploča s brusnim papirom koja se u radu vrti brzinom od 300 o/min. Brušenje je provedeno u nekoliko koraka na papirima sljedećih kvaliteta: P320, P600, P1200, P2400 i P4000. Tijekom brušenja kao sredstvo za hlađenje i podmazivanje korištena je voda.

Poliranje je izvedeno u dva koraka na uređaju Mintech 233 prikazanom na slici 5.11 b). Radna brzina poliranja je 150 okretaja u minuti. Uzorci su prvo polirani dijamantnom pastom srednje veličine abrazivnog zrna 3  $\mu\text{m}$  i s posebnim lubrikantom, a završno poliranje obavljeno je abrazivnim česticama od 0,03  $\mu\text{m}$ .



**Slika 5.11** a) Uređaj za brušenje, b) Uređaj za poliranje

### 5.5.1. Analiza mikrostrukture uzoraka

Na uzorcima legure i kompozita u lijevanom stanju te nakon svakog stupnja kutnog istiskivanja, analizirana je mikrostruktura. Provođenje navedene analize imalo je za cilj utvrditi sljedeće:

- utjecaj lijevanja u poluskrućenom stanju na mikrostrukturu
- utjecaj stupnja plastične deformacije zbog kutnog istiskivanja na mikrostrukturu
- tragove trošenja uslijed erozije krutim česticama, a koji ukazuju na mehanizam trošenja.

#### 5.5.1.1. Svjetlosni mikroskop

Analiza mikrostrukture svjetlosnim mikroskopom provedena je u Laboratoriju za materijalografiju Fakulteta strojarstva i brodogradnje. Uspoređeno je stanje mikrostrukture legure i kompozita prije i nakon svakog prolaza kutnog istiskivanja. Također je analizirana distribucija lebdećeg pepela u matrici. Ispitivanja su provedena s povećanjem od  $50\times$  do  $1000\times$  na svjetlosnom mikroskopu Olympus GX51, koji je prikazan na slici 5.12.



**Slika 5.12** a) Optički mikroskop Olympus GX51

#### 5.5.1.2. Pretražni elektronski mikroskop

Za analizu morfologije površine uzoraka pod povećanjem od  $200\times$  do maksimalno  $3000\times$  korišten je pretražni elektronski mikroskop SEM Tescan Vega TS5136MM, koji je prikazan na slici 5.13.



**Slika 5.13** Pretražni elektronski mikroskop SEM Tescan Vega TS5136MM

Ispitivanja mikrostrukture provedena su najvećim dijelom u Laboratoriju za materijalografiju Fakulteta strojarstva i brodogradnje. Na pojedinim uzorcima, u svrhu određivanja kemijskog sastava određenih elemenata površine, provedena je EDS analiza u Arheološkom muzeju u Zagrebu. Princip rada elektronskog pretražnog mikroskopa opisan je u poglavlju 5.2.4.

#### *5.5.1.3. Kompjutorizirana tomografija*

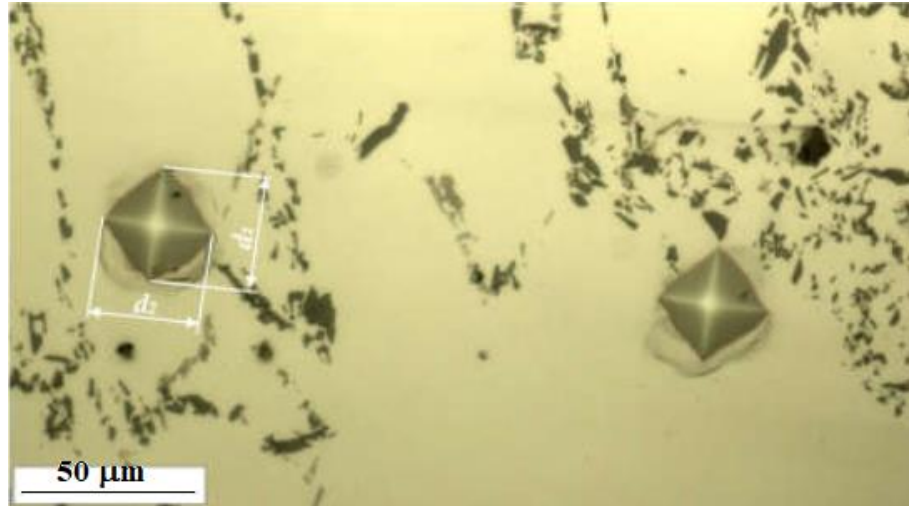
U svrhu ispitivanja homogenosti mikrostrukture i utjecaja plastične deformacije na poroznost kompozita izvršeno je CT skeniranje pojedinih uzoraka kompozita. Industrijski CT uređaji koriste rendgensko zračenje (X zrake) koje prolaze kroz ispitivani objekt i završavaju na detektoru zračenja. Ovisno o gustoći materijala kroz koji prolaze, rendgenske zrake se više ili manje prigušuju. Detektor na temelju primljenih zraka stvara sliku u različitim nijansama sivog. Tamnije regije označavaju manje gusti materijal.

#### *5.5.2. Određivanje tvrdoće uzoraka*

Jedno od najznačajnijih i najčešće ispitivanih svojstava materijala je tvrdoća. Tvrdoća je otpor materijala prema prodiranju nekog tijela, odnosno plastičnoj deformaciji. Postoje različite metode mjerenja tvrdoće, koje se uobičajeno provode metodom utiskivanja ili indentacije. Kod ovih metoda indenter se određenom silom utiskuje površinu ispitivanog materijala. Indenter može biti različitog oblika, a na temelju dimenzija otiska određuje se

tvrdća materijala. Tvrđi materijali pokazuju veći otpor i otisak indentora je manji pri istom opterećenju.

Metoda po Vickersu podrazumijeva korištenje indentora u obliku pravilne četverostrane dijamantne piramide, koja ostavlja otisak u obliku kvadrata, slika 5.14.



**Slika 5.14** Mjerenje tvrdoće po Vickersu

Veličina otiska određuje se preko aritmetičke sredine ( $d$ ) dviju izmjerenih dijagonala spomenutog kvadrata  $d_1$  i  $d_2$ :

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (5.2)$$

dok se tvrdoća HV odredi prema izrazu:

$$HV = k \frac{F}{d^2} \quad (5.3)$$

gdje je:

$k = 0,1891$  – geometrijska konstanta za Vickersov test,

$F$  – primijenjeno opterećenje, N.

Prilikom ispitivanja tvrdoće Vickersovom metodom mogu se koristiti različita opterećenja indentora. Ovisno o redu veličina dubine otiska razlikujemo sljedeće razine [106]:

- nanorazina, gdje je dubina otiska  $< 0,1 \mu\text{m}$
- mikrorazina, gdje je  $0,1 \mu\text{m} < \text{dubina otiska} < 1 \mu\text{m}$
- mezorazina, gdje je  $1 \mu\text{m} < \text{dubina otiska} < 10 \mu\text{m}$  i
- makrorazina, gdje je dubina otiska  $> 10 \mu\text{m}$ .

Metodom po Vickersu izmjerena je mikrotvrdoća i makrotvrdoća uzoraka.

### 5.5.2.1. Mikrotvrdoća

Mjerenje mikrotvrdoće provedeno je u Laboratoriju za materijalografiju, Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu, na tvrdomjer PMT-3. Mjerenje mikrotvrdoće provedeno je s različitim opterećenjima od 0,1962 N (HV0,02), 0,4905 N (HV0,05), 0,981 N (HV0,1) i 1,96 N (HV0,2). Trajanje opterećenja tijekom mjerenja iznosilo je 15 s. Kako bi se dobili statistički relevantni podaci svako mjerenje ponovljeno je 20 puta.

### 5.5.2.2. Makrotvrdoća

Mjerenje makrotvrdoće izvršeno je pri opterećenju od 9,81 N (HV1) na tvrdomjeru ZHV $\mu$ -ST proizvođača Zwick/Roell/Indentec koji je prikazan na slika 5.15. Na svakom uzorku mjerenje je ponovljeno 12 puta.



**Slika 5.15** Tvrdomjer ZHV $\mu$ -ST (Zwick/Roell/Indentec)

### 5.5.2.3. Utjecaj opterećenja na tvrdoću i Meyerov zakon

U području ispitivanja mikrotvrdoće, kada su opterećenja indentora dovoljno mala, uočava se promjena izmjerenih vrijednosti tvrdoće s promjenom vrijednosti opterećenja. Točan uzrok ove pojave nije u potpunosti definiran, a pokušava se objasniti elasto-plastičnim promjenama na površini materijala. Kod malih ispitnih opterećenja otisak je vrlo mali i veća je mogućnost

da zahvati samo jednu fazu materijala, granicu zrna pa čak i samo jedno kristalno zrno. [107,108].

Utjecaj opterećenja na vrijednost tvrdoće može biti uzrokovan i načinom pripreme ispitivanih uzoraka (brušenje, poliranje i zaostala naprezanja) i drugim čimbenicima (trenje indenter-uzorak, podmazivanje i korozija) [109].

Ekperimentalno je ustanovljeno da postoji statistički značajna ovisnost između mikrotvrdoće i veličine opterećenja indentora. Neki materijali pokazuju smanjenje tvrdoće s povećanjem opterećenja indentora. Ovaj tip promjene je očekivan jer se zbog većeg opterećenja indenter dublje utisne u površinu pa će izračunata tvrdoća je manja. Stoga se takva promjena u literaturi naziva „normalni“ utjecaj opterećenja na mikrotvrdoću (engl. *Indentation Size Effect – ISE*) [110]. Nasuprot tome, neki materijali tijekom mjerenja mikrotvrdoće pokazuju povećanje tvrdoće s povećanjem opterećenja indentora, što se naziva obrnut utjecaj opterećenja na mikrotvrdoću (engl. *Reverse Indentation Size Effect – RISE*) [111,112]. Postoje različiti modeli kojima se mogu opisati navedeni fenomeni, a jedan od njih je Meyerov zakon [106–115], koji podrazumijeva primjenu izraza:

$$F = Kd^n \quad (5.4)$$

gdje je:

$F$  – opterećenje indentora, N

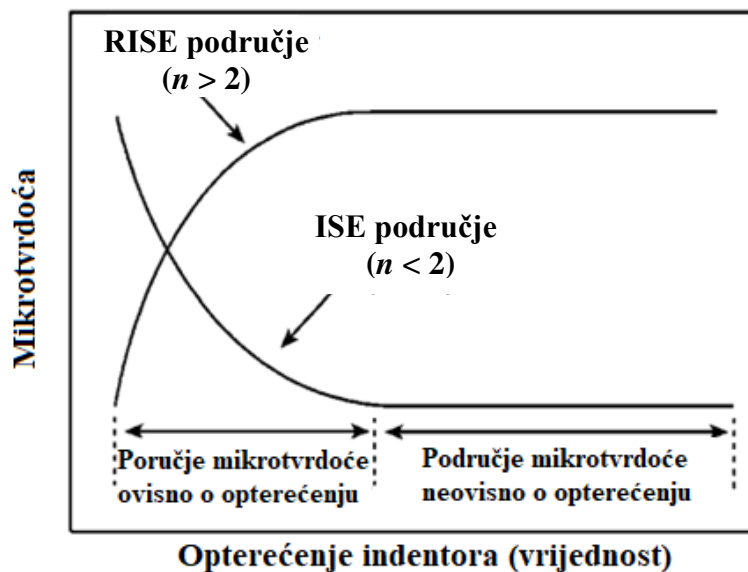
$d$  – aritmetička sredina dijagonala prema izrazu (5.2), mm

$K$  – konstanta materijala/indentora,  $Nmm^{-n}$

$n$  – Meyerov indeks.

Slika 5.16 predstavlja shematski prikaz promjene mikrotvrdoće u ovisnosti o opterećenju indentora, gdje se na osnovu primjene Meyerovog zakona i vrijednosti Meyerovog indeksa  $n$  dobiju eksponencijalne krivulje na osnovu kojih se može ustanoviti o kakvom utjecaju opterećenja se radi. Kada je indeks  $n < 2$  krivulja je padajuća i radi se „normalnom“ utjecaju opterećenja na tvrdoću (ISE). Kada je  $n > 2$ , krivulja je rastuća i radi se o obrnutom efektu (RISE). Ako je  $n = 2$ , mikrotvrdoća je neovisna o vrijednosti opterećenja indentora. U području gdje linija na slici 5.16 postaje ravna, tvrdoća je neovisna o opterećenju indentora.





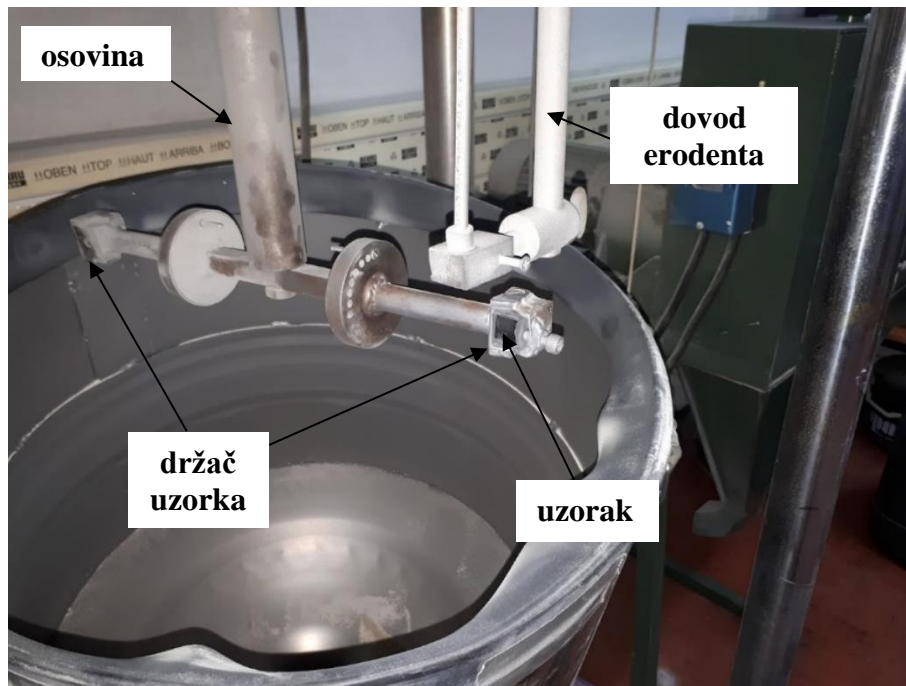
**Slika 5.16** Ovisnost mikrotvrdoće o opterećenju indentora [107,108]

Obzirom da koeficijent  $K$  ne igra ulogu u određivanju opisanog efekta, za obradu podataka može se primijeniti linearna regresija  $\log F - \log d$ . U tom slučaju dobije se jednadžba pravca u kojoj Meyerov indeks  $n$  predstavlja nagib pravca (to jest koeficijent uz  $x$ ), a  $K$  odsječak na ordinati. Specifičan pokazatelj reprezentativnosti linearne regresije je koeficijent determinacije  $R^2$  koji pokazuje s kolikom točnošću primjena Meyerovog zakona opisuje promatranu pojavu. Što je vrijednost koeficijenta  $R^2$  bliža jedinici model je reprezentativniji.

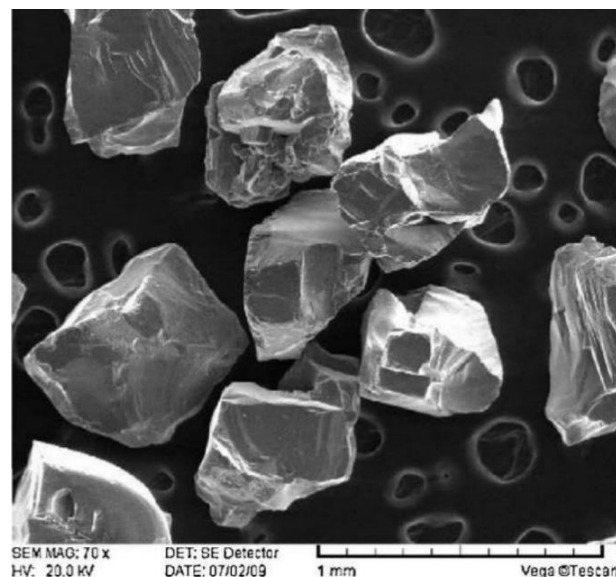
### 5.5.3. Ispitivanje triboloških svojstava

Tribološka svojstva uzoraka određena su ispitivanjem otpornosti na eroziju krutim česticama. Ispitivanja su provedena u Laboratoriju za tribologiju, Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Oprema za erodiranje prikazana je na slici 5.17. Na mlaz krutih čestica silicijevog karbida (SiC) koje slobodno padaju iz cijevi udaraju uzorci smješteni u držaču. Mehanizam je opremljen s dva držača uzoraka, kojima se neovisno može pomoću vijaka podesiti nagib uzorka prema mlazu krutih čestica, odnosno upadni kut čestica. Ovi držači se nalaze na istoj osovini i rotiraju konstantnom brzinom od 1440 o/min. Ispitivana površina svakog uzorka izložena je eroziji u trajanju od 13,89 min, što odgovara broju od 20 000 udaraca u mlaz. Površina svih uzoraka erodirana je pod upadnim kutom čestica od  $90^\circ$  i  $30^\circ$ . Promjenom kuta utječe se na dominantni mehanizam trošenja. Kod kuta od  $90^\circ$  dominantni mehanizam trošenja je umor površine, dok je kod kuta od  $30^\circ$  dominantni mehanizam trošenja abrazija. Na slici 5.18 prikazana je SEM snimka čestica silicijevog karbida koji je korišten kao erodent. Vide

se krupne čestice s ostrim bridovima, nepravilnog oblika, koje će zacijelo izazvati trošenje površine. Tvrdća krutih čestica SiC iznosi oko 2800 HV.



**Slika 5.17** Uređaj za ispitivanje erozijom krutim česticama



**Slika 5.18** SEM snimka čestica silicijevog karbida [97]

Masa materijala prije i nakon erozije krutim česticama izmjerena je na analitičkoj vagi Ohaus AP250D, s točnošću od  $10^{-5}$  g. Otpornost na trošenje erozijom određena je preko gubitka mase materijala.

Zbog različitih vrijednosti gustoće ( $\rho$ ) osnovne legure i kompozita, gubitak mase ( $\Delta m$ ) preračunat je u gubitak volumena ( $\Delta V$ ) prema izrazu:

$$\Delta V = \frac{\Delta m}{\rho} \quad (5.4)$$

Gustoća kompozita ( $\rho_K$ ) izračunata je po inverznom pravilu miješanja [52]:

$$\frac{1}{\rho_K} = \frac{w_L}{\rho_L} + \frac{w_{FA}}{\rho_{FA}} \quad (5.5)$$

gdje je:

$\rho_L = 2,67 \text{ g/cm}^3$  – gustoća legure

$\rho_{FA} = 2,103 \text{ g/cm}^3$  – gustoća lebdećeg pepela

$w_L$  – maseni udio legure

$w_{FA}$  – maseni udio lebdećega pepela.

Nakon erodiranja na svim uzorcima promatrani su tragovi trošenja pretražnim elektronskim mikroskopom.

## 6. REZULTATI I RASPRAVA

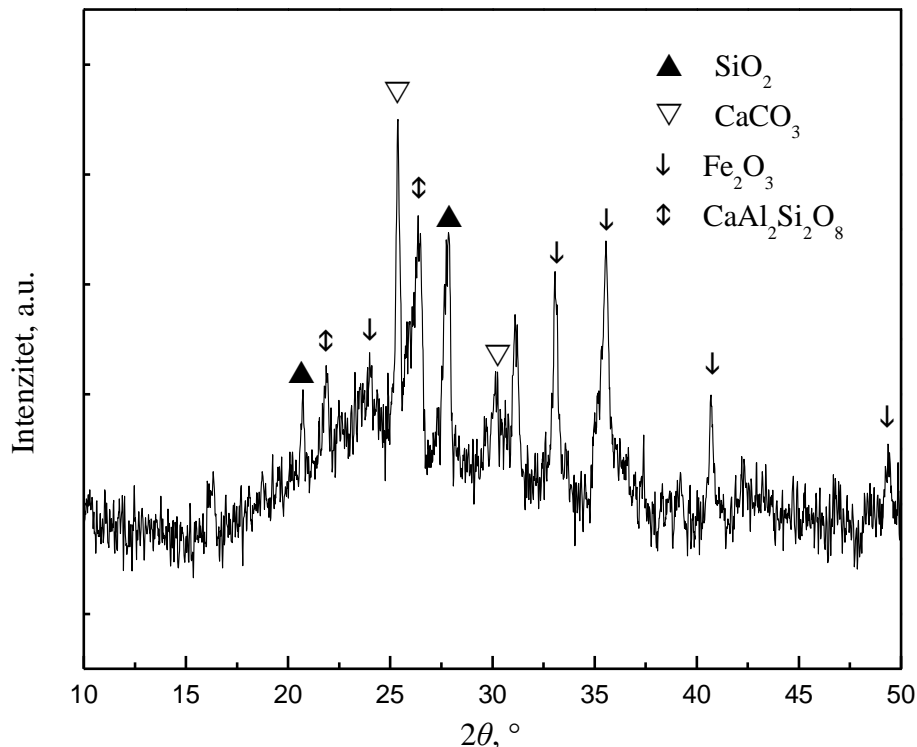
U svrhu potvrde hipoteze i ostvarenja postavljenih ciljeva istraživanja provedena su ispitivanja opisana u prethodnom poglavlju. Dobiveni rezultati su prezentirani i analizirani u ovom poglavlju.

### 6.1. Rezultati karakterizacije lebdećega pepela

Kako je prethodno opisano u poglavlju 5.2. pepeo je prije analize prosijan čime se dobila sitna frakcija pepela. Udio ove frakcije u ukupnoj masi iznosio je 15,75 %.

#### 6.1.1. Fazni sastav

Fazni sastav lebdećeg pepela, koji je korišten kao ojačalo u pripravi kompozita, određen je rendgenskom difrakcijskom analizom (XRD). Difraktogram lebdećega pepela prikazan je na slici 6.1 Na difraktogramu mogu se uočiti karakteristični difrakcijski maksimumi za četiri uočene faze: hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), kvarc ( $\text{SiO}_2$ ), kalcijev karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) i kalcijev aluminosilikat ( $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ ).



Slika 6.1 Difraktogram korištenog lebdećega pepela

### 6.1.2. *Kemijski sastav*

Pepeo porijeklom iz termoelektrana u Srbiji predmet je istraživanja mnogih znanstvanih radova i njegova su svojstva od ranije prilično poznata [61,100–103]. Kako je opće poznato da se lebdeći pepeo sastoji većinom od oksida za potrebe istraživanja utvrđen je sadržaj oksida u sitnoj frakciji, koja se koristila za pripravu kompozita. Zbog toga je provedena analiza sitne frakcije lebdećeg pepela optičkom emisijskom spektrometrijom s induktivno spregnutom plazmom (ICP-OES). Dobiveni rezultati su preračunati u sadržaj oksida i prikazani u tablici 6. Sadržaj oksida u sitnoj frakciji pepela korigiran je na netopljivi ostatak i iznosi 95,8 %. Analiza pokazuje da je u sitnoj frakciji najveći maseni udio silicijevog oksida od 37,8 %, a značajan je i udio aluminijevog oksida od 22,5 % te željezovog oksida od 17,4 %. Gubitak žarenjem (LOI) na temperaturi od 1000 °C iznosio je 1,6 %. Fosfor nije detektiran, a sumpor se ne može odrediti ovom metodom. Maseni udio natrija nije moguće odrediti zbog metode pripreme uzorka (taljenje s Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>).

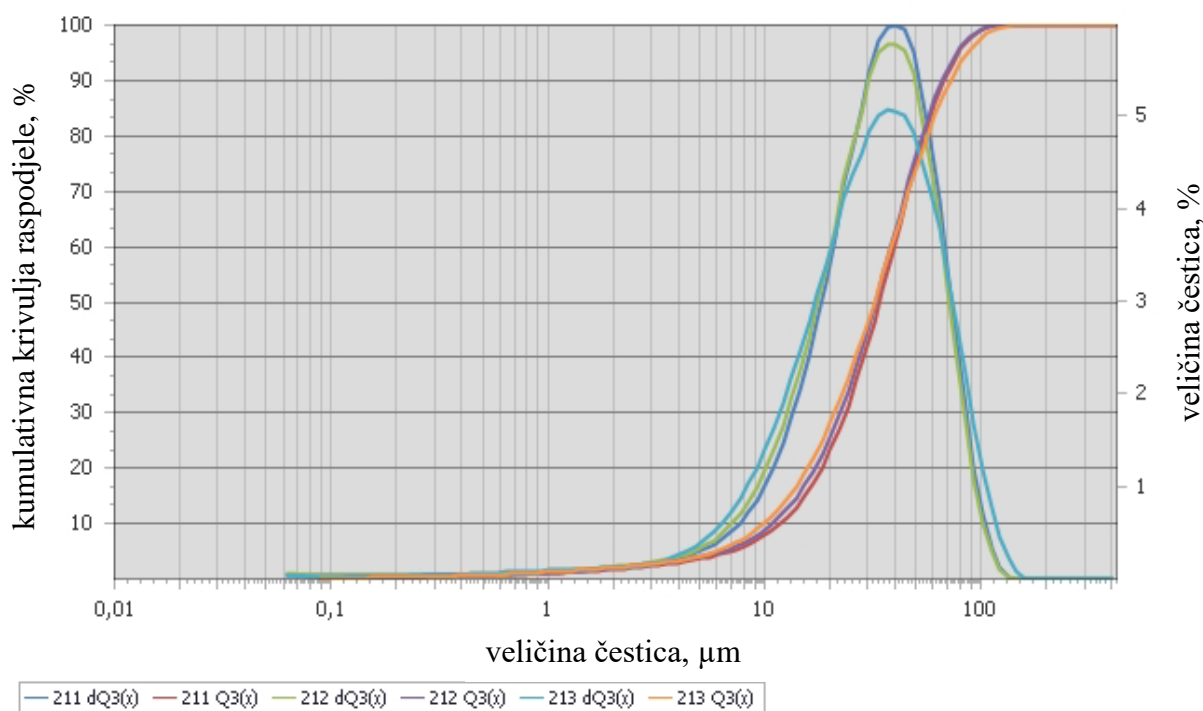
**Tablica 6** Maseni udio oksida u lebdećem pepelu, %

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	MnO	CaO	MgO	LOI	ukupno
37,8	22,5	17,4	0,8	0,2	12,4	3,1	1,6	95,8

### 6.1.3. *Raspodjela veličine čestica*

Dimenzionalna analiza čestica lebdećeg pepela provedena je metodom difrakcije laserske svjetlosti. Mjerenja su ponovljena tri puta, a na slici 6.2, prikazani su dobiveni rezultati. Plavom i zelenom bojom prikazane su krivulje raspodjele veličine čestica, dok su kumulativne krivulje rezultata mjerenja u narančastoj, ljubičastoj i crvenoj boji. Na navedenom dijagramu, na apscisnoj osi, dimenzija  $x$  predstavlja promjer čestica u  $\mu\text{m}$ , dok je na ordinati udio čestica s promjerom manjim od vrijednosti  $x$ .

Krivulje raspodjela po pojedinačnim mjerenjima dostupne su u Prilogu.



**Slika 6.2** Raspodjela veličine čestica korištenog lebdećeg pepela

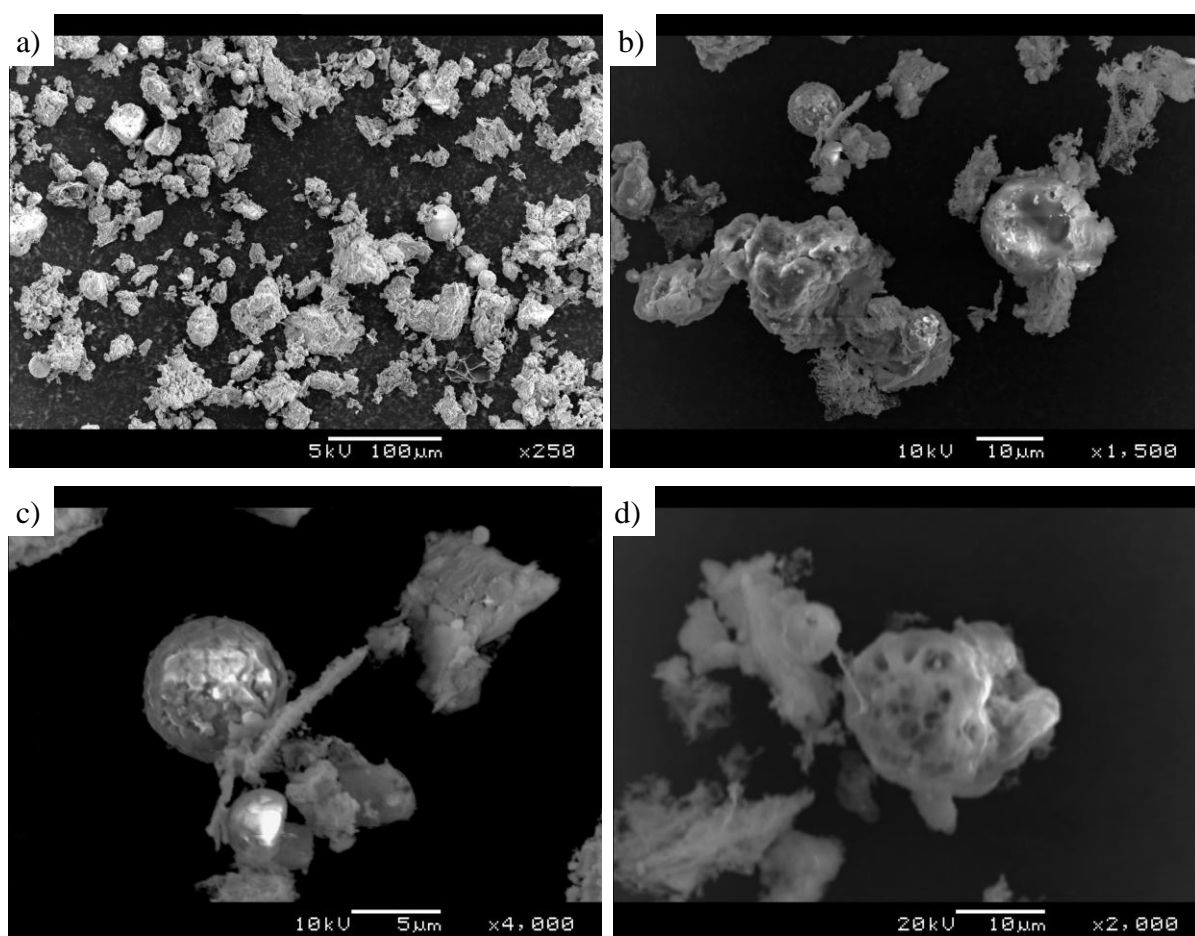
Oblik krivulja pokazuje da analizirane čestice pepela imaju monomodalnu, relativno usku distribuciju veličina promjera čestice ( $x$ ) od  $0,06 \mu\text{m}$  do  $150 \mu\text{m}$ . U tablici 7 vide se pojedinačne i srednje vrijednosti raspodjele veličine čestica te koeficijenti varijacije za svako od izvršenih mjerenja. Od ukupne količine 10 % čestica pepela ima promjer manji od  $10,9 \mu\text{m}$ , 50 % čestica je manje od  $32,8 \mu\text{m}$ , a samo 10 % čestica je veće od  $68,3 \mu\text{m}$ . Koeficijent varijacije se kreće u rasponu od 2,4 do 7 %.

**Tablica 7** Rezultati mjerenja raspodjele veličine čestica difrakcijom laserske svjetlosti

$Q_3(x)$ %	$x_{sr}$ $\mu\text{m}$	koeficijent varijacije %	$x_1$ $\mu\text{m}$	$x_2$ $\mu\text{m}$	$x_3$ $\mu\text{m}$
10	10,9	7,0	11,8	10,9	10
50	32,8	2,4	33,8	32,5	32
90	68,3	3,9	37,1	65,7	72

#### 6.1.4. Morfologija čestica lebdećeg pepela

Morfologija čestica pepela analizirana je na pretražnom elektronskom mikroskopu SEM JOEL JSM-5800 LV. Na slici 6.3. a) – d) prikazane su SEM snimke čestica pepela koji je uporabljen kao ojačalo kompozita. Na slici 6.3 a) prikazana je morfologija prisutnih čestica u odabranoj frakciji. Kao što se može uočiti čestice su različitog oblika, kako nepravilnog, tako i oblika pravilnih sfera, slike 6.3 b) i c). Također se uočavaju i čestice šupljih sfera, slika 6.3 d), koje su karakteristične za lebdeći pepeo.



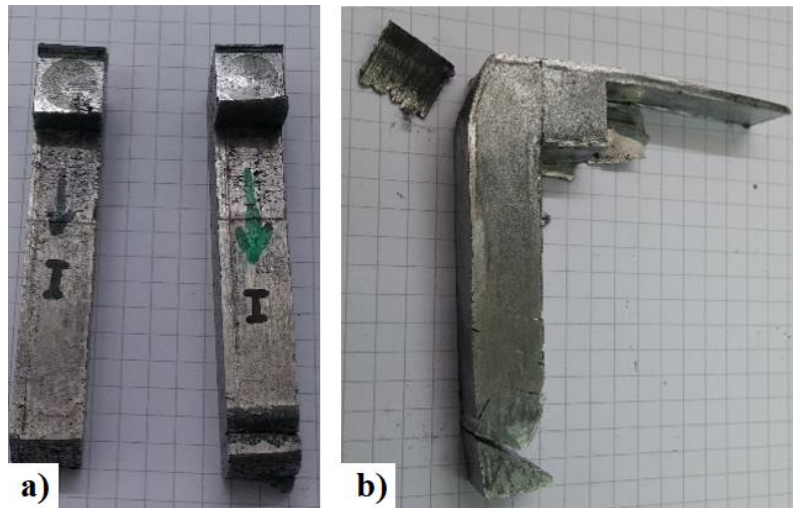
Slika 6.3 SEM snimke čestica korištenog pepela

#### 6.2. Rezultati lijevanja i kutnog istiskivanja kompozita

Temeljni cilj istraživanja bio je razviti kompozit koji je prikladan za obradu kutnim kanalnim istiskivanjem sa što većim udjelom lebdećeg pepela. Za proizvodnju kompozita korišten je postupak lijevanja s miješanjem u poluskrućenom stanju, kako bi se lebdeći pepeo

što ravnomjernije distribuirao u matrici. Kao materijal matrice korištene su dvije legure aluminija, oznaka AlSi7Mg0,3 i AlCu4Mg1, opisane u poglavlju 5.1.1.

U prvoj fazi istraživanja uspješno su odliveni kompoziti s masenim udjelom lebdećega pepela u iznosu od 4 % i podvrgnuti kutnom istiskivanju. Na slici 6.4 a) i b) prikazani su jedanput protisnuti uzorci ovih kompozita.



**Slika 6.4** Kompoziti s 4 % FA s različitim matricama: a) AlSi7Mg0,3 i b) AlCu4Mg1 nakon jednog prolaza kutnoga istiskivanja

Kao što se može primijetiti na slici 6.4 kompozitni materijali su se različito ponašali prilikom kutnog istiskivanja. Iako je bilo očekivano da se kompozit s matricom od legure AlCu4Mg1, koja je namijenjena gnječanju, pokaže boljim pri značajnoj plastičnoj deformaciji, to se nije dogodilo. Došlo je do povratnog tečenja materijala kroz zazor. Pritiskivač, kao pokretni dio alata, u određenom trenutku se počeo ponašati kao rezni alat. Uočen je porast sile i došlo je do zaklinjavanja materijala i alata. Postupak istiskivanja se morao prekinuti, kako ne bi došlo do oštećenja alata. Nakon nekoliko neuspjelih pokušaja sa smanjenom brzinom i pritiskom, odustalo se od ove legure.

Nasuprot tome, iako je po nomenklaturi ljevačka, legura oznake AlSi7Mg0,3 pokazala se kao dobra osnova za kompozit s aspekta naknadne obrade kutnim istiskivanjem. Kompozit s matricom od ove legure, ojačan s 4 % lebdećeg pepela, uspješno je istisnut dva puta. U sljedećoj fazi uspješno je proizveden kompozit s maksimalno 6 % FA sa sljedećim parametrima:

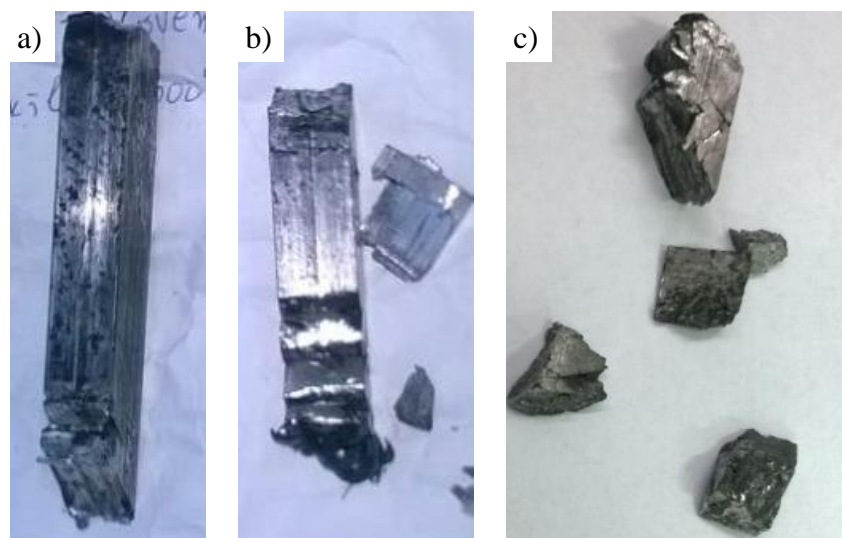
- Legura je pregrijana na 650 °C da bi se oslobodili troske.
- Lebdeći pepeo je postupno umiješan u poluočvrslu matricu pri temperaturi oko 620 °C, što je 10° ispod likvidus linije.
- Brzina miješanja je iznosila 500 min<sup>-1</sup> u trajanju od 5 minuta.



- Da se eliminiira vlaga pepeo je predgrijan na 150 °C u trajanju od 2 sata.
- Kokila je također predgrijana na 300 °C.

Pokušaji lijevanja kompozita s još većim udjelima lebdećeg pepela nisu bili uspješni. Kompozit sa 6 % lebdećeg pepela uspješno je istisnut tri puta. U svrhu usporedbe svojstava kutnom kanalnom istiskivanju podvrgnuta je i legura AlSi7Mg0,3 bez ojačala.

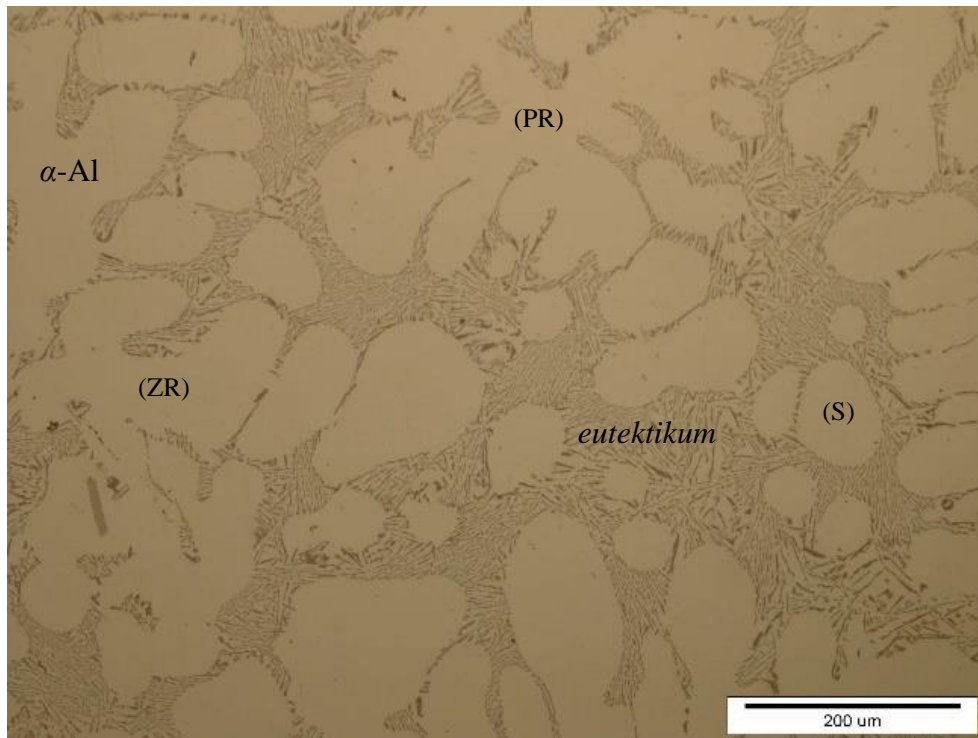
Nakon svakog prolaza otpor materijala plastičnom tečenju je rastao i povećavala se sklonost materijala pucanju. Uslijed značajne plastične deformacije došlo je do očvrnuća istiskivanog materijala što je za posljedicu imalo porast potrebne radne sile. Na slici 6.5 pokazani su uzorci kompozita s različitim stupnjem deformacije.



**Slika 6.5** Kompozit nakon kutnoga istiskivanja: a) 1× istisnut b), 2× istisnut, c) 3× istisnut

### 6.3. Mikrostrukturalna analiza

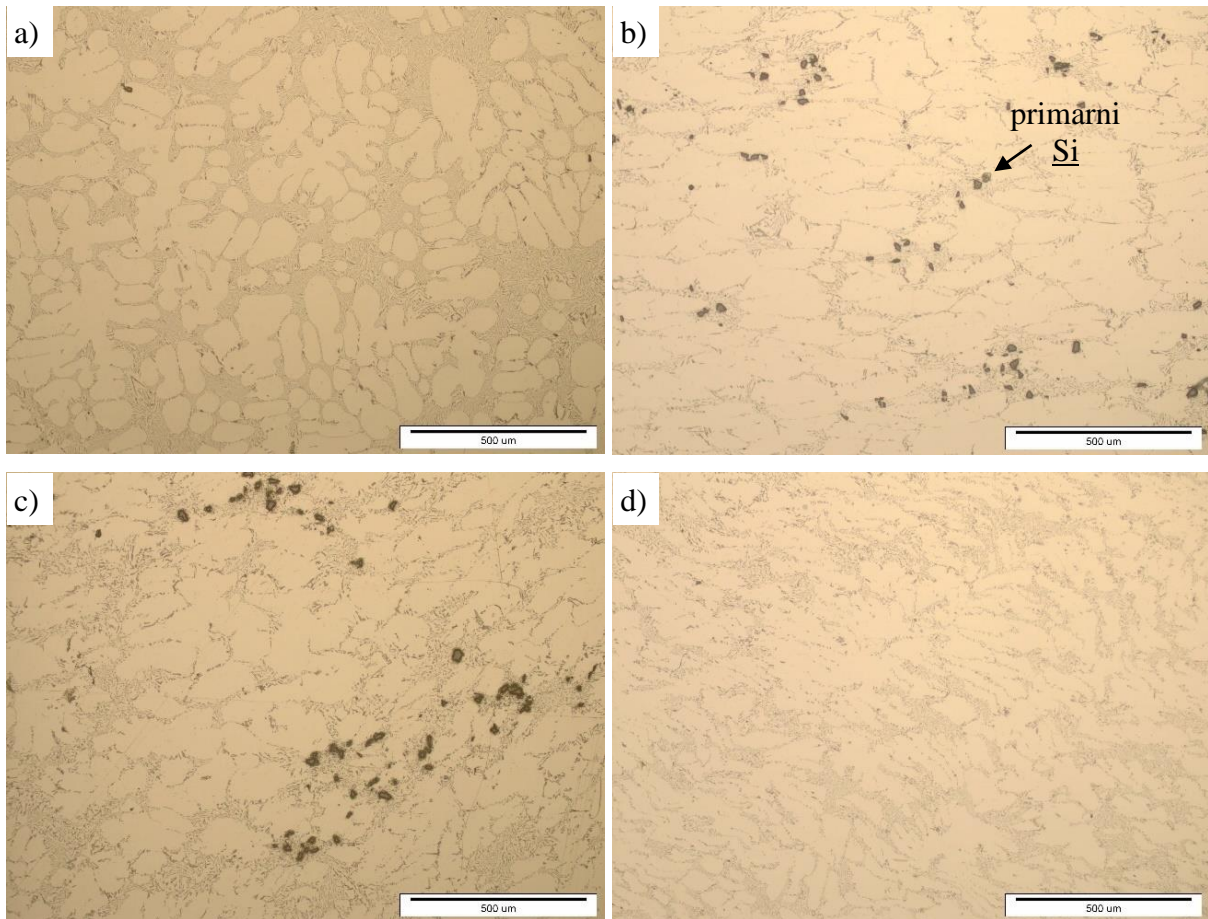
Nakon metalografske pripreme uzoraka brušenjem i poliranjem pristupilo se analizi mikrostrukture optičkim mikroskopom. Na slici 6.6 prikazana je mikrostruktura legure oznake AlSi7Mg0,3 koja je odabrana za matricu proizvedenih kompozita, snimljena na svjetlosnom mikroskopu pri povećanju 200×. Mikrostruktura je analizirana u poliranom stanju. Nije bilo potrebe za nagrizanjem jer su se i bez toga prisutne faze mogle jasno razlučiti. Legura je dobivena postupkom lijevanja u poluskrućenom stanju. Mikrostruktura se sastoji od primarnih kristala mješanaca ( $\alpha$ -Al) i eutektikuma (Al-Si). Zbog reološke obrade legura nema razgranatu dendritičnu mikrostrukturu već su primarni kristali mješanci u obliku primitivnih (PR) i zrelih (ZR) rozeta te u sferoidnom obliku (S). Silicij u eutektikumu izlučen je u obliku štapića tamnije boje.



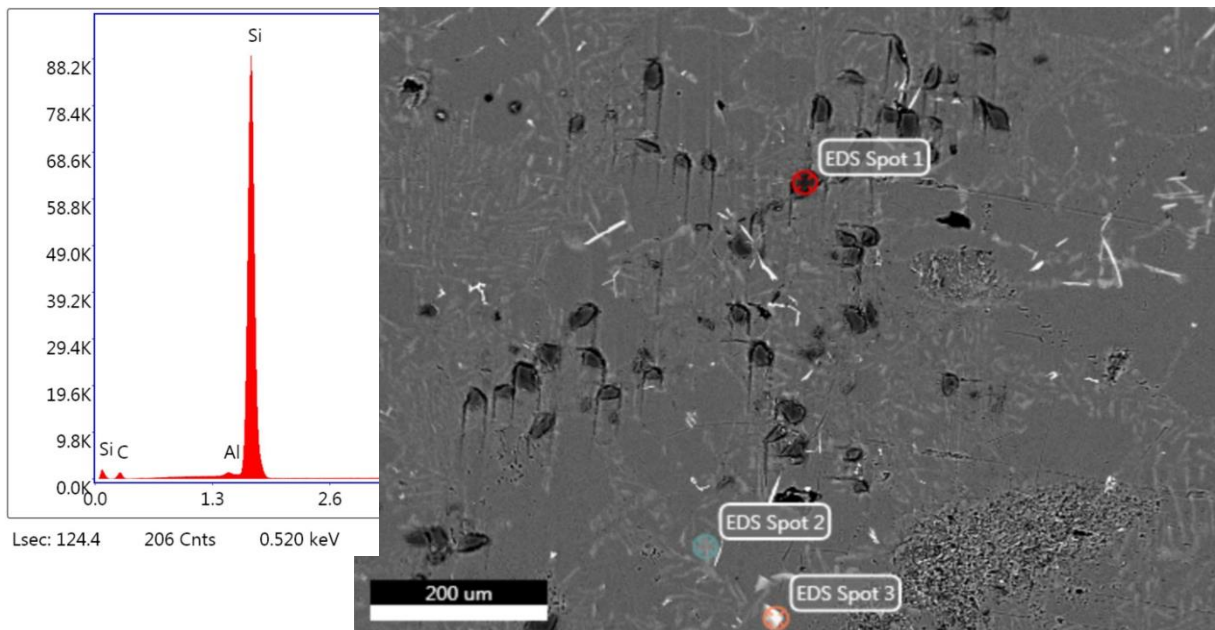
**Slika 6.6** Mikrostruktura reološki obrađene legure AlSi7Mg0,3 u lijevanom stanju

Na slici 6.7 prikazane su mikrostrukture legure u lijevanom stanju i nakon svakog prolaza kutnog istiskivanja s povećanjem od 100×. Može se primijetiti promjena mikrostrukture uslijed djelovanja plastične deformacije. Već nakon prvog prolaza kutnog istiskivanja dolazi do značajne promjene oblika kristalnih zrna i kolapsa rozeta, slika 6.7 b). Mikrostruktura je ugnječena, a kristalna zrna su izdužena u smjeru plastičnog tečenja materijala. Nakon okretanja uzorka oko osi prema ruti B<sub>C</sub> i ponovnog istiskivanja, mikrostruktura se svakim stupnjem deformacije dodatno mijenja i postaje homogenija, slika 6.7 c) i d).

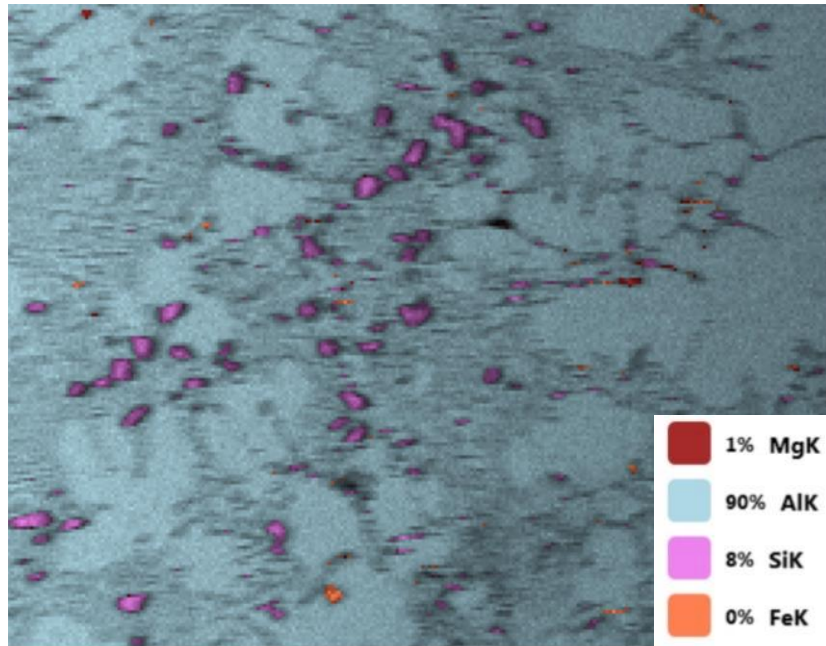
Iako se radi o podeutektičkoj leguri u pojedinim uzorcima legure uočeni su i primarni kristali silicija koji su puno krupniji od eutektičkog, slika 6.7 b) i c). Kako bi se potvrdilo da se radi o kristalnim zrnima silicija provedena je SEM/EDS analiza, a rezultati su dati na slici 6.8 i slici 6.9. Pokazalo se da se doista radi o zrnima silicija, koja su se kao posebna faza izdvojila tijekom lijevanja u poluskrućenom stanju.



**Slika 6.7** Mikrostruktura legure AlSi7Mg0,3 a) lijevano stanje, b) 1× istisnuto, c) 2× istisnuto, d) 3× istisnuto

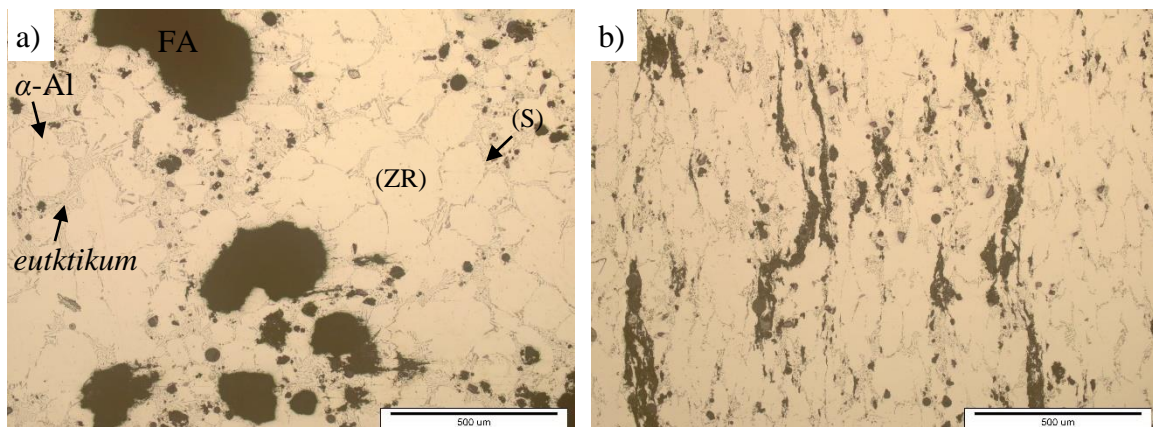


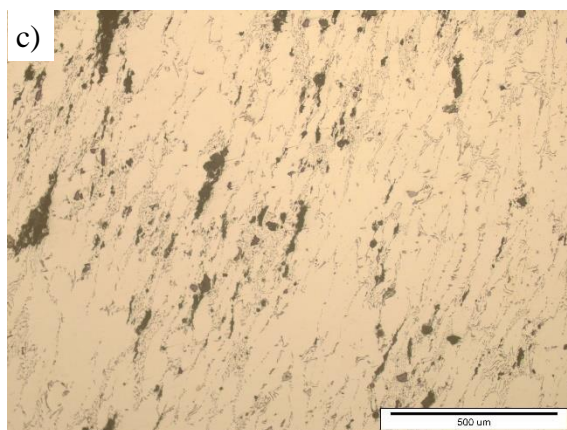
**Slika 6.8** SEM snimka legure AlSi7Mg0,3 i EDS analiza točke 1



**Slika 6.9** EDS mapiranje elemenata površine

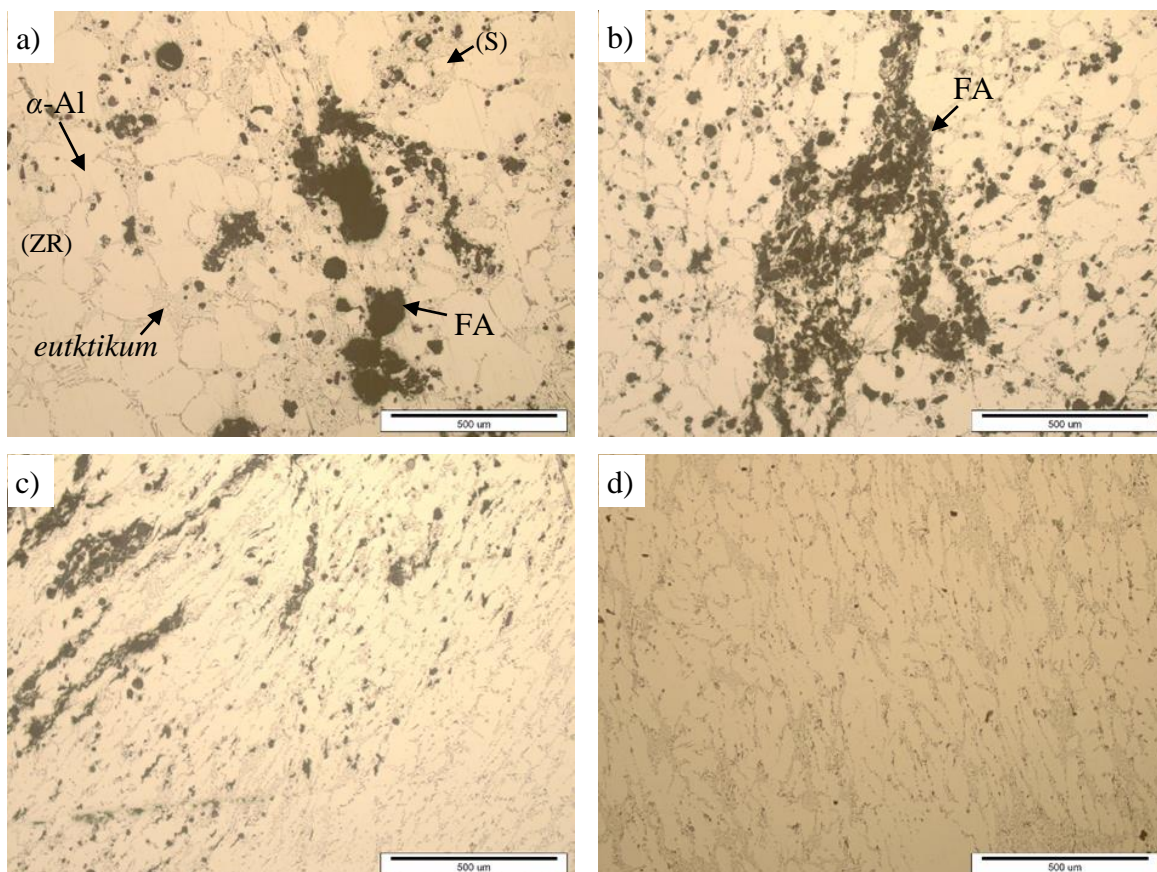
Na slici 6.10 prikazana je mikrostruktura kompozita s 4 % lebdećeg pepela, snimljena pod povećanjem od 100×. Promjena mikrostrukture od lijevanog do dva puta istisnutog stanja vidi se od slike 6.10 a) do c). Ova legura je uspješno deformirana dva puta. U odnosu na čistu leguru u lijevanom stanju, u mikrostrukturi lijevanog kompozita uočena je manje dendritična struktura sa zrelim rozetama i više sferoida, slika 6.10 a). Lebdeći pepeo je dobro ukomponiran u matricu, nisu uočene pore niti šupljine. Iako se pepeo relativno dobro distribuirao u matrici, na promatranoj površini mogu se uočiti veće ili manje aglomeracije. Nakon izlaganja kutnom istiskivanju, slika 6.10 b) i c), u mikrostrukturi kompozita također se uočava promjena oblika kristalnih zrna, usitnjavanje i zbijanje mikrostrukture. Nakon svakog prolaza kutnog istiskivanja postojeće aglomeracije lebdećeg pepela se razbijaju i lebdeći pepeo se ravnomjernije distribuira u matrici, prateći ravnine smicanja.





**Slika 6.10** Mikrostruktura kompozita AlSi7Mg0,3 + 4 % FA: a) lijevano stanje, b) 1× istisnuto, c) 2× istisnuto

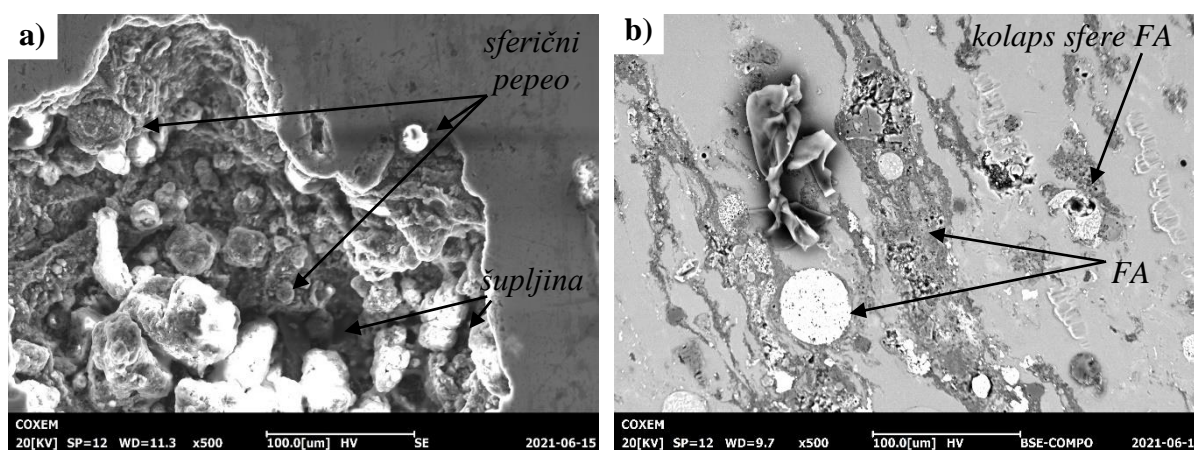
Kompozit sa 6 % lebdećega pepela tri puta je uspješno istisnut kroz kutni kanal. Na slici 6.11 prikazana je promjena mikrostrukture ovog kompozita od lijevanog do tri puta istisnutog stanja. Nema većih razlika u odnosu na kompozit s 4 % lebdećeg pepela.



**Slika 6.11** Mikrostruktura kompozita AlSi7Mg0,3 + 6 % FA: a) lijevano stanje, b) 1× istisnuto, c) 2× istisnuto, d) 3× istisnuto

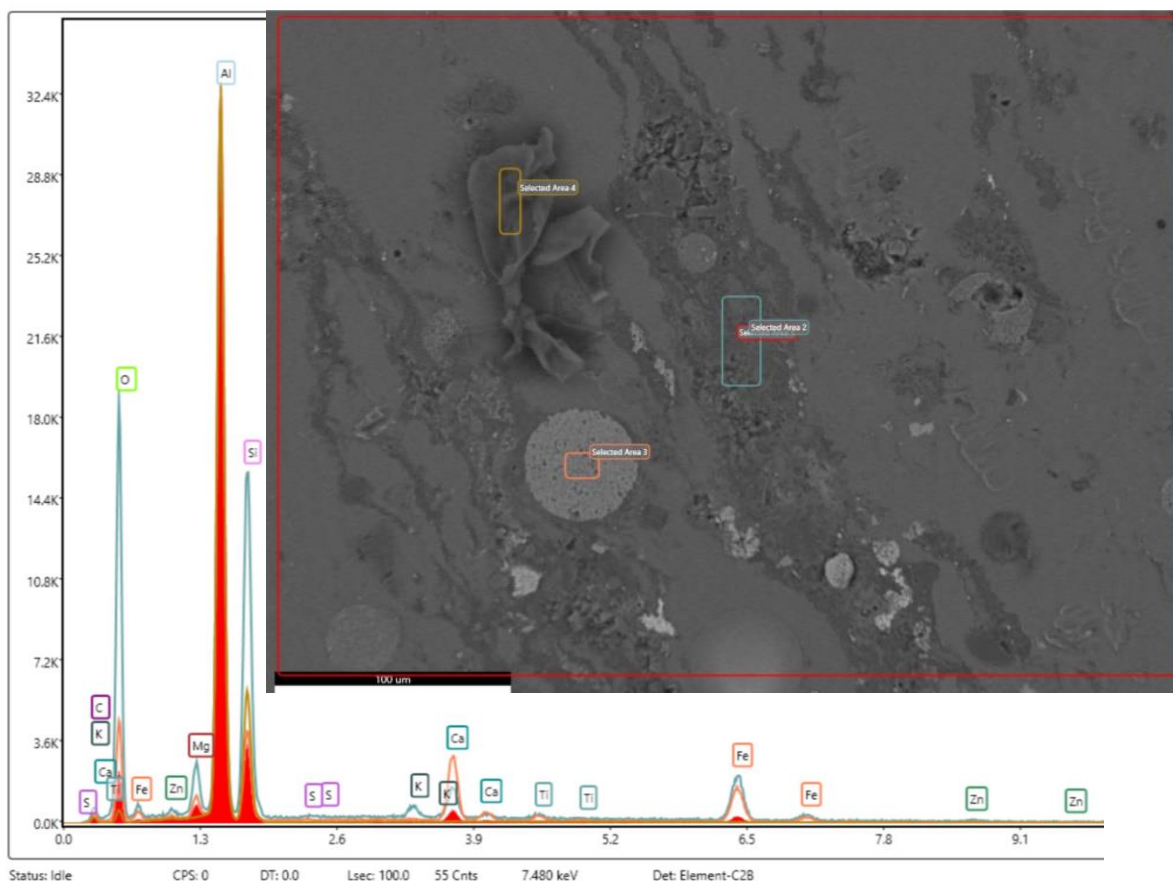
Kako bi se detaljnije analiziralo stanje na površinama i utjecaj plastične deformacije na mikrostrukturu pojedini uzorci su analizirani na skenirajućem elektronskom mikroskopu. Na slici 6.12 prikazane su SEM snimke kompozita s 4 % lebdećeg pepela u lijevanom stanju i nakon dva prolaza kutnoga istiskivanja, snimljene pri povećanju 500×. Na slici 6.12 a) u aglomeraciji pepela mogu se vidjeti sferni oblici većih i manjih dimenzija. Čestice ojačala su se lijepo ukomponirale u matricu. Također, u području aglomerata pepela postoji određena poroznost, koja nije vidljiva na optičkom mikroskopu.

Na slici 6.12 b), snimljenoj nakon značajne plastične deformacije, uočava se da je došlo do razbijanja aglomerata, njihovog izduženja i eliminiranja šupljina. Pojedine sferične čestice unutar lebdećeg pepela doživjele su kolaps, a neke su ostale u sferičnom obliku unatoč visokim smičnim naprezanjima. Struktura je vidljivo ugnječena i usmjerena, bez pukotina i šupljina.



**Slika 6.12** SEM snimka kompozita AlSi7Mg0,3 + 4 % FA: a) aglomeracija FA prije plastične deformacije, b) nakon dva prolaza kutnoga istiskivanja

Na slici 6.13 prikazani su rezultati SEM/EDS analize cjelokupne površine i triju karakterističnih formacija sa slike 6.12 b). U tablici 8 navedeni su maseni i atomski udjeli kemijskih elemenata koji su detektirani na označenim površinama (Area 1 do Area 4). Na površini označenoj crvenom bojom (Area 1) dobiveni rezultati podudaraju se s rezultatima prethodnih analiza kemijskog sastava legure i lebdećega pepela. U tamnijem sivom području (Area 2), nalazi se najveći udio kisika, prema čemu se može zaključiti da se radi o lebdećem pepelu, koji u svom sastavu ima najveći udio oksida. Udjeli elemenata u svijetlim sferičnim formacijama (Area 3) također odgovaraju sastavu lebdećeg pepela (s najvećim udjelom željeza u odnosu na druge). Površina označena žutom bojom (Area 4) sadrži Al i Si u ukupnom iznosu oko 90 % i najniži udio kisika u odnosu na ostala područja.



**Slika 6.13** Usporedni spektri s naznačenih ciljanih područja

**Tablica 8** Rezultati EDS analize

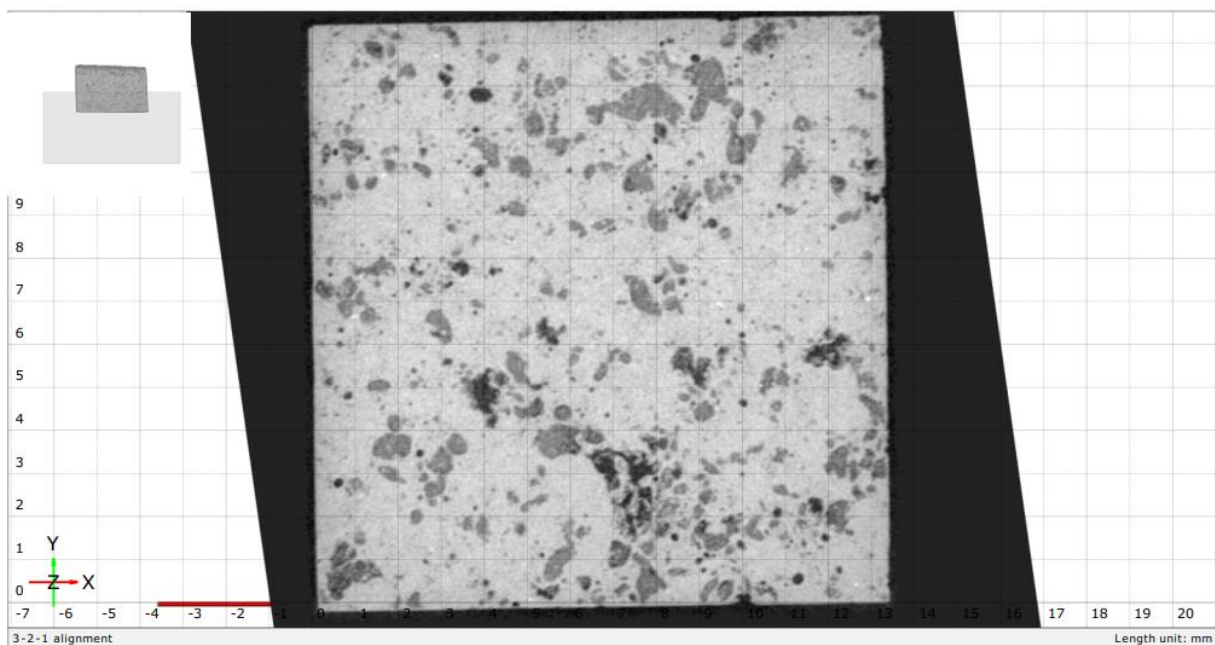
kemijski element	Area 1		Area 2		Area 3		Area 4	
	udjeli, %							
	maseni	atomski	maseni	atomski	maseni	atomski	maseni	atomski
C	1,86	3,78	-	-	2,07	4,26	5,46	11,28
O	15,40	23,59	37,70	52,90	21,28	32,92	4,54	7,03
Zn	0,72	0,27	0,65	0,22	0,37	0,14	-	-
Mg	1,49	1,50	2,71	2,50	1,95	1,98	-	-
Al	61,66	56,00	29,65	24,67	46,50	42,65	62,27	57,22
Si	14,24	12,43	18,58	14,86	9,33	8,22	27,73	24,47
Ca	2,28	1,40	2,37	1,33	8,38	5,17	-	-
Fe	2,36	1,04	7,11	2,86	8,89	3,94	-	-
Ti	-	-	0,43	0,20	0,83	0,43	-	-
K	-	-	0,79	0,45	0,22	0,14	-	-
S	-	-	-	-	0,19	0,15		

### 6.3.1. Rezultati kompjuterske tomografije

Kako bi se procijenila homogenost dobivenih kompozita napravljena je kompjuterska tomografija pojedinih uzoraka. Rezultati CT skeniranja sadrže veći broj slika, koje su date u Prilog rada, a na slikama u nastavku prikazani su samo reprezentativni uzorci. Kako bi se analizirao utjecaj plastične deformacije kutnoga istiskivanja na mikrostrukturu i poroznost kompozita u ovom poglavlju prikazane su snimke sredine uzoraka u horizontalnoj i vertikalnoj ravni presjeka.

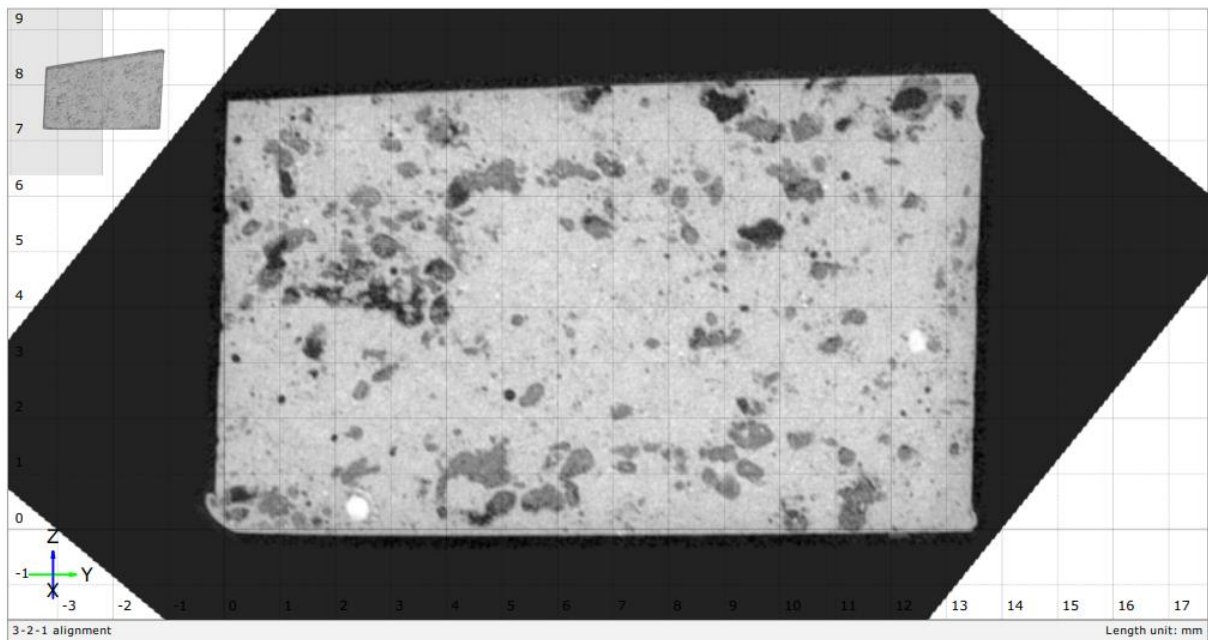
Na slici 6.14 i slici 6.15 prikazani su CT snimke uzorka kompozita u lijevanom stanju. Svijetlo siva površina je najgušća što odgovara leguri, dok tamnije sive površine predstavljaju područje lebdećega pepela. Vidljivo je da je lebdeći pepeo dobro raspoređen i u horizontalnom i u vertikalnom presjeku, s prisutnim manjim aglomeracijama. Na navedenim slikama vide se i posve crna područja koja odgovaraju praznom prostoru, odnosno porama. Vide se i male površine izrazito svijetle, gotovo bijele boje, koje odgovaraju frakcijama veće gustoće. Može se pretpostaviti da su ove površine spojevi željeza u lebdećem pepelu. Nema veće razlike između dva navedena presjeka, slika 6.14 i slika 6.15.

Analizom slike pomoću softverskog paketa *Image J* izmjeren je udio pora u promatranoj površini i iznosu oko 1 %, kao i udio pepela u iznosu oko 6 %.



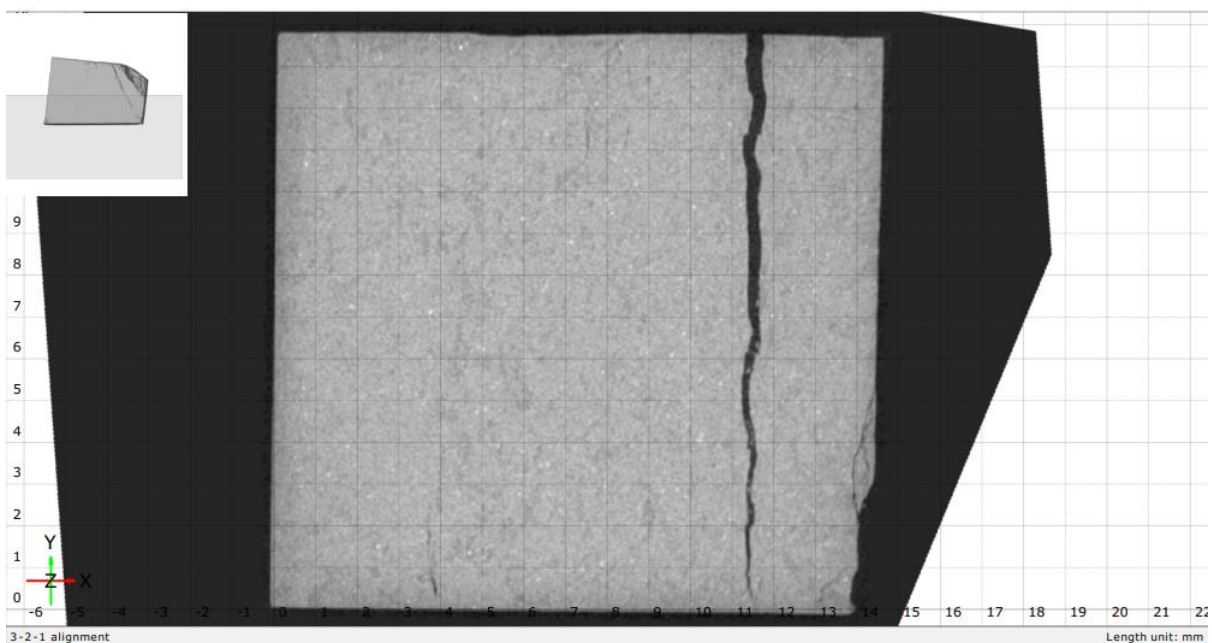
**Slika 6.14** CT snimka kompozita u lijevanom stanju - horizontalni presjek



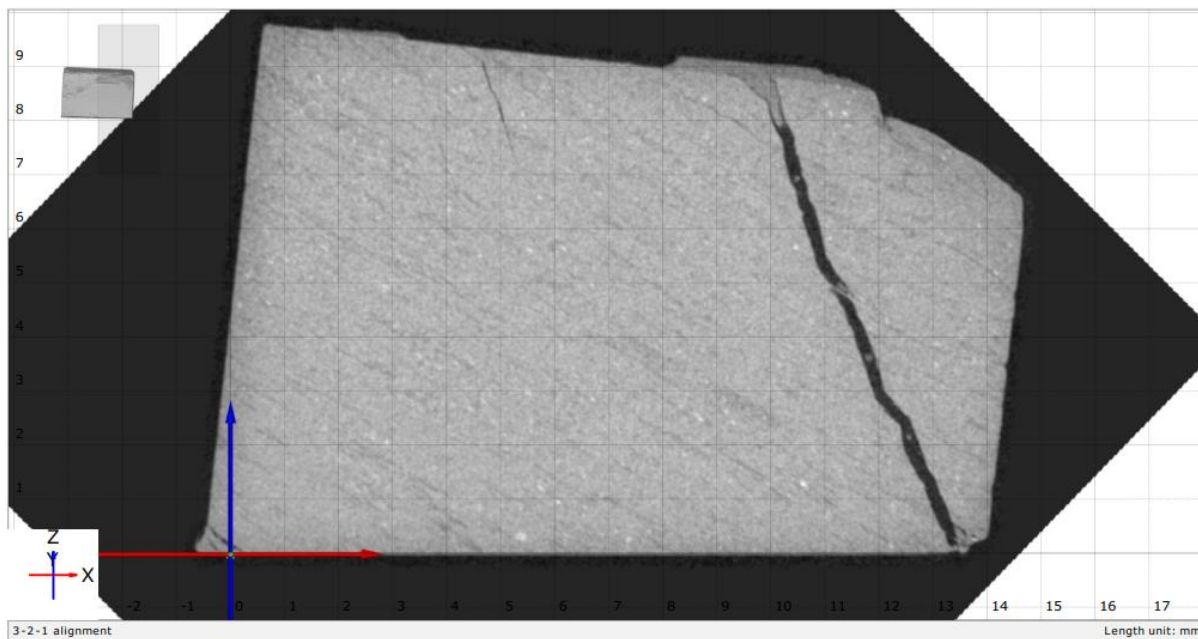


**Slika 6.15** CT snimka kompozita u lijevanom stanju - vertikalni presjek

Na snimkama kompozita sa stupnjem deformacije 1 dominira pukotina koja oblikom prati površinu s koje je ranije već odlomljen vrh uzorka, slika 6.16 i slika 6.17. Međutim, u ostalom dijelu uzorka nisu uočljive pore, koje su nestale uslijed značajne plastične deformacije tijekom istiskivanja materijala. Može se zaključiti da se poroznost smanjila na minimum, odnosno ukoliko se zanemari postojanje pukotine, materijal je neporozan.



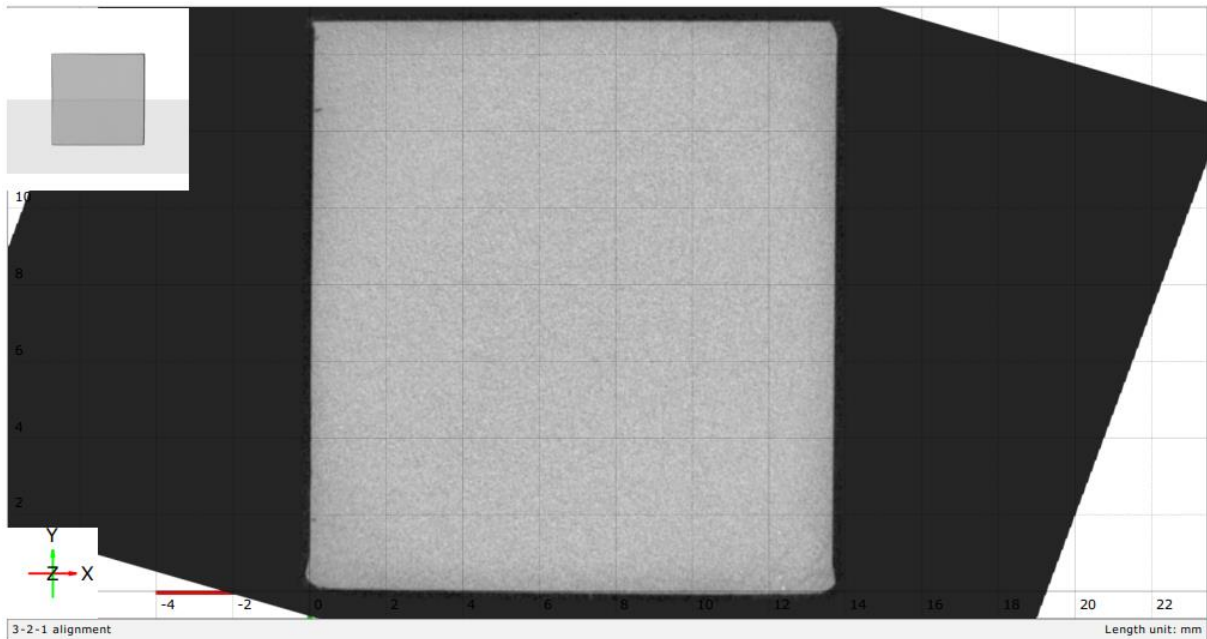
**Slika 6.16** CT snimka kompozita, 1× istisnuto - horizontalni presjek



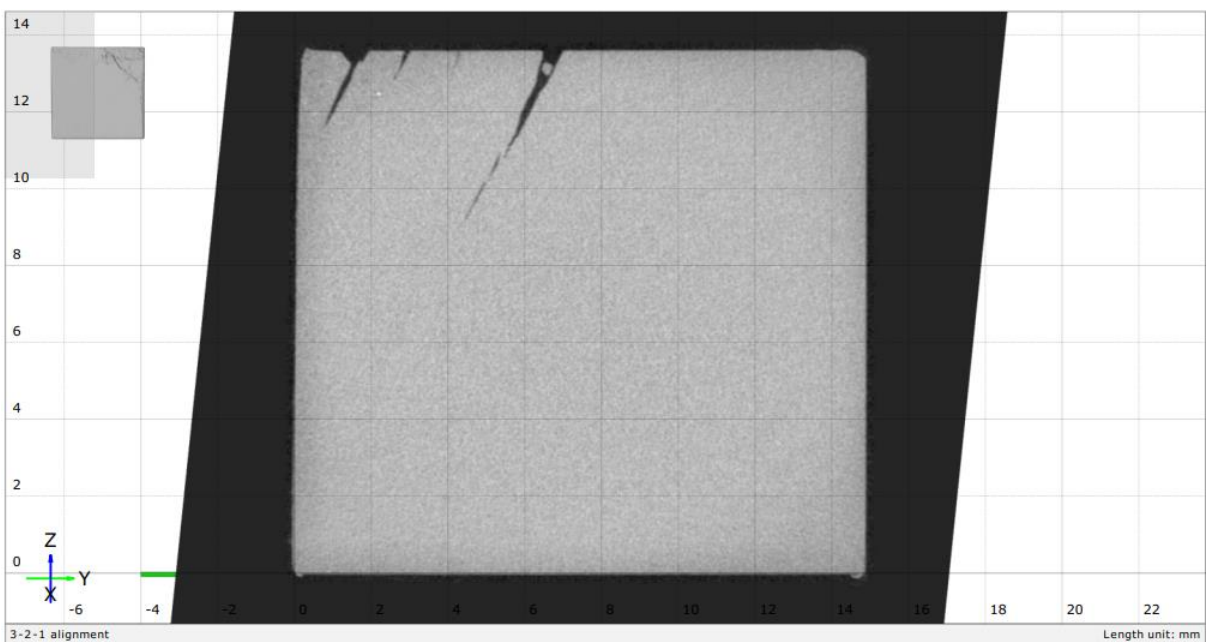
**Slika 6.17** CT snimka kompozita, 1× istisnuto - vertikalni presjek

Tamnija siva područja odgovaraju materijalu manje gustoće, lebdećem pepelu. U horizontalnom presjeku, slika 6.16, fino su distribuirana, bez uočljivih aglomeracija, dok u vertikalnom presjeku, slika 6.17, lijepo odražavaju ravnine smicanja. Na osnovu izgleda nakupina pepela može se odrediti smjer tečenja materijala i pravac deformacije. Na vertikalnom presjeku prikazanom na slici 6.17 također se pri gornjem rubu materijala vide manje pukotine koje prate isti smjer. Na svim fotografijama ovog uzorka (u Prilogu) izražena je usmjerenost strukture koja u potpunosti odgovara djelovanju plastičnih deformacija smicanja.

Na slikama 6.18 – 6.21 prikazani su CT snimke kompozita s višim stupnjem deformacije.

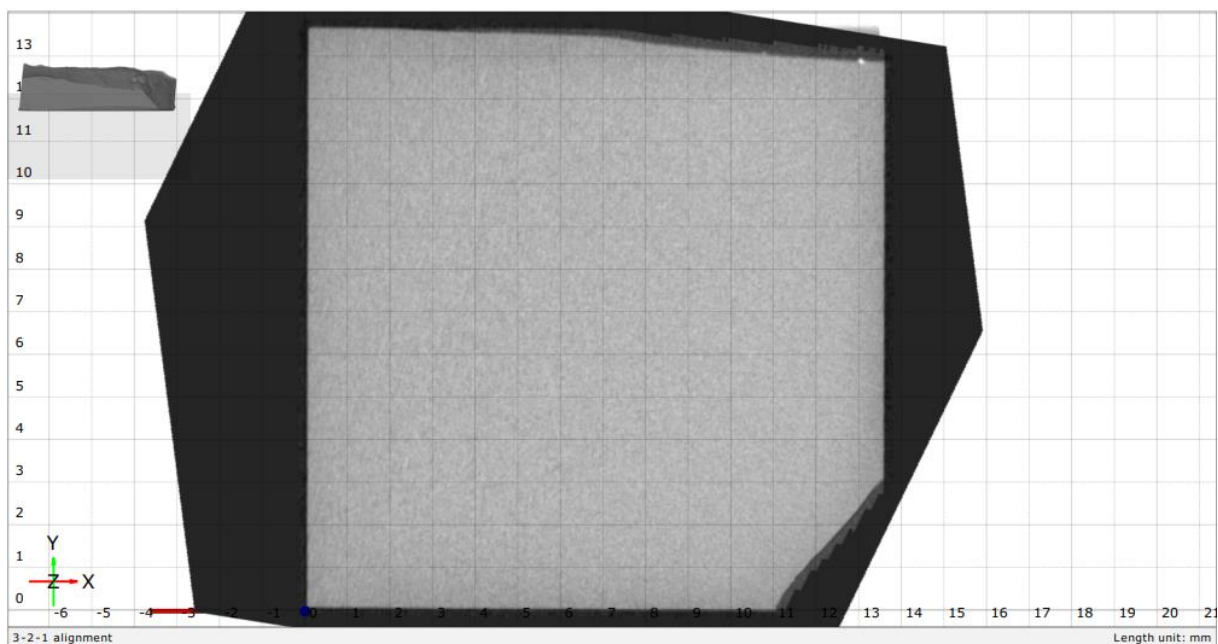


**Slika 6.18** CT snimka kompozita, 2× istisnuto - horizontalni presjek

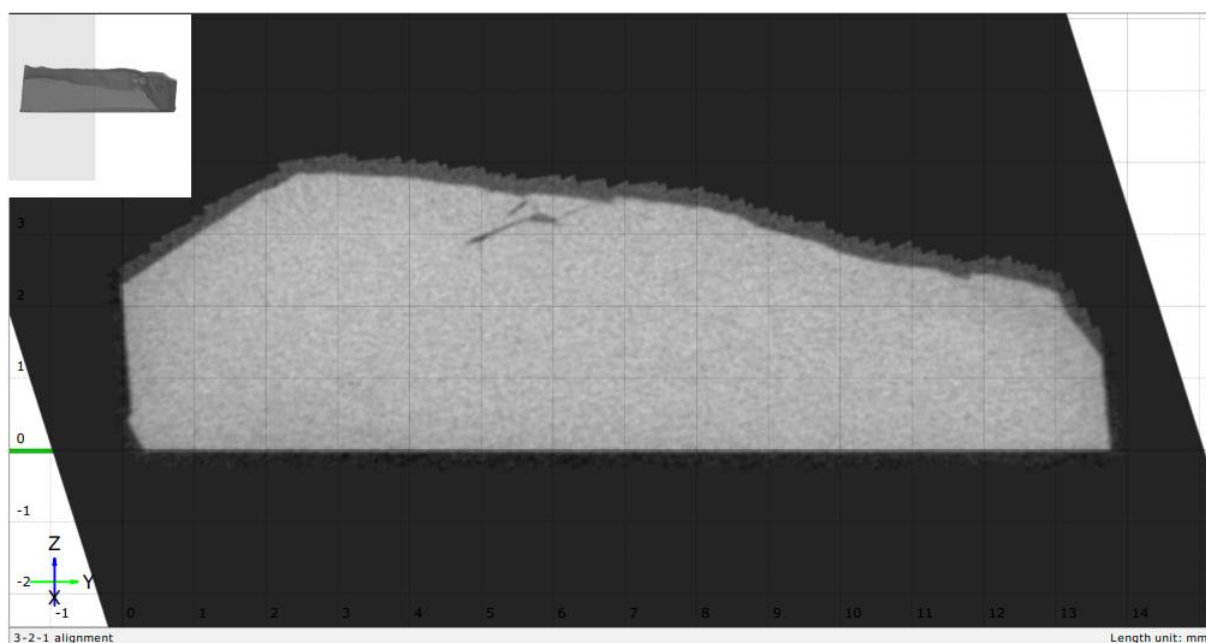


**Slika 6.19** CT snimka kompozita, 2× istisnuto - vertikalni presjek

Pri povećanju koje je korišteno na navedenim slikama, ne može uočiti razlika u mikrostrukturi između matrice i pepela, odnosno između horizontalnih i vertikalnih presjeka. Može se zaključiti da su, uslijed intenzivnih sila smicanja, čestice pepela toliko izmiješane s matricom da se dobio homogen materijal već nakon drugog prolaza kutnog istiskivanja.



**Slika 6.20** CT snimka kompozita, 3× istisnuto - horizontalni presjek



**Slika 6.21** CT snimka kompozita, 3× istisnuto - vertikalni presjek

Na nekim uzorcima koji su kutno istisnuti vide se pukotine nastale intenzivnim lokaliziranim smicanjem. Ova pojava može se spriječiti variranjem parametra procesa kutnoga istiskivanja. S aspekta smanjenja poroznosti (neutralizacije pora nastalih pri lijevanju) i povećanja homogenosti materijala na osnovu provedene CT analize može se zaključiti da je hipoteza rada također potvrđena, odnosno navedena svojstva kompozita su se poboljšala primjenom postupka kutnoga istiskivanja. U daljoj perspektivi istraživanja otvara se problem

optimizacije parametara kutnoga istiskivanja. Primjena kontroliranog povratnog tlaka bila bi prvi izbor za korekciju primijenjenog procesa, čime se može upravljati brzinom deformacije i spriječiti lokalizirano nagomilavanje smičnih ravnina.

#### 6.4. Ispitivanje tvrdoće po Vickersu

U eksperimentalnom dijelu doktorskog rada izmjerena je mikrotvrdoća uzoraka s različitim opterećenjima: 0,1962 N (HV0,02), 0,4905 N (HV0,05), 0,981 N (HV0,1) i 1,96 N (HV0,2). Također je izmjerena makrotvrdoća s opterećenjem od 9,81 N (HV1).

##### 6.4.1. Rezultati ispitivanja mikrotvrdoće i rasprava

U tablicama 9, 10 i 11 navedeni su rezultati mjerenja mikrotvrdoće uzoraka legure i kompozita s 4 i 6 % lebdećega pepela, gdje je:

$x$  – aritmetička sredina mjerenja,

$x_{min}$ ,  $x_{max}$  – najniža i najviša izmjerena vrijednost,

$SD$  – standardna devijacija rezultata mjerenja.

Broj prolaza označava stupanj deformacije, gdje se vrijednost 0 odnosi na materijal u lijevanom stanju, a 1, 2 i 3 broj prolaza kutnog istiskivanja.

**Tablica 9** Rezultati mjerenja mikrotvrdoće za leguru AlSi7Mg0,3

Broj prolaza	HV0,02				HV0,05				HV0,1				HV0,2			
	$x$	$x_{min}$	$x_{max}$	$SD$	$x$	$x_{min}$	$x_{max}$	$SD$	$x$	$x_{min}$	$x_{max}$	$SD$	$x$	$x_{min}$	$x_{max}$	$SD$
0	102	59	140	23	106	67	118	14	104	93	119	6	99	96	104	3
1	72	48	99	14	89	73	102	8	89	78	105	9	84	79	89	4
2	97	78	113	11	97	83	115	10	97	83	115	9	100	93	107	5
3	71	43	85	12	82	72	89	5	85	78	92	4	81	76	91	4

**Tablica 10** Rezultati mjerenja mikrotvrdoće za kompozit AlSi7Mg0,3 + 4 % FA

Broj prolaza	HV0,02				HV0,05				HV0,1				HV0,2			
	$x$	$x_{min}$	$x_{max}$	$SD$	$x$	$x_{min}$	$x_{max}$	$SD$	$x$	$x_{min}$	$x_{max}$	$SD$	$x$	$x_{min}$	$x_{max}$	$SD$
0	46	36	60	6	55	42	73	6	55	44	69	6	48	39	64	8
1	64	42	93	13	70	57	86	7	74	61	105	10	78	69	88	5
2	64	49	76	8	77	64	91	8	86	75	97	6	93	85	102	5

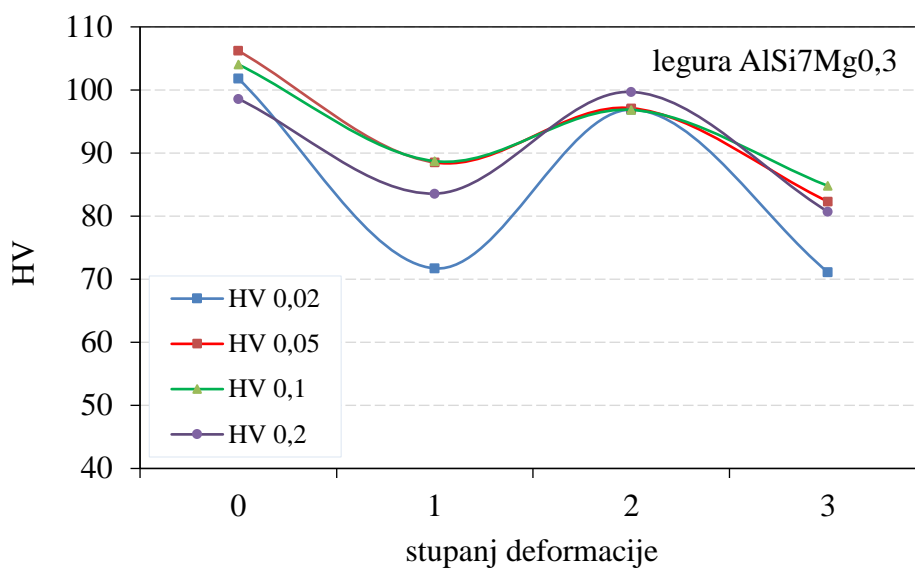
**Tablica 11** Rezultati mjerenja mikrotvrdoće za kompozit AlSi7Mg0,3 + 6 % FA

Broj prolaza	HV0,02				HV0,05				HV0,1				HV0,2			
	$x$	$x_{\min}$	$x_{\max}$	$SD$	$x$	$x_{\min}$	$x_{\max}$	$SD$	$x$	$x_{\min}$	$x_{\max}$	$SD$	$x$	$x_{\min}$	$x_{\max}$	$SD$
0	51	42	64	6	53	43	67	8	52	41	69	8	46	37	54	6
1	60	42	70	9	74	59	86	7	83	74	97	6	82	76	93	5
2	79	53	93	10	84	69	100	7	85	78	92	4	85	74	94	5
3	87	74	106	10	93	86	106	5	94	85	107	6	93	81	100	5

Uvidom u tablice 9 – 11 može se uočiti da je najveće rasipanje rezultata mjerenja ( $SD_{\max} = 23$ ) pri mjerenju mikrotvrdoće HV0,02 kod legure u lijevanom stanju, tablica 9. Uslijed male vrijednosti opterećenja indentora ( $F = 0,1962$  N), gdje je očekivani red veličina dijagonala otiska također mali, na rasipanje rezultata mjerenja utjecala je nehomogenost mikrostrukture lijevanog uzorka. Mikrotvrdoća primarnih  $\alpha$ -Al kristala znatno je niža od tvrdoće eutektikuma odnosno štapića silicija. Kako su otisci mali, velika je vjerojatnost da zahvate samo jednu od navedenih faza. Općenito su pri manjim opterećenjima veće vrijednosti standardne devijacije kod svih uzoraka. Prema dobivenim rezultatima ne može se jasno utvrditi kako stupanj deformacije utječe na rasipanje rezultata.

Da bi se lakše uočile, sve maksimalne i minimalne vrijednosti mikrotvrdoća su naglašene bojama u tablicama 9 – 11. Minimalna izmjerena vrijednost mikrotvrdoće je 36 HV0,02 za kompozit s 4 % FA u lijevanom stanju, tablica 10, a maksimalna je 140 HV0,02 za leguru također u lijevanom stanju, tablica 9.

Što se tiče aritmetičkih sredina ( $x$ ), koje su svakako mjerodavnije za analizu, maksimalna vrijednost je kod legure u lijevanom stanju 106 HV0,05, tablica 9. Minimalnu srednju vrijednost mikrotvrdoće u iznosu 46 HV0,02 ima kompozit s 4 % FA u lijevanom stanju, tablica 10, i 46 HV0,2 kompozit sa 6 % FA, tablica 11. Ono što je značajno za potvrdu hipoteze rada je pitanje utjecaja stupnja deformacije na ispitivana svojstva materijala. Prikaz ovisnosti srednjih vrijednosti mikrotvrdoće o broju prolaza kutnog istiskivanja za leguru AlSi7Mg0,3 prikazano je na slici 6.22.

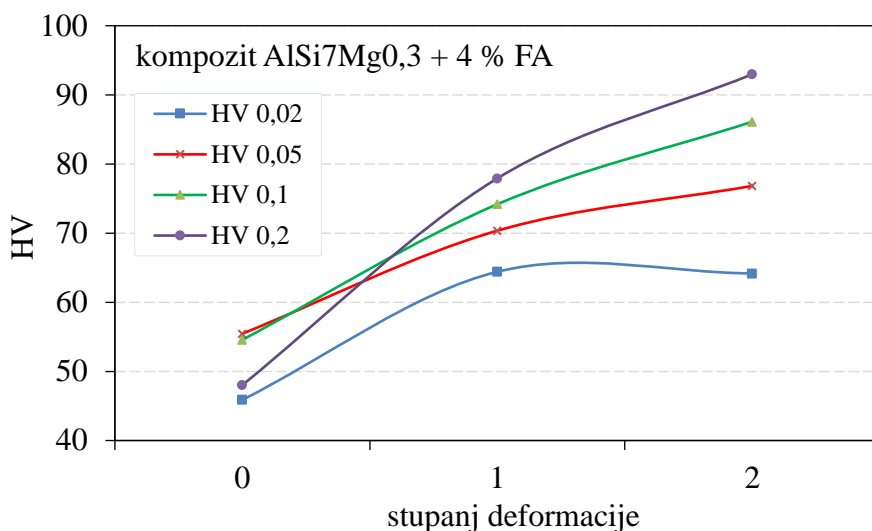


**Slika 6.22** Utjecaj stupnja deformacije na mikrotvrdoću legure AlSi7Mg0,3

Uzorci legure pokazuju značajan pad srednjih vrijednosti mikrotvrdoće od 14,4 % do 29,4% nakon prvog prolaza kutnoga istiskivanja za sve vrijednosti opterećenja.

Ovo smanjenje mikrotvrdoće moglo bi se objasniti usitnjenjem štapića silicija i homogeniziranjem mikrostrukture pri istiskivanju. Nakon drugog prolaza uočava se određeni porast vrijednosti u odnosu na prethodno stanje, što se može objasniti očvrnućem zbog značajne plastične deformacije. Nakon trećeg prolaza ponovno dolazi do pada vrijednosti svih mikrotvrdoća. Ovaj pad je vjerojatno vezan za orijentaciju uzorka - ravnine smicanja će biti kao u prvom prolazu što izaziva intenzivno raslojavanje materijala.

Ispitivanja s većim vrijednostima stupnja deformacije nisu provedena radi gubitka materijala u pripremi. Obzirom na provedene analize i dobivene rezultate može se zaključiti da proces obrade kutnim istiskivanjem s kvadratnim poprečnim presjekom alata nije primjeren za primjenu na leguri AlSi7Mg0,3.



**Slika 6.23** Utjecaj stupnja deformacije na mikrotvrdoću kompozita AlSi7Mg0,3 + 4 % FA

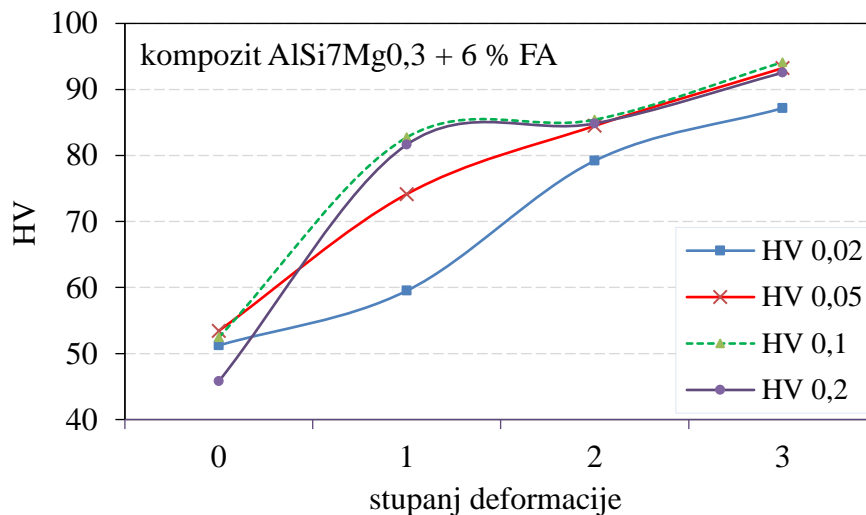
Uzorci kompozita, nasuprot čistoj leguri, pokazali su povećanje mikrotvrdoće nakon svakog stupnja deformacije za sve vrijednosti opterećenja u rasponu od 10 % do 78,2 %, tablica 10 i tablica 11. Izuzetak je uzorak AlSi7Mg0,3 + 4 % FA koji ima jednaku vrijednost mikrotvrdoće za 1. i 2. stupanj deformacije pri HV0,02.

Na slici 6.23 prikazana je ovisnost dobivenih srednjih vrijednosti mikrotvrdoće o stupnju deformacije za kompozit s 4 % FA. Evidentan je prirast mikrotvrdoće istisnutih uzoraka u odnosu na početno lijevano stanje. Veći prirast tvrdoće ostvaren je pri prvom istiskivanju kod svih opterećenja. Za opisani kompozit najveći ukupni prirast mikrotvrdoće od 93,7 % dobiven je između ljevanog i dva puta istisnutog uzroka pri najvećem ispitnom opterećenju, sa 48 HV0,2 na 93 HV0,2. Iz prikazanih rezultata može se također uočiti da je povećanje tvrdoće intenzivnije što je veće opterećenje pri mjerenju tvrdoće. Obzirom na prirast mikrotvrdoće može se zaključiti da je provedena obrada kutnim istiskivanjem povoljno djelovala na mikrotvrdoću navedenog kompozita. Uzorak ovog kompozita uspješno je istisnut samo dva puta što pokazuje da je ograničen stupanj deformacije, odnosno broj prolaza kroz kutni kanal.

Na slici 6.24 prikazan je utjecaj stupnja deformacije, odnosno broja prolaza kutnog istiskivanja, na mikrotvrdoću kompozita kompozit sa 6 % FA. Nakon svakog prolaza kutnog istiskivanja bilježi se prirast mikrotvrdoće za sva ispitna opterećenja u rasponu od 2,4 % do 78,3 %. Najveći prirast mikrotvrdoće između dva prolaza 78,3 % zabilježen je pri maksimalnom opterećenju i to između ljevanog stanja (46 HV0,2) i nakon jednog prolaza (82 HV0,2). Kada je veće opterećenje indentora veća je mogućnost da se prilikom mjerenja zahvati pora. U ljevanom uzroku kompozita osim pora koje mogu nastati pri očvršćivanju imamo i aglomerate pepela koji također utječu na rezultate mjerenja mikrotvrdoće. Tako je za većinu mjerenja



maksimalni prirast mikrotvrdoće bio između lijevanog stanja i prvog prolaza, što se ogleda u strmom nagibu linija na slici 6.24 između stupnja 0 i 1. Iz prikazanih rezultata može se također uočiti da je povećanje mikrotvrdoće intenzivnije što je veće opterećenje pri mjerenju tvrdoće. Najveći ukupni prirast mikrotvrdoće od 102,2 % na kompozitu kompozit sa 6 % FA, od 46 HV0,2 za lijevani uzorak na 93 HV0,2 za tri puta istisnuti uzorak.



**Slika 6.24** Utjecaj stupnja deformacije na tvrdoću kompozita AlSi7Mg0,3 + 6 % FA

Iz dobivenih rezultata mogu se donijeti zaključci o utjecaju dodatka pepela u osnovnu leguru na mikrotvrdoću uzoraka. Općenito dodatak pepela smanjuje mikrotvrdoću svih uzoraka bez obzira na opterećenje indentora. Smanjenje je osobito izraženo kod lijevanih uzoraka, pri čemu nema velike razlike između kompozita s 4 % i 6 % FA. Smanjenje mikrotvrdoće izazvano dodatkom pepela manje je izraženo kod istisnutih uzoraka.

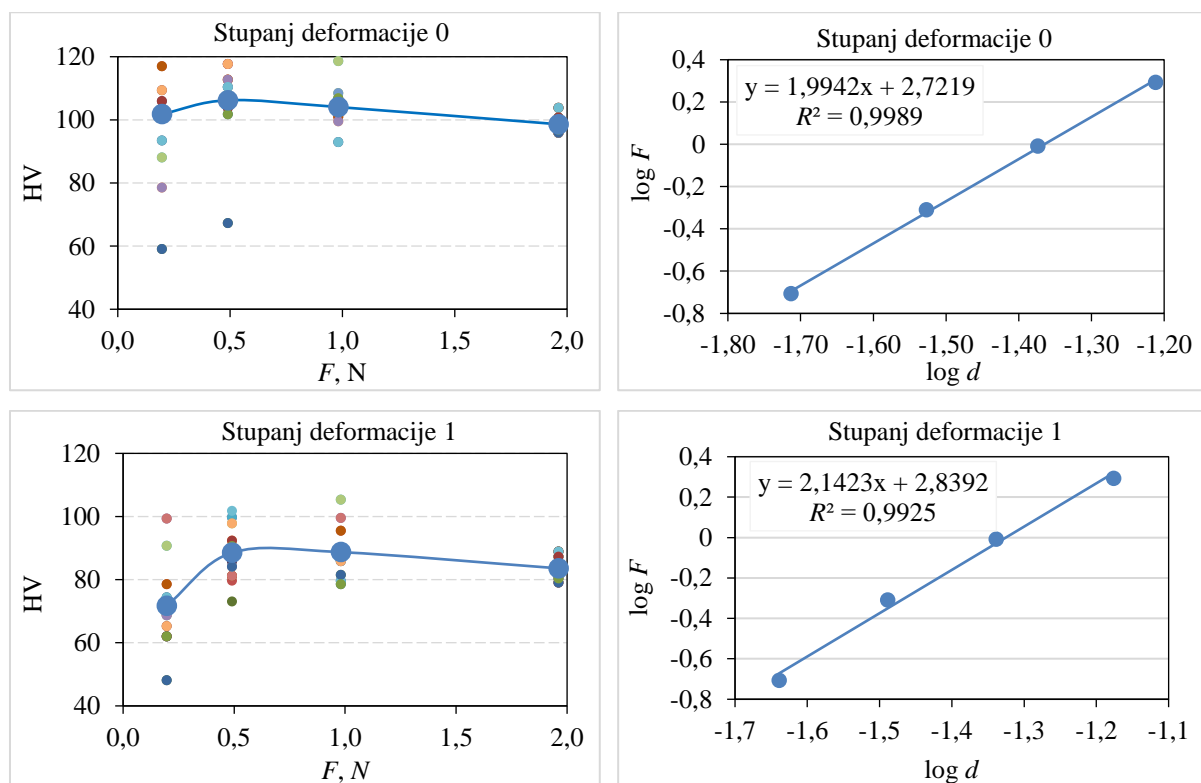
Uzimajući u obzir dobivene rezultate pri ispitivanju mikrotvrdoće kompozita može se donijeti zaključak da je primjenom metode kutnog istiskivanja došlo do poboljšanja ovog svojstva čime se potvrdila postavljena hipoteza i ispunio jedan od ciljeva rada.

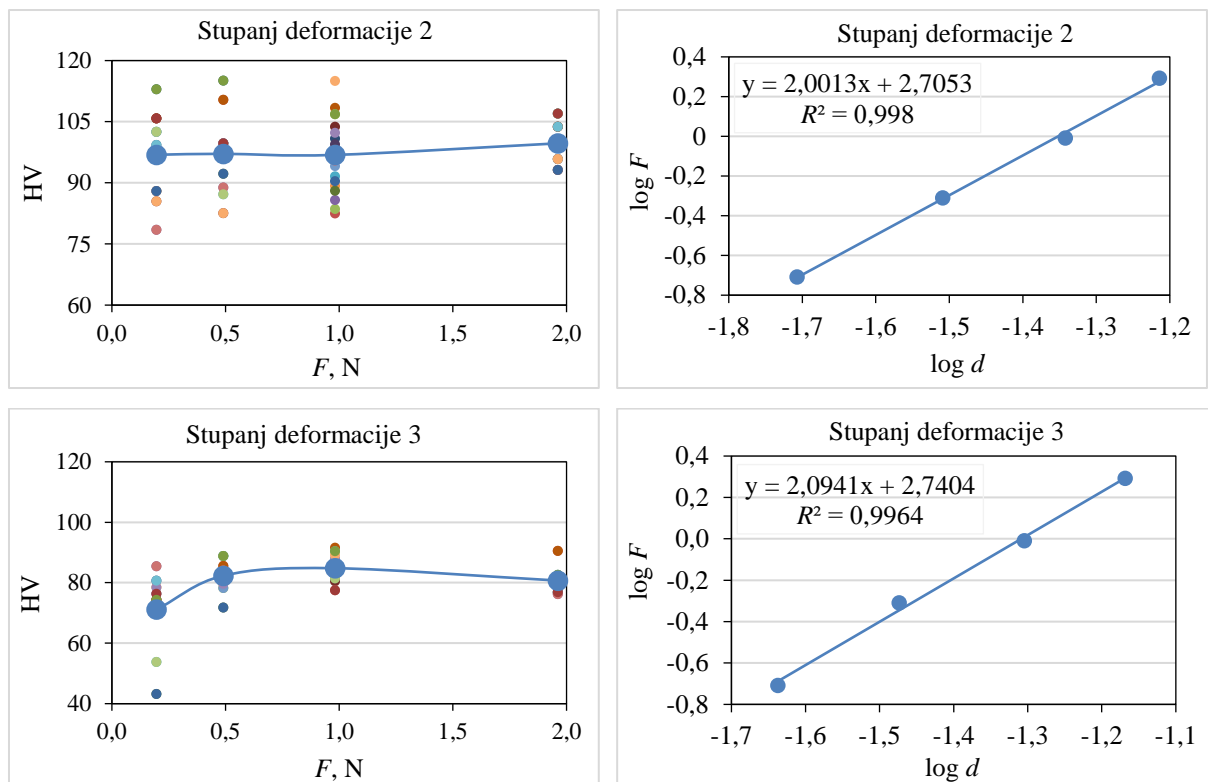
#### 6.4.1.1. Meyer-ov zakon

Dijagramima na slikama 6.25, 6.26 i 6.27 usporedno su prikazani rezultati mjerenja i linearne regresijske analize za sve uzorke. Dijagrami na lijevoj strani pokazuju ovisnost mikrotvrdoće o opterećenju indentora. Osim srednjih vrijednosti mikrotvrdoće prikazani su i pojedinačni rezultati mjerenja. Povezivanjem srednjih vrijednosti dobije se krivulja čiji trend pokazuje utjecaj opterećenja na vrijednost tvrdoće. Primjenom Meyerovog zakona, odnosno linearnom regresijom dobiveni su pravci prikazani desno na slikama 6.25 – 6.27. Prema

vrijednostima Meyerovog indeksa može se zaključiti radi li se o normalnom (ISE) ili obrnutom (RISE) utjecaju opterećenja na tvrdoću.

Slika 6.25 pokazuje rezultate mjerenja mikrotvrdoće i primjenu Meyerovog zakona za uzorke legure AlSi7Mg0,3. Vidljivo je da legura u lijevanom stanju pokazuje smanjenje tvrdoće s povećanjem opterećenja indentora, a i Meyerov indeks ( $n = 1,9942$ ) pokazuje da se radi o normalnom utjecaju opterećenja na mikrotvrdoću (ISE). Nakon prvog prolaza kutnog istiskivanja za stupanj deformacije 1, Meyerov indeks ( $n = 2,1423$ ) pokazuje obrnuti utjecaj (RISE), to jest uočljivo je povećanje mikrotvrdoće s povećanjem opterećenja indentora. Razlog promjene leži u značajnoj plastičnoj deformaciji koja dovodi do promjena u mikrostrukтури. Kod drugog stupnja deformacije gotovo da nema promjene vrijednosti mikrotvrdoće bez obzira na opterećenje indentora, što pokazuje i Meyerov indeks ( $n = 2,0013$ ). Kod triput istisnutih uzoraka legure vrijednost Meyerovog indeksa ( $n = 2,0941$ ) pokazuje obrnuti utjecaj. Kod svih uzoraka vrijednost koeficijenta determinacije ( $R^2$ ) od 0,9925 do 0,9989 potvrđuje da Meyerov zakon adekvatno opisuje ispitivanu pojavu.

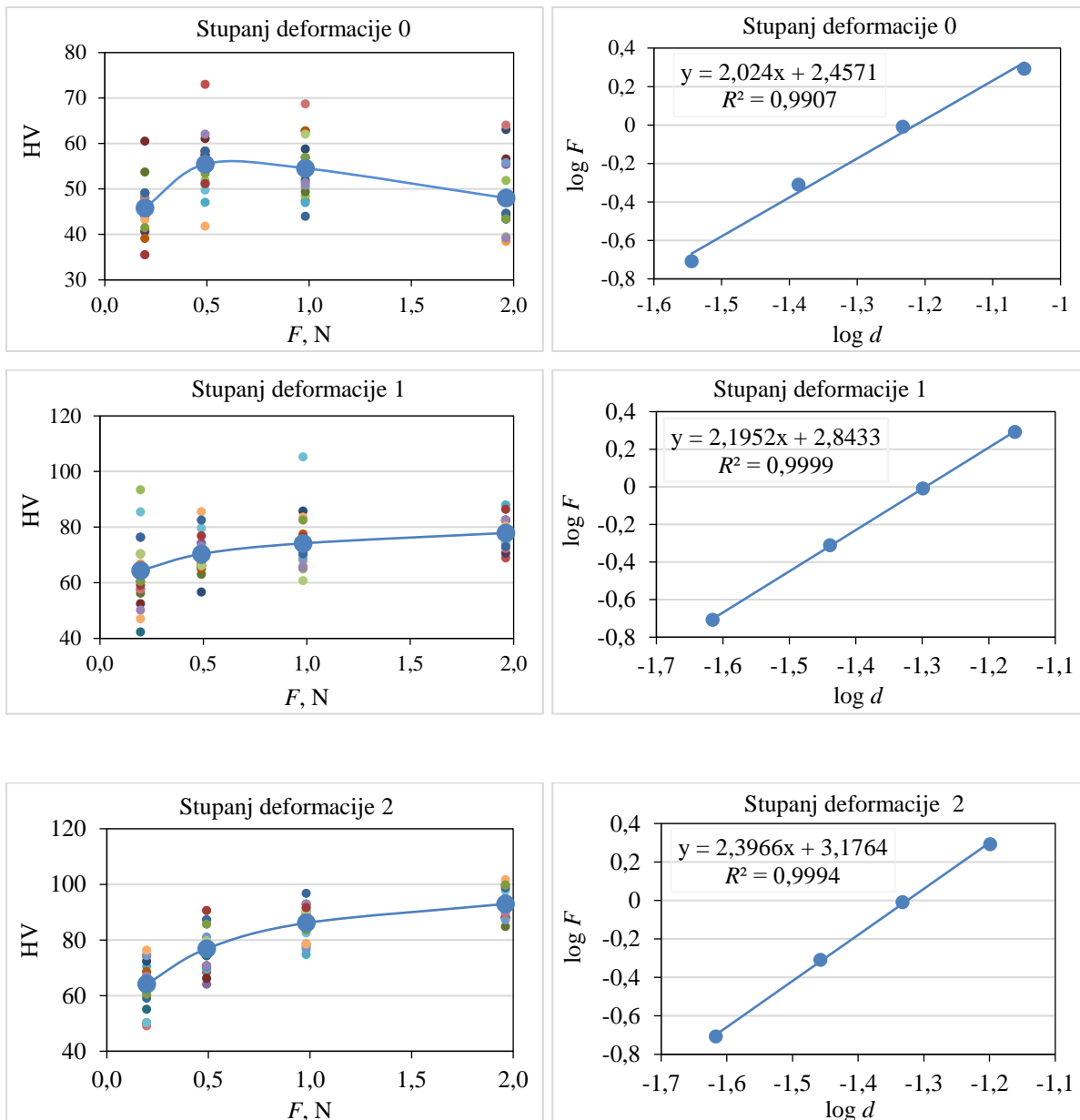




**Slika 6.25** Vrijednosti mikrotvrdoće u ovisnosti o opterećenju i grafički prikaz ovisnosti  $\log F$  o  $\log d$  prema Meyerovom zakonu za leguru AlSi7Mg0,3

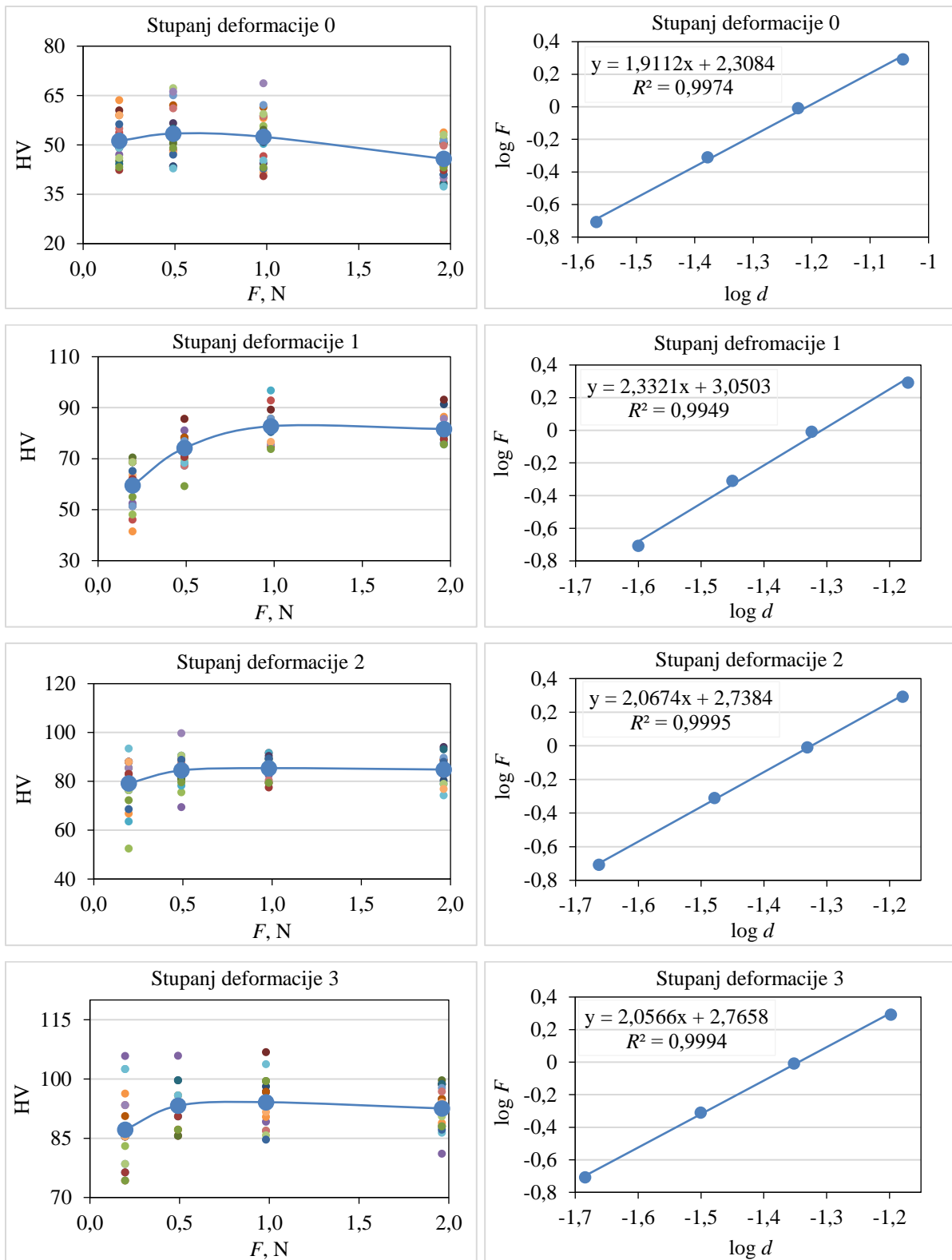
Kod mjerenja mikrotvrdoće uzoraka kompozita utjecaj mikrostrukture je značajan. Osim  $\alpha$ -Al kristala mješanaca i štapića silicija pojavljuju se i aglomerati lebdećega pepela. Također prilikom obrade kutnim istiskivanjem dolazi do transfera lebdećega pepela kroz materijal, kolapsa sferoidnih čestica i drugih promjena opisanih u poglavlju 6.3. Pojava pora i pukotina izazvanih deformacijom doprinosi rasipanju rezultata mjerenja. Unatoč navedenom, kod oba kompozita utvrđena je ovisnost mikrotvrdoće o opterećenju.

Za kompozite s 4 % FA na slici 6.26 može se primijetiti da je Meyerov indeks  $n > 2$  za sve uzorke, što indicira da se radi o obrnutom utjecaju opterećenja (RISE). Visoke vrijednosti koeficijenta determinacije  $R^2$  pokazuje da primjena Meyerovog zakona izvrsno opisuje promjenu tvrdoće.



**Slika 6.26** Vrijednosti mikrotvrdoće u ovisnosti o opterećenju i grafički prikaz ovisnosti  $\log F$  o  $\log d$  prema Meyerovom zakonu za kompozit AlSi7Mg0,3 + 4 % FA

Slika 6.27 pokazuje rezultate mjerenja i linearne regresijske analize za treću skupinu uzoraka kompozita sa 6 % FA. I kod ove skupine uzoraka utvrđen je značajan utjecaj opterećenja na mikrotvrdoću uzorka. Trendovi krivulje, dovedeni u vezu s Meyerovim indeksom, pokazuju da je kod lijevanog stanja prisutan normalan utjecaj opterećenja (ISE), a kod plastično deformiranih uzoraka obrnut (RISE). Vrlo visoke vrijednosti koeficijenta determinacije od 0,9949 do 0,9995 i ovdje pokazuju da primjena Meyerovog zakona izvrsno opisuje promatranu pojavu.



**Slika 6.27** Vrijednosti mikrotvrdoće u ovisnosti o opterećenju i grafički prikaz ovisnosti  $\log F$  o  $\log d$  prema Meyerovom zakonu za kompozit AlSi7Mg0,3 + 6 % FA

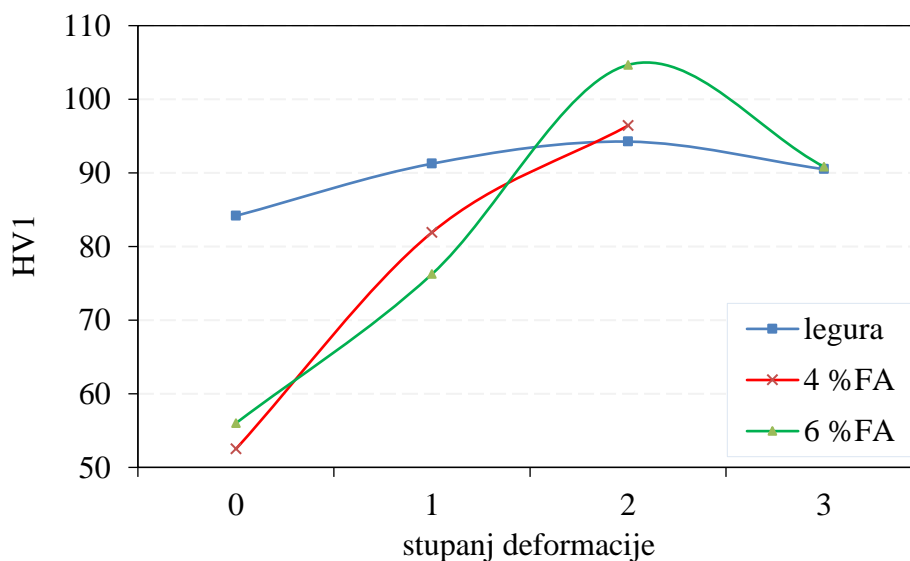
#### 6.4.2. Ispitivanje makrotvrdoće

U tablici 12 prikazani rezultati mjerenja tvrdoće HV1, koje je provedeno pri ispitnom opterećenju  $F = 9,81$  N. Minimalna izmjerena vrijednost je iznosila 41 HV1, za lijevani uzorak kompozita s 4 % FA, a maksimalna 113 HV1 kod kompozita sa 6 % FA s stupnjem deformacije 2. Srednja vrijednost rezultata mjerenja dobivena je kao aritmetička sredina od 12 ponavljanja. Najvišu vrijednost standardne devijacije, koja pokazuje i rasipanje rezultata, imali su uzorci legure u lijevanom stanju. Minimalna srednja vrijednost tvrdoće u iznosu od 53 HV1 izmjerena je kod kompozita s 4 % FA u lijevanom stanju, dok je maksimalnu vrijednost tvrdoće od 105 HV1 imao kompozit sa 6 % FA i stupnjem deformacije 2.

**Tablica 12** Rezultati mjerenja makrotvrdoće HV1

Broj prolaza	AlSi7Mg0,3				AlSi7Mg0,3 + 4 % FA				AlSi7Mg0,3 + 6 % FA			
	$x$	$x_{\min}$	$x_{\max}$	$SD$	$x$	$x_{\min}$	$x_{\max}$	$SD$	$x$	$x_{\min}$	$x_{\max}$	$SD$
0	84	70	94	7	53	41	60	5	56	49	66	5
1	91	87	95	2	82	59	92	6	76	69	81	3
2	94	87	98	3	96	92	102	3	105	94	113	6
3	91	87	94	2					91	86	99	4

Na slici 6.28 prikazan je utjecaj stupnja deformacije na tvrdoću ispitivanih uzoraka.



**Slika 6.28** Utjecaj stupnja deformacije na vrijednosti tvrdoće HV1

Može se uočiti prirast tvrdoće između lijevanog stanja i prvog i drugog prolaza kutnog istiskivanja kod svih uzoraka. Najveći prirast između pojedinačnih prolaza imao je kompozit s 4 % FA nakon prvog stupnja deformacije kada je tvrdoća povećana s 53 HV1 na 82 HV1, odnosno za 54,7 %. Značajan prirast od 38,2 % imao je kompozit sa 6 % FA nakon drugog prolaza kutnog istiskivanja. Nakon drugog prolaza legura i kompozit sa 6 % FA pokazuju pad vrijednosti tvrdoće, dok kompozit s 4 % FA nije uspješno treći put ni istisnut. Prema dobivenim vrijednostima tvrdoće HV1 može se zaključiti da su dva prolaza optimalan broj prolaza kutnog istiskivanja. Uzorci legure nisu imali velike promjene u vrijednostima makrotvrdoće (od 3 do 8 %) pa se može zaključiti da postupak kutnog istiskivanja nije primjeren za uporabu na čistoj leguri. Međutim, s aspekta kompozitnih materijala i ovdje se potvrdila hipoteza da je primjenom postupka kutnog istiskivanja u 2 prolaza povećana tvrdoća oba kompozita za preko 80 %. Maksimalno ukupno povećanje tvrdoće od 87,5 % imao je kompozit sa 6 % FA kod kojeg se tvrdoća povisila sa 56 HV1 za lijevani uzorak na 105 HV1 za dvaput istisnuti uzorak.

Iz rezultata prikazanih u tablici 12 i na slici 6.28 može se vidjeti da dodatak pepela u osnovnu leguru utječe na tvrdoću HV1. Najveći utjecaj izražen je kod uzoraka u lijevanom stanju gdje se dodatkom pepela osjetno smanjila tvrdoća, bez obzira na udio pepela. Nakon prvog prolaza, povećanjem udjela pepela tvrdoća se postupno smanjuje. Nakon drugog prolaza, s porastom udjela pepela, tvrdoća se povisila.

I ovi rezultati idu u prilog potvrđivanja postavljene hipoteze o poboljšanju svojstava kompozita metodom kutnoga istiskivanja.

## 6.5. Ispitivanje erozije krutim česticama

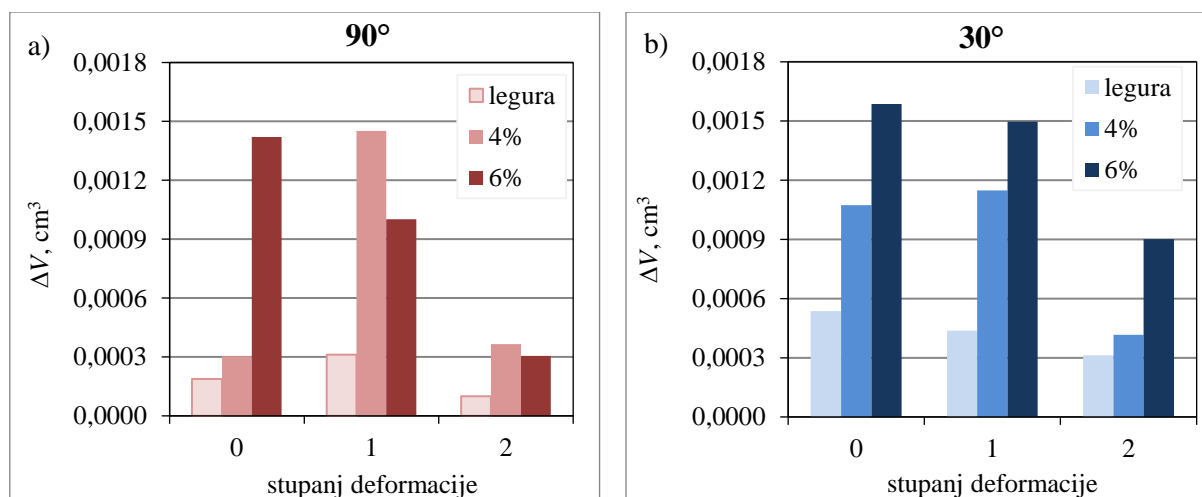
Rezultati ispitivanja uzoraka erozijom krutim česticama za upadne kutove od 90° i 30° prikazani su u tablici 13 i dijagramima na slici 6.29. U tablici su prikazani gubici mase ( $\Delta m$ ), preračunati u gubitke volumena ( $\Delta V$ ), kao srednje vrijednosti od tri mjerenja.

**Tablica 13** Rezultati erozijskog testa

stanje uzorka	udio FA %	$\rho$ g/cm <sup>3</sup>	$\Delta m$ mg		$\Delta V$ ×10 <sup>-3</sup> cm <sup>3</sup>	
			90°	30°	90°	30°
0 - lijevano	0	2,67	0,50	1,43	0,19	0,54
	4	2,64	0,80	2,83	0,30	1,07

	6	2,63	3,73	4,17	1,42	1,59
1× istisnuto	0	2,67	0,83	1,17	0,31	0,44
	4	2,64	3,83	3,03	1,45	1,15
	6	2,63	2,63	3,93	1,00	1,50
2× istisnuto	0	2,67	0,27	0,83	0,10	0,31
	4	2,64	0,97	1,10	0,37	0,42
	6	2,63	0,80	2,37	0,30	0,90
3× istisnuto	0	2,67	0	0	0	0
	4	2,64	-	-	-	-
	6	2,63	0	0	0	0

Na slici lijevo prikazani su rezultati ispitivanja erozije krutim česticama pri kutu od 90° kad je dominantni mehanizam trošenja umor površine. Na slici desno vide se rezultati za kut od 30° kad je dominantni mehanizam trošenja abrazija.



**Slika 6.29** Utjecaj stupnja deformacije i udjela FA na gubitak volumena pri erozijskom trošenju krutim česticama za upadni kut: a) 90° i b) 30°

Usporedbom dobivenih rezultata može se zaključiti da je erozijsko trošenje kompozita s 4 % FA i 6 % FA u svim stanjima veće od trošenja osnovne legure za oba upadna kuta čestica. Kod triput istisnutih uzoraka nije došlo do erozijskog trošenja čak i pri dvostrukom broju udaraca u mlaz SiC i zato nisu prikazani.



Gubitak mase i volumena veći je pri ispitivanju pod upadnim kutom erodenta od 30° kod svih uzoraka osim kod jedanput istisnutog uzorka kompozita s 4 % FA. Na osnovu toga može se zaključiti da su i legura i kompoziti puno osjetljiviji na abraziju nego na umor površine.

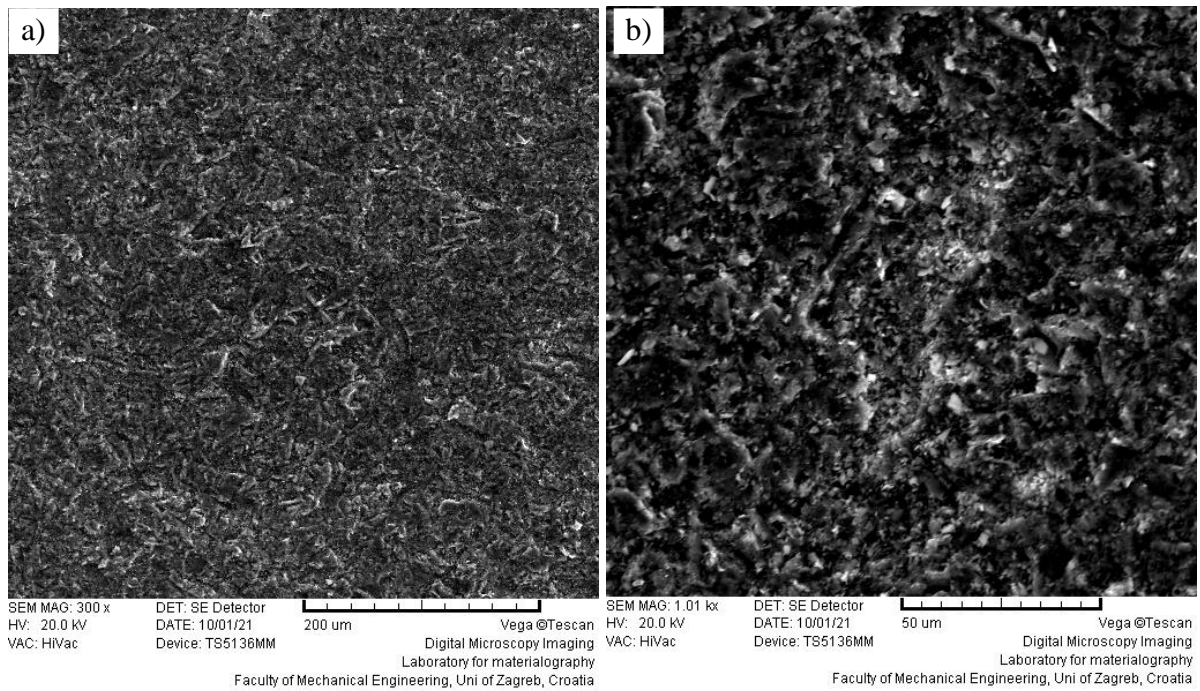
Povećanjem broja prolaza kutnoga istiskivanja općenito se povećava otpornost na eroziju krutim česticama pri upadnom kutu od 30°. To je u skladu s rezultatima mjerenja tvrdoće HV1 koja se kod svih uzoraka također povećava s povećanjem broja prolaza.

Pri ispitivanju erozije pod upadnim kutom čestica od 90° legura i kompoziti s 4 % i 6 % FA imaju različit trend erozijskog trošenja u odnosu na broj istiskivanja. Kompozitu sa 6 % FA povećava se otpornost na erozijsko trošenje sa svakim prolazom. Legura i kompozit s 4 % FA imali su najveće trošenje nakon prvog prolaza kutnoga istiskivanja. Ovo povećanje osobito je izraženo kod uzorka s 4 % FA koji je imao maksimalno trošenje pri kutu od 90°, u odnosu na sve ostale uzorke. Pod kutom od 90° dominantni mehanizam trošenja je umor površine na koji najveći utjecaj imaju dinamička izdržljivost površine i otpornost širenju pukotine, a tvrdoća nema značajan utjecaj.

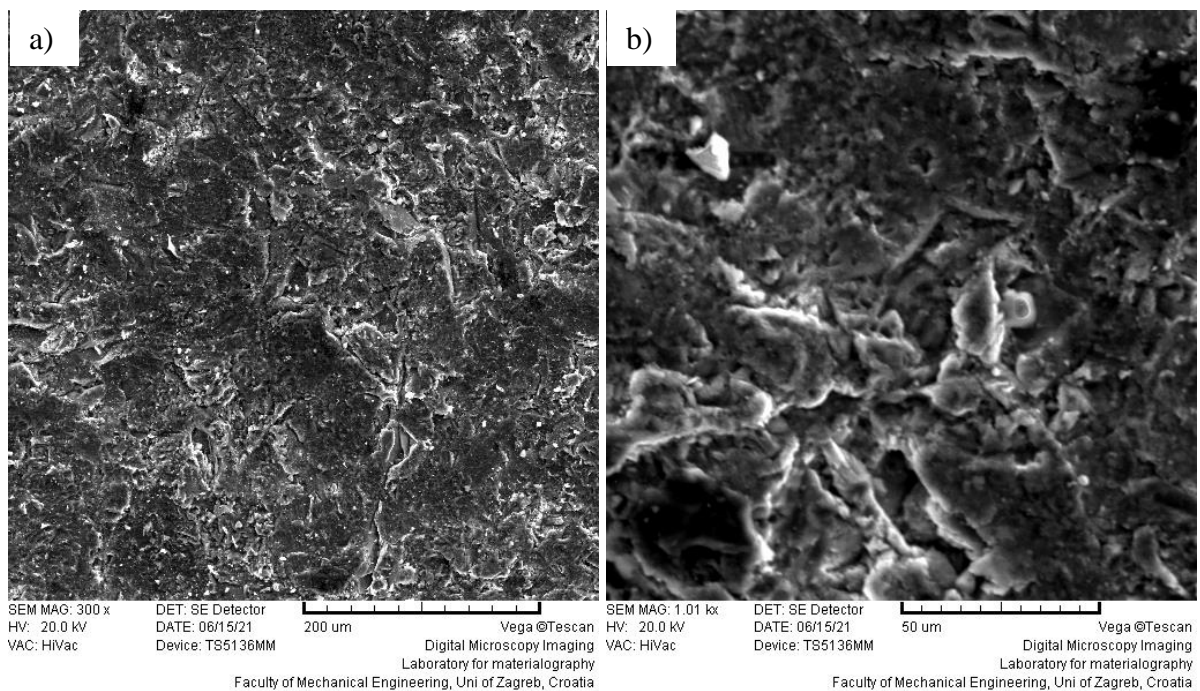
Nakon ispitivanja erozije na svim uzorcima provedena je SEM analiza morfologije površine. Dio fotografija prikazan je u nastavku, a ostale su dane u Prilogu doktorskog rada.

Na uzorcima kod kojih je ispitni kut bio 90° uočena je morfologija karakteristična za promjene nastale uslijed udarnog djelovanja krutih čestica, kako je prikazano na slikama koje slijede. Vide se mjesta na kojima su ispala zrna, no mogu se uočiti i blaga ulegnuća, tj. mjesta plastične deformacije.

Na slici 6.30 prikazana je površina uzorka legure u lijevanom stanju nakon erozije krutim česticama pod kutom od 90°. Ova legura se pod navedenim uvjetima vrlo malo trošila. Njezina površina pokazuje dobru kompaktnost, bez uočenih pukotina. Na slici 6.31 prikazana je morfologija površina uzoraka legure koja je jedanput, odnosno dvaput istisnuta. Na slici 6.31 a), kod jedanput protisnute legure, vide se pukotine izazvane plastičnom deformacijom smicanja koje su vjerojatno dovele do povećanog trošenja uslijed umora površine u odnosu na druga dva stanja. Na slici 6.31 b) prikazana je morfologija površine dvaput protisnute legure, koja je imala najveću otpornost na trošenje od svih uzoraka. Ova slika je prikazana s povećanjem od 1000× kako bi se što jasnije uočili tragovi trošenja izazvani umorom površine.



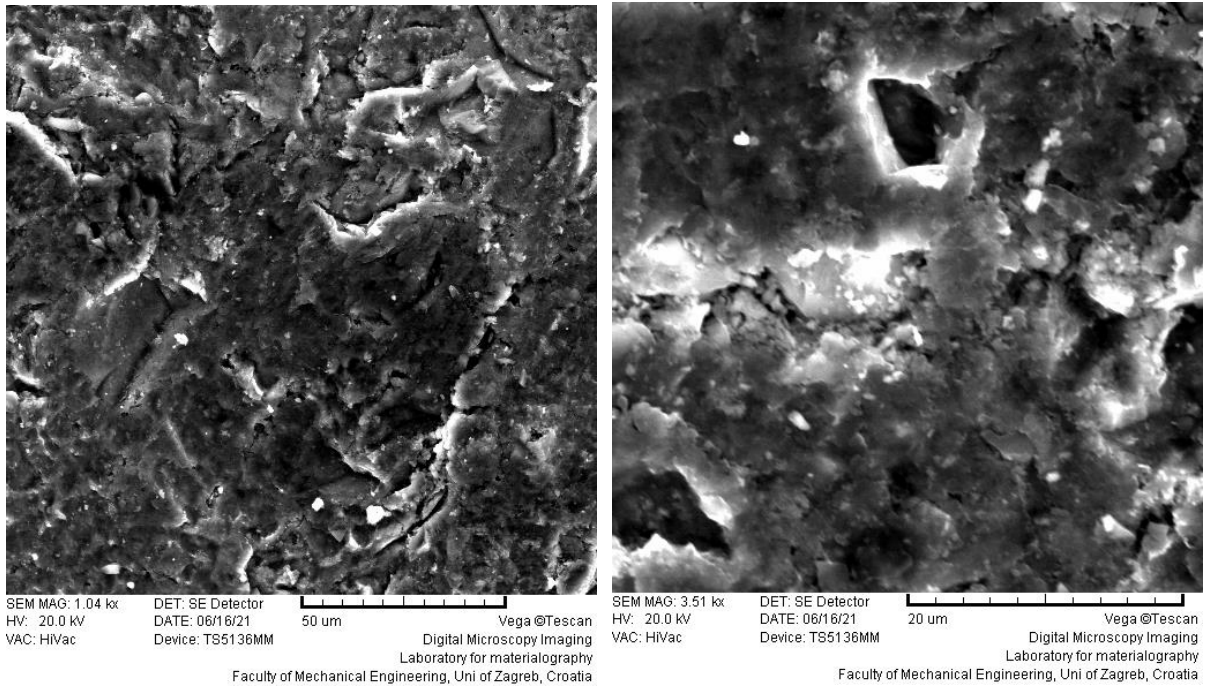
**Slika 6.30** Morfologija površine legure AlSi7Mg0,3 u lijevanom stanju, upadni kut 90°



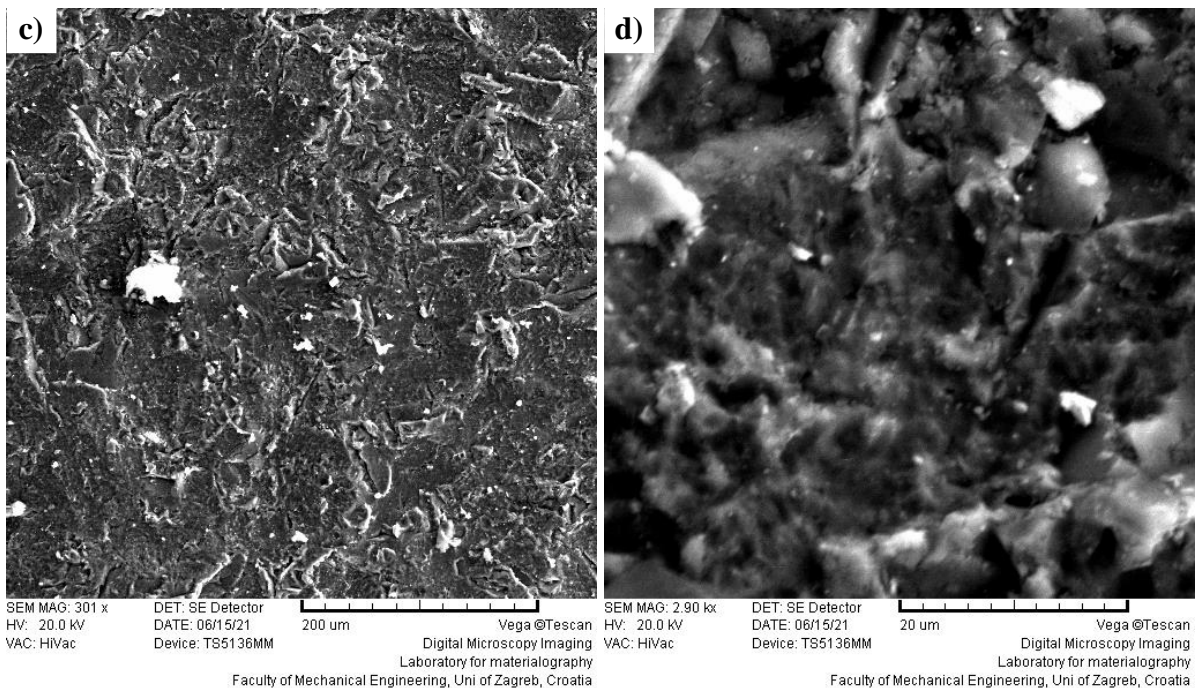
**Slika 6.31** Morfologija površine legure AlSi7Mg0,3 a) 1× istisnute i b) 2× istisnute, kut 90°

Tragovi erozijskog trošenja na površini kompozita, pri upadnom kutu čestica od 90°, prikazani su na slikama 6.32 i 6.33. Na slici 6.32 prikazani su karakteristični tragovi za uzorak s 4 % FA koji je imao najveće trošenje pri kutu od 90°. Pod povećanjem od 1000× vide se ulegnuća uslijed plastične deformacije kao i šupljine nastale ispadanjem čestica materijala, prvenstveno čestica lebdećeg pepela. Na slici lijevo vidi se mnoštvo sitnih pukotina na površini

erodiranog uzorka koje su vjerojatno uzrok pojačanog trošenja ovog uzorka. Pukotine su nastale uslijed smicanja materijala pri kutnom istiskivanju. Na slici desno prikazana je ista površina snimljena pri povećanju od 3000 $\times$ . U pukotini se vide čestice pepela i šupljine nastale djelovanjem erodenta.



**Slika 6.32** Morfologija površine kompozita AlSi7Mg0,3 + 4 % FA, 1 $\times$  istisnuto, kut 90 $^{\circ}$

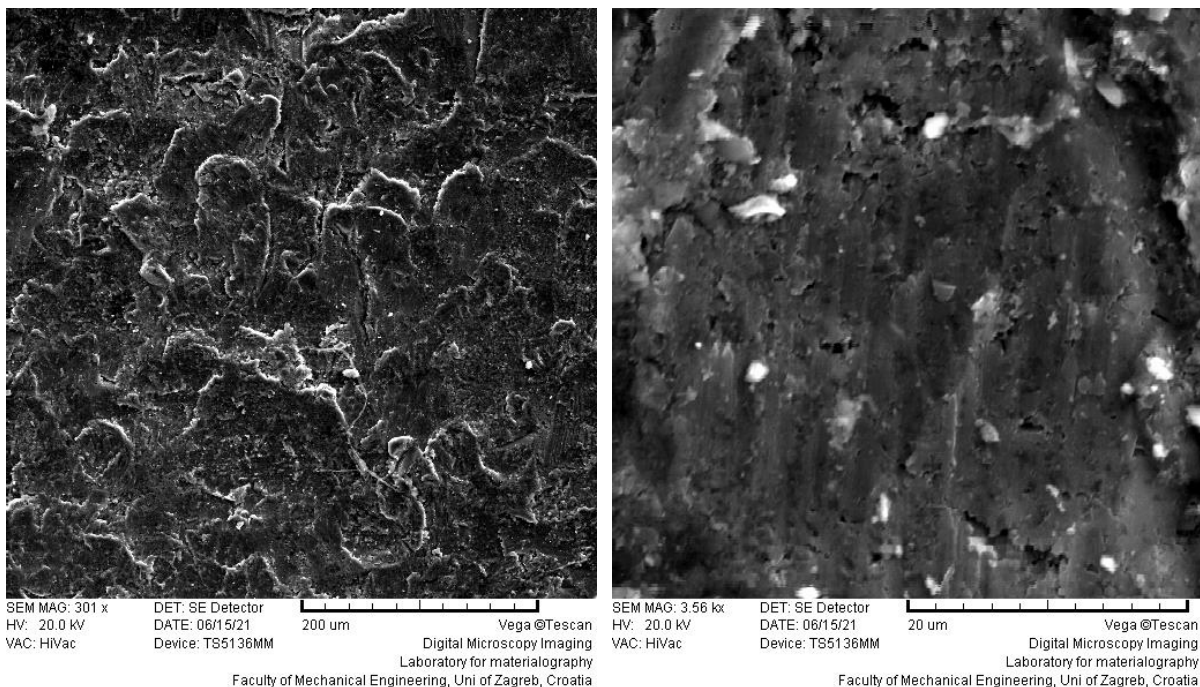


**Slika 6.33** Morfologija površine kompozita AlSi7Mg0,3 + 6 % FA, 2 $\times$  istisnuto, kut 90 $^{\circ}$

Na slici 6.33 prikazane su SEM snimke kompozita s 6 % FA, dvaput kutno istisnutog. Kod ovog uzorka uočeno je smanjenje erozijskog trošenja nakon svakog prolaza kutnog istiskivanja, pri obje vrijednosti ispitnog kuta. Pri kutu od 90°, dvaput istisnuti uzorak trošio se za 79 % manje od istog uzorka u lijevanom stanju. Iako se i ovdje uočavaju tragovi trošenja, karakteristični za umor površine, manje su izraženi u odnosu na lijevano i jedanput protisnuto stanje.

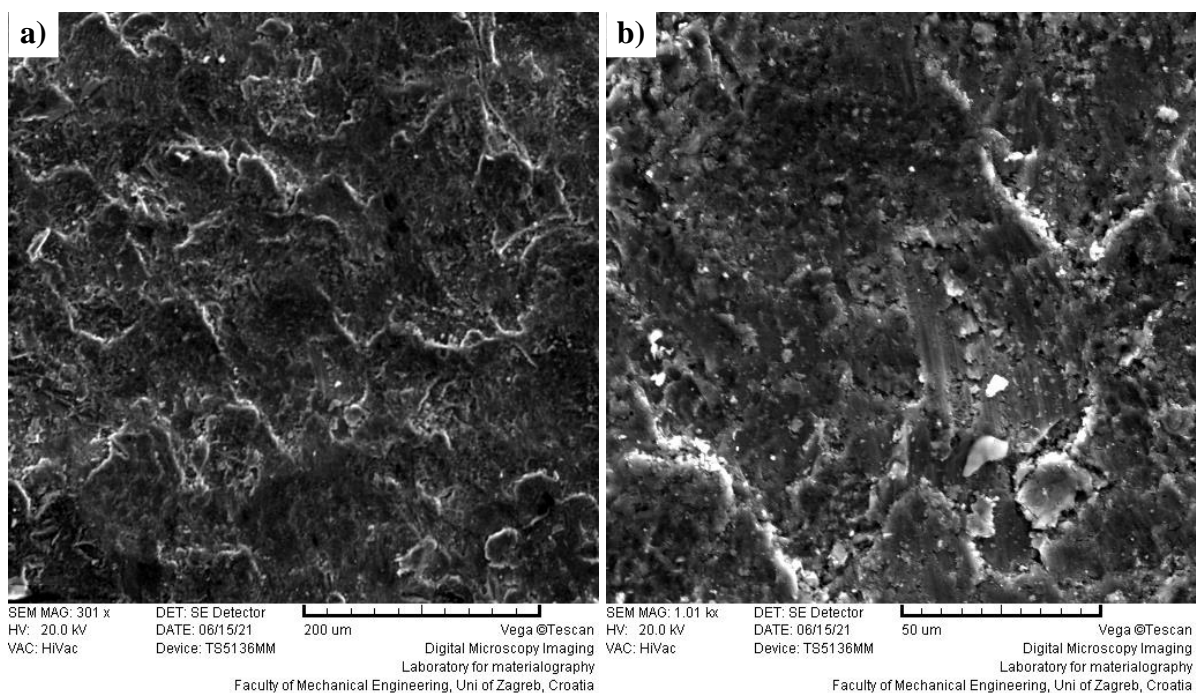
Kod ispitivanja pri kutu od 30°, slike 6.34 – 6.37, uočeni su tragovi brazdanja materijala, gdje se čestice erodenta ponašaju kao rezni alat koji na mikrolokacijama zadire u površinu osnovnog materijala i odnosi ga. Značajno su uočljiva i udubljenja izazvana plastičnim deformiranjem materijala gdje, pri ovom ispitnom kutu, istisnuti volumen ima određeno usmjerenje (valovitost) na osnovu kojega se može zaključivati o pravcu djelovanja čestica erodenta. Ove pojave su karakteristične za abrazivni mehanizam trošenja.

Maksimalno erozijsko trošenje pri upadnom kutu erodenta od 30° izmjereno je na kompozitu sa 6 % FA u lijevanom stanju. Trošenje ovog kompozita nakon prvog prolaza smanjilo se za 5 %, dok je nakon drugog prolaza manje za 43 % u odnosu na lijevano stanje. Na slici 6.34 lijevo prikazana je erodirana površina legure bez ojačala, u lijevanom stanju. Na slici desno, pri maksimalnom povećanju jasno se vide tragovi brazdanja na površini.

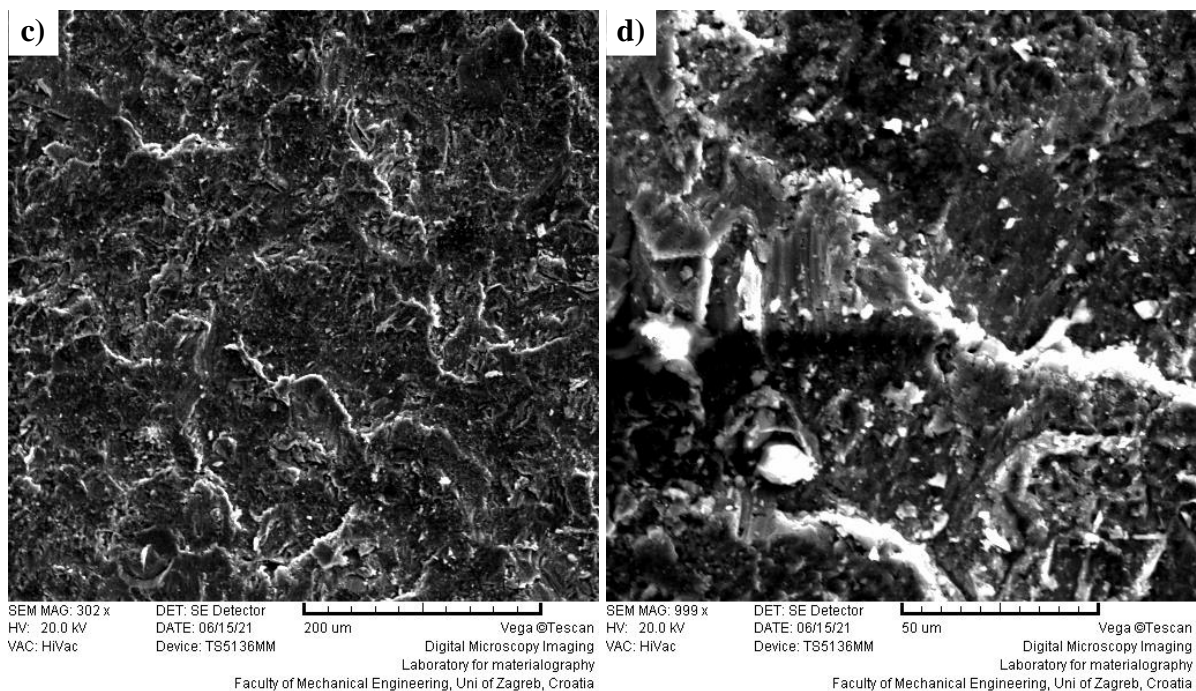


**Slika 6.34** Morfologija površine legure AlSi7Mg0,3 u lijevanom stanju, upadni kut 30°

Na Slika 6.35 prikazan je kompozit s 4 % FA, a na slici 6.36 kompozit s 6 % FA nakon erozijskog trošenja pri kutu od 30°.

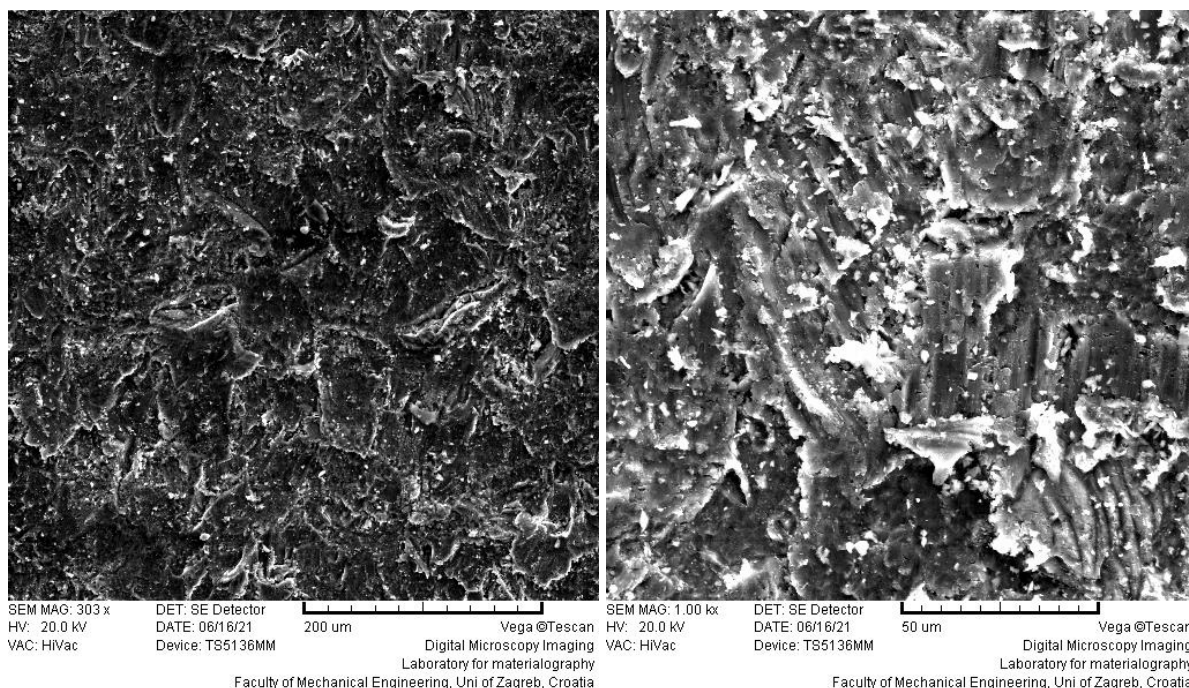


**Slika 6.35** Morfologija površine kompozita AlSi7Mg0,3 + 4 % FA, 2× istisnuto, kut 30°



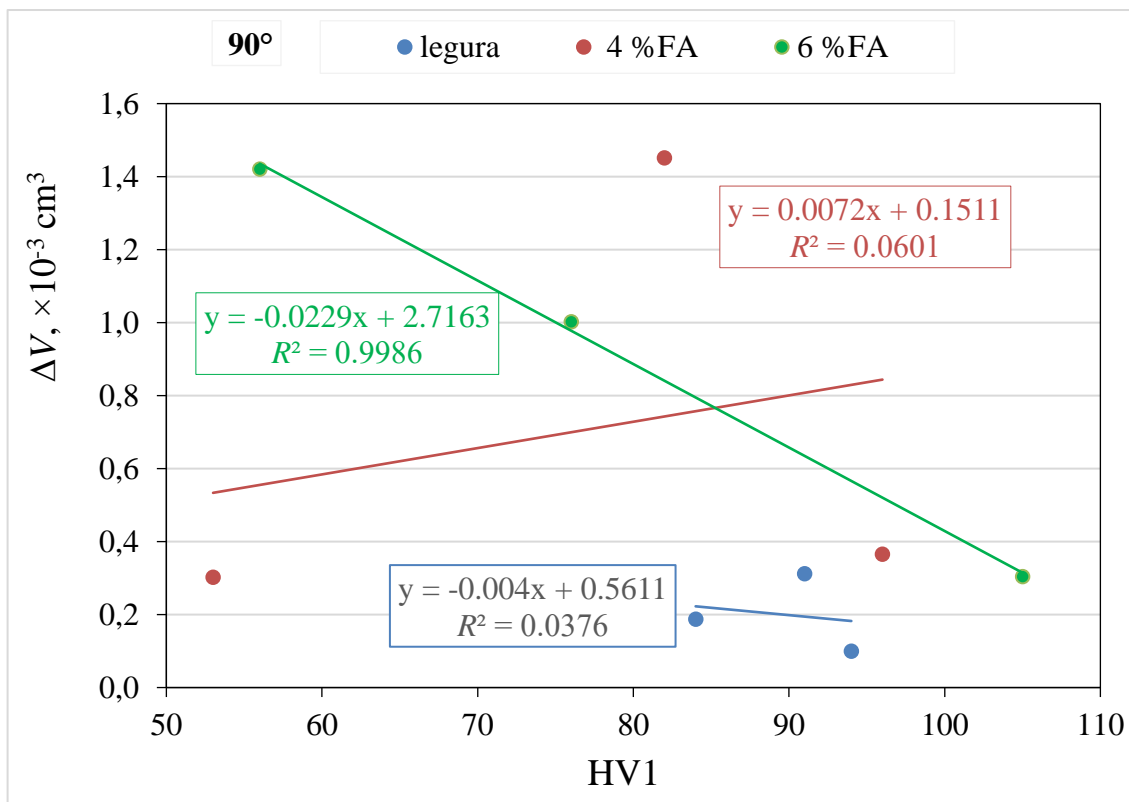
**Slika 6.36** Morfologija površine kompozita AlSi7Mg0,3 + 6 % FA, 2× istisnuto, kut 30°

Na slici 6.37 prikazan je kompozit koji je triput kutno istisnut. Iako su mjestimice uočene mikrobrazde, ovaj uzorak pri jednakim ispitnim uvjetima nije pokazao gubitak volumena.



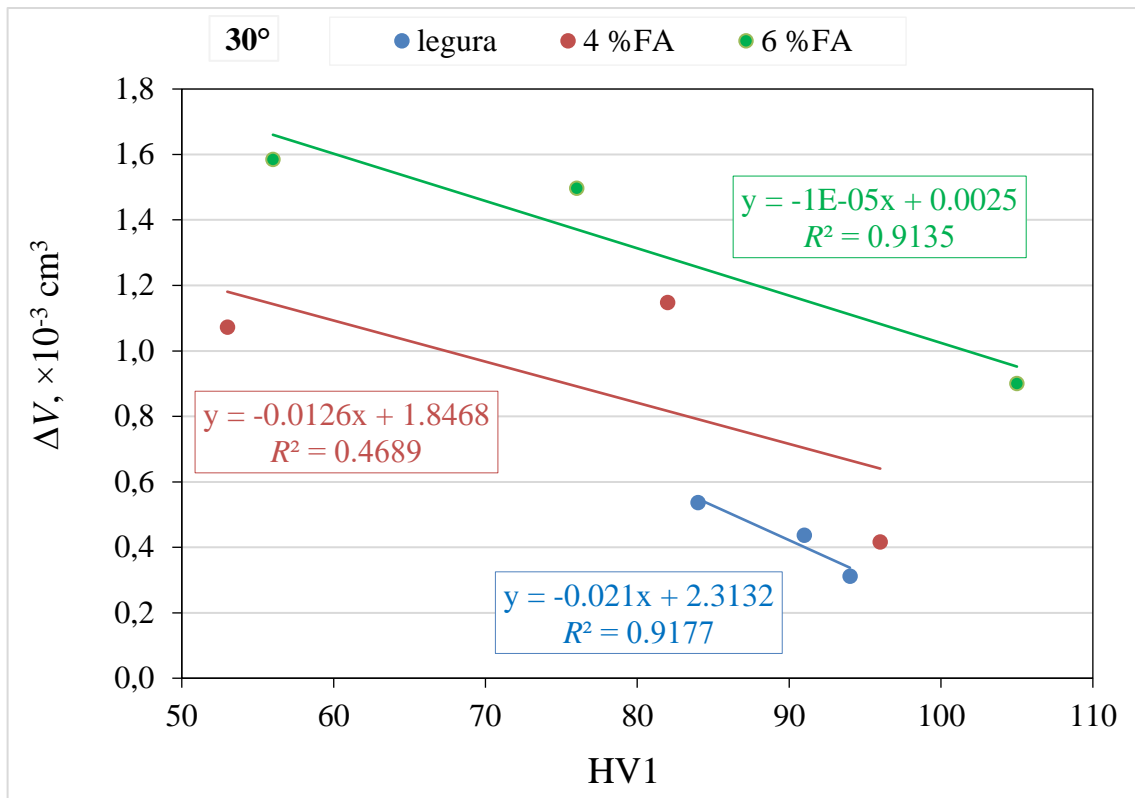
**Slika 6.37** Morfologija površine kompozita AlSi7Mg0,3 + 6 % FA, 3× istisnuto, kut 30°

Na slici 6.38 prikazana je korelacija između tvrdoće HV1 i gubitka volumena pri eroziji krutim česticama pod upadnim kutom od 90°, za leguru i oba kompozita. Kod legure i kompozita s 4 % FA promjena tvrdoće materijala nije značajno utjecala na erozijsko trošenje. Koeficijent korelacije između ove dvije veličine vrlo je nizak ( $R = 0,194$  i  $R = 0,245$ ). S obzirom da je dominantni mehanizam trošenja kod visokih upadnih kutova erodenta umor površine i da na njega ne utječe tvrdoća, ovi rezultati su očekivani. Kod kompozita sa 6 % FA postoji jasno izražena negativna linearna korelacija između tvrdoće HV1 i gubitka volumena pri eroziji s visokim koeficijentom korelacije ( $R = 0,999$ ).



**Slika 6.38** Utjecaj tvrdoće na erozijsko trošenje pod upadnim kutom erodenta od 90°

Na slici 6.39 prikazana je korelacija između tvrdoće HV1 i gubitka volumena pri eroziji krutim česticama pod upadnim kutom od 30°, za leguru te kompozite s 4 % FA i 6 % FA. Kod sva tri materijala postoji jasno izražena negativna linearna korelacija s visokim stupnjem korelacije ( $R = 0,958$ ,  $R = 0,685$ , i  $R = 0,956$ ). To znači da tvrdoća materijala jako utječe na intenzitet trošenja pri malim upadnim kutovima erodenta gdje je dominantni mehanizam trošenja abrazija.



**Slika 6.39** Utjecaj tvrdoće na erozijsko trošenje pod upadnim kutom erodenta od 30°

Na temelju dobivenih rezultata pri ispitivanju otpornosti na eroziju krutim česticama može se zaključiti da se svojstva kompozita mogu poboljšati primjenom višestrukog kutnog kanalnog istiskivanja, čime je hipoteza rada još jedanput potvrđena.



## ZAKLJUČAK

Cilj ovog istraživanja bio je proizvesti kompozit s matricom od Al-legure ojačan sa što većim udjelom čestica lebdećeg pepela te poboljšati njegova svojstva postupkom kutnoga kanalnoga istiskivanja.

U prvoj fazi istraživanja odabrane su dvije aluminijske legure oznaka AlCu4Mg1 i AlSi7Mg0,3 za matricu kompozita. Legura AlCu4Mg1 je namijenjena za gnječenje, a legura AlSi7Mg0,3 za lijevanje. Legure su ojačane česticama lebdećeg pepela, pri čemu je korišten postupak lijevanja s miješanjem u poluskrućenom stanju. Pepeo je prethodno prosijan i korištene su samo čestice koje su prošle kroz sito dimenzija  $w = 45 \mu\text{m}$ ,  $d = 63 \mu\text{m}$ . Udio sitne frakcije pepela iznosio je 15,75 %, karakterizirana je različitim metodama. Na osnovu provedene prve faze istraživanja doneseni su slijedeći zaključci:

- Pri analizi faznog sastava lebdećeg pepela uočeni su difrakcijski maksimumi za četiri mineralne komponente: hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), kvarc ( $\text{SiO}_2$ ), kalcijev karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) i kalcijev aluminosilikat anortit ( $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ ).
- Lebdeći pepeo sastoji se uglavnom od metalnih oksida ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  i drugih) u udjelu od 98,5 %.
- Morfološki čestice lebdećeg pepela većinom su sferičnog i precipitatorskog tipa, a oko 90 % čestica pepela je manje od  $68,3 \mu\text{m}$ .
- Primjenom postupka lijevanja s miješanjem u poluskrućenom stanju moguće je proizvesti kompozite s matricama od aluminijskih legura oznaka AlCu4Mg1 i AlSi7Mg0,3, ojačane česticama lebdećeg pepela. Postupak se provodi u području između likvidusa i solidusa kada su krutina i talina u podjednakim masenim udjelima, a parametri postupka se prilagođavaju leguri i udjelu pepela.
- Uspješno su izliveni kompoziti s masenim udjelom od 4 % lebdećeg pepela iz obje legure.
- Udio od 6 % lebdećeg pepela uspješno je umiješan samo u aluminijsku matricu od legure AlSi7Mg0,3.

Za potrebe druge faze istraživanja konstruiran je i proizveden alat s kvadratnim poprečnim presjekom. Lijevani uzorci legura i kompozita podvrgnuti su kutnome kanalnome istiskivanju s jednakim parametrima. Istiskivanje je obavljeno pri sobnoj temperaturi, a tlak i brzina istiskivanja su bili isti za sve uzorke. Kao mazivo korišten je molibdenov disulfid. Nakon provedenih istiskivanja zaključeno je sljedeće:

- Kompozit s aluminijskom matricom od legure AlCu4Mg1, nije prikladan za postupak kutnog kanalnog istiskivanja, zbog povratnog gibanja materijala kroz zazor te „zaklinjavanja“ između pokretnog i nepokretnog dijela alata.
- Kompozit s aluminijskom matricom od legure AlSi7Mg0,3, prikladan je za proces kutnoga kanalnoga istiskivanja i može se uspješno kutno istisnuti do tri puta.
- Mikrostruktura legure AlSi7Mg0,3 prije istiskivanja sastoji se od primarnih  $\alpha$ -kristala mješanaca i eutektikuma (Al-Si). Zbog reološke obrade u postupku lijevanja, dendritne formacije  $\alpha$ -kristala imaju oblik primarnih i zrelih rozeta, a vidljivi su i potpuno sferoidini oblici.
- U mikrostrukturi lijevanog kompozita prisutne su veće ili manje aglomeracije lebdećega pepela, koje su relativno dobro distribuirane u matrici.
- U mikrostrukturi kompozita u lijevanom stanju prisutno je oko 1 % pora.
- Primjenom postupka kutnog istiskivanja značajno se mijenja mikrostruktura uzoraka. Dolazi do deformiranja primarnih kristala, kolapsa rozeta i usitnjavanja eutektičkog silicija, a u kompozitu i do razbijanja aglomeracija pepela, čime se mikrostruktura homogenizira.
- CT analiza pokazuje da je nakon prvog prolaza kutnog istiskivanja mikrostruktura usmjerena u skladu s ravninama smicanja, a u kompozitu su pore u potpunosti nestale.
- Sa svakim novim prolazom, lebdeći pepeo se bolje distribuira u mikrostrukturi matrice.

U zadnjoj fazi istraživanja izmjerena je tvrdoća i otpornost na eroziju krutim česticama. Tvrdoća je izmjerena metodom po Vickersu, s različitim opterećenjima od 0,1962 N (HV0,02), 0,4905 N (HV0,05), 0,981 N (HV0,1), 1,96 N (HV0,2) i 9,81 N (HV1). Regresijskom analizom i primjenom Meyerovog modela procijenjen je utjecaj opterećenja na vrijednosti mikrotvrdoće. Otpornost na eroziju krutim česticama određena je preko gubitka volumena. Ispitivanje je provedeno za upadni kut od 30°, gdje je dominantni mehanizam trošenja abrazija te upadni kut od 90°, gdje je dominantni mehanizam trošenja umor površine.

- Dodatkom čestica lebdećega pepela smanjuju se makrotvrdoća HV1 i sve izmjerene mikrotvrdoće (HV0,02, HV0,05, HV0,1 i HV0,2) u odnosu na lijevanu, reološki obrađenu leguru. Razlika u udjelu pepela između 4 % i 6 % nema veći utjecaj na tvrdoću kompozita u lijevanom stanju.
- Kutnim kanalnim istiskivanjem povisuje se tvrdoća HV1 legure, a osobito kompozita. Nakon drugog prolaza kutnog kanalnog istiskivanja tvrdoća kompozita i legure je podjednaka.

- Kutno kanalno istiskivanje nema jasno izražen trend utjecaja na mikrotvrdoće legure.
- Kod oba kompozita mikrotvrdoće značajno rastu sa svakim novim prolazom.
- Rasipanja rezultata kod mjerenja mikrotvrdoće ovise o opterećenju pri mjerenju. Standardne devijacije su više kod manjih opterećenja, a najviše su kod mjerenja mikrotvrdoće HV0,02.
- Utjecaj opterećenja na vrijednosti mikrotvrdoće uočen je kod svih uzoraka. Kod legure i kompozita sa 6 % FA, u lijevanom stanju, tvrdoća opada s povećanjem ispitnog opterećenja što se naziva normalan utjecaj opterećenja na tvrdoću (ISE). Kod kutno istisnutih utvrđen je obrnuti utjecaj opterećenja na tvrdoću (RISE).
- Dodavanjem lebdećega pepela smanjuje se otpornost na eroziju krutim česticama za oba upadna kuta. Što je viši udio pepela u kompozitu, to je gubitak volumena pri eroziji veći, osobito kod kuta od 90°.
- Povećanjem broja prolaza kutnoga istiskivanja povećava se otpornost na eroziju krutim česticama pri upadnom kutu od 30° za leguru i kompozit sa 6 % lebdećeg pepela. Kod kompozita s 4 % lebdećeg pepela nakon prvog prolaza gubitak volumena je neznatno porastao, a nakon drugog se značajno smanjio.
- Pri ispitivanju erozije pod upadnim kutom čestica od 90° legura i kompozit s 4 % FA imali su najveće trošenje nakon prvog prolaza kutnoga istiskivanja. Ovo povećanje osobito je izraženo kod uzorka s 4 % FA. Kompozitu sa 6 % FA povećava se otpornost na erozijsko trošenje sa svakim prolazom.
- Pri kutu od 30° za leguru te kompozite s 4 % FA i 6 % FA postoji jasno izražena negativna linearna korelacija s visokim stupnjem korelacije ( $R = 0,958$ ,  $R = 0,685$ , i  $R = 0,956$ ). To znači da tvrdoća materijala jako utječe na intenzitet trošenja pri malim upadnim kutovima erodenta gdje je dominantni mehanizam trošenja abrazija.
- Kod legure i kompozita s 4 % FA promjena tvrdoće HV1 nije značajno utjecala na erozijsko trošenje pri upadnom kutu erodenta od 90°. Kod kompozita sa 6 % FA postoji jasno izražena negativna linearna korelacija između tvrdoće HV1 i gubitka volumena pri eroziji s visokim koeficijentom korelacije ( $R = 0,999$ ).
- Pri SEM analizi uočeni su tragovi trošenja karakteristični za pojedini upadni kut erodenta. Za upadni kut od 90° uočene su šupljine uslijed „ispadanja“ čestica i blaga ulegnuća izazvana plastičnom deformacijom, što ukazuje na umor površine. Za upadni kut od 30° uočene su mikrobrazde i istisnuće volumena u smjeru djelovanja erodenta, što ukazuje na abrazivni mehanizam trošenja.

S obzirom na navedene rezultate može se zaključiti da su ostvareni ciljevi rada:

- priprava ljevanih kompozita s matricom od aluminijske legure i lebdećim pepelom kao ojačalom, koji su prikladni za postupak kutnoga istiskivanja,
- poboljšanje svojstava dobivenih kompozita primjenom višestrukog kutnog kanalnog istiskivanja.

Time je potvrđena hipoteza rada:

*Primjenom kutnoga istiskivanja moguće je poboljšati fizikalna, mehanička i tribološka svojstva kompozita na osnovi aluminija i lebdećega pepela, primarno dobivenoga lijevanjem.*

Izvorni znanstveni doprinos provedenog istraživanja je:

- Određeni su parametri postupka lijevanja s miješanjem u poluskrućenom stanju kompozita s matricom od aluminijskih legura oznaka AlCu4Mg1 i AlSi7Mg0,3 ojačane s česticama lebdećeg pepela.
- Kompozit s ljevačkom legurom oznake AlSi7Mg0,3 pokazao se prikladnijim za naknadnu obradu kutnim kanalnim istiskivanjem nego kompozit čija je baza bila legura oznake AlCu4Mg1, koja je namijenjena obradi deformacijom.
- Određen je utjecaj udjela pepela i broja prolaza kutnog istiskivanja kroz kanale kvadratnoga poprečnoga presjeka, na svojstva dobivenog kompozita.

S obzirom na broj utjecajnih parametara postoje mnogi daljnji pravci istraživanja, a neki od njih su:

- Optimizirati postupak lijevanja kompozita kako bi se povećao udio lebdećega pepela.
- Odrediti optimalne parametre kutnoga istiskivanja kako bi se dobila što bolja mikrostruktura kompozita u što manjem broju prolaza.
- Primjenom povratnog tlaka omogućiti bolje iskorištenje materijala.
- Istražiti utjecaj povišene temperature na proces kutnoga istiskivanja.
- Usvojiti tehnologiju za pripravu kompozitnih materijala ojačanih lebdećim pepelom s različitim materijalima matrice.

## LITERATURA

- [1] Singh H, Singh Brar G, Kumar H, Aggarwal V. A review on metal matrix composite for automobile applications. *Materials Today: Proceedings*. 2021;43:320–5. doi:10.1016/j.matpr.2020.11.670
- [2] Noguchi M, Takahashi K. Status and Prospects for Metal Matrix Composites in Japan. *Key Engineering Materials*. 1996;127–131:153–64. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.127-131.153
- [3] Stojanović B. Application of aluminium hybrid composites in automotive industry. *Tehnicki vjesnik - Technical Gazette*. 2015;22(1):247–51. doi:10.17559/TV-20130905094303
- [4] Nirala A, Soren S, Garg R, Kumar R, Shrivastava AK, Kumar N, et al. Study of biodegradable magnesium metal matrix composite A review. *Materials Today: Proceedings*. 2021;46:6592–5. doi:10.1016/j.matpr.2021.04.063
- [5] Filetin T, Kovačićek F, Indolf J. *Svojstva i primjena materijala*. 7th ed. Pustaić D, editor. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2002. 172–190 p.
- [6] Lakusic S. Aluminij kao materijal za suvremene konstrukcije. *Journal of the Croatian Association of Civil Engineers*. 2015;67(11):1075–85. doi:10.14256/JCE.1395.2015
- [7] Ranjan S, Karloopia J, Jha PK. Recent Advances in Aluminium-Based Hybrid Metal Matrix Composites: A Review. In 2022. p. 53–81. doi:10.1007/978-3-030-92567-3\_4
- [8] Vijaya Ramnath B, Parswajinan C, Dharmaseelan R, Thileepan K, Nithin Krishna K. A review on aluminium metal matrix composites. *Materials Today: Proceedings*. 2021;46:4341–3. doi:10.1016/j.matpr.2021.03.600
- [9] Lukačević Z. *Zavarivanje*. Sveučilište JJ Strossmayera u Osijeku, Strojarski fakultet Slavonski Brod; 1998.
- [10] Verma V, Khvan A. A Short Review on Al MMC with Reinforcement Addition Effect on Their Mechanical and Wear Behaviour. In: *Advances in Composite Materials Development*. IntechOpen; 2019. doi:10.5772/intechopen.83584
- [11] G H, Chikkanna N, Doddamani S, Kallimani AS. Effect of addition of SiC particles on the Microstructure and Hardness of Al-SiC composite. *Metallurgical and Materials Engineering*. 2021;27(1):49–56. doi:10.30544/590

- [12] Karvanis K, Fasnakis D, Maropoulos A, Papanikolaou S. Production and mechanical properties of Al-SiC metal matrix composites. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2016;161:012070. doi:10.1088/1757-899X/161/1/012070
- [13] Casati R, Bonollo F, Dellasega D, Fabrizi A, Timelli G, Tuissi A, et al. Ex situ Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ultrafine grained nanocomposites produced via powder metallurgy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2014;615:S386–8. doi:10.1016/j.jallcom.2013.10.236
- [14] Razzaq AM, Majid DL, Basheer UM, Aljibori HSS. Research Summary on the Processing, Mechanical and Tribological Properties of Aluminium Matrix Composites as Effected by Fly Ash Reinforcement. *Crystals*. 2021;11(10):1212. doi:10.3390/cryst11101212
- [15] Mishra P, Mishra P, Rana RS. Effect of Rice Husk ash Reinforcements on Mechanical properties of Aluminium alloy (LM6) Matrix Composites. *Materials Today: Proceedings*. 2018;5(2):6018–22. doi:10.1016/j.matpr.2017.12.205
- [16] Geetha B, Ganesan K. Optimization of Tensile Characteristics of Al 356 alloy reinforced with volume fraction of Red Mud Metal Matrix Composite. *Procedia Engineering*. 2014;97:614–24. doi:10.1016/j.proeng.2014.12.290
- [17] Ravishankar, Krupakara PV, N Kulkarni S. Studies on the stress corrosion behaviour of aluminium 6061 / red mud metal matrix composites. *Materials Today: Proceedings*. 2022;59:1225–30. doi:10.1016/j.matpr.2022.03.427
- [18] Haque E, Roomey RK, Akhter S. Investigation and Analysis the Effect of “Coanda Effect” on different Curvature View project Development and Analysis of Fly Ash Reinforced Aluminum Alloy Matrix Composites. (6):334–9.
- [19] Kasar AK, Gupta N, Rohatgi PK, Menezes PL. A Brief Review of Fly Ash as Reinforcement for Composites with Improved Mechanical and Tribological Properties. *JOM*. 2020;72(6):2340–51. doi:10.1007/s11837-020-04170-z
- [20] Dwivedi A, Jain M, Dwivedi A, Jain MK. Fly ash-waste management and overview : A Review Remote Sensing for mineral exploration View project Mtech project View project Fly ash-waste management and overview : A Review. 2014;6(1):30–5.
- [21] Kurda R, Silvestre JD, de Brito J. Toxicity and environmental and economic performance of fly ash and recycled concrete aggregates use in concrete: A review. *Heliyon*. 2018;4(4):e00611. doi:10.1016/j.heliyon.2018.e00611

- [22] Energy Education - Fly ash. Available online: [https://energyeducation.ca/encyclopedia/Fly\\_ash](https://energyeducation.ca/encyclopedia/Fly_ash) (accessed: 29 October 2019).
- [23] Sobczak J, Sobczak N, Rohatgi PK. Using Fly Ash for the Production of Light Weight Composites. In: *Advanced Light Alloys and Composites*. Dordrecht: Springer Netherlands; 1998. p. 109–15. doi:10.1007/978-94-015-9068-6\_16
- [24] Ramanathan A, Krishnan PK, Muraliraja R. A review on the production of metal matrix composites through stir casting – Furnace design, properties, challenges, and research opportunities. *Journal of Manufacturing Processes*. 2019;42:213–45. doi:10.1016/j.jmapro.2019.04.017
- [25] Sharma AK, Bhandari R, Pinca-Bretotean C. A systematic overview on fabrication aspects and methods of aluminum metal matrix composites. *Materials Today: Proceedings*. 2021;45:4133–8. doi:10.1016/j.matpr.2020.11.899
- [26] Mu Y, Yao G. Effect of Fly Ash Particles on the Compressive Properties of Closed-Cell Aluminum Foams. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2010;19(7):995–7. doi:10.1007/s11665-009-9572-x
- [27] Luong DD, Gupta N, Rohatgi PK. The high strain rate compressive response of Mg-Al alloy/fly Ash cenosphere composites. *JOM*. 2011;63(2):48–52. doi:10.1007/s11837-011-0028-z
- [28] Rohatgi PK, Weiss D, Gupta N. Applications of fly ash in synthesizing low-cost MMCs for automotive and other applications. *JOM*. 2006;58(11):71–6. doi:10.1007/s11837-006-0232-4
- [29] Sun Y, Lyu Y, Jiang A, Zhao J. Fabrication and characterization of aluminum matrix fly ash cenosphere composites using different stir casting routes. *Journal of Materials Research*. 2014;29(2):260–6. doi:10.1557/jmr.2013.372
- [30] Juang SH, Fan LJ, Yang HPO. Influence of preheating temperatures and adding rates on distributions of fly ash in aluminum matrix composites prepared by stir casting. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*. 2015;16(7):1321–7. doi:10.1007/s12541-015-0173-3
- [31] Razzaq AM, Majid DL, Manan NH, Ishak MR, Basheer UM. Effect of Fly Ash Content and Applied Load On Wear Behaviour of AA6063 Aluminium Alloy. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2018;429(1):012038. doi:10.1088/1757-899X/429/1/012038
- [32] David Raja Selvam J, Robinson Smart DS, Dinaharan I. Microstructure and some mechanical properties of fly ash particulate reinforced AA6061 aluminum alloy

- composites prepared by compocasting. *Materials & Design*. 2013;49:28–34. doi:10.1016/j.matdes.2013.01.053
- [33] Rao J, Rao D, Bhargava N. Development of light weight ALFA composites. *International Journal of Engineering, Science and Technology*. 2011;2(11):50–9. doi:10.4314/ijest.v2i11.64554
- [34] Rao D, Kumar Nv, Rao D. MICROSTRUCTURE AND DEFORMATION PROPERTIES OF ALFA COMPOSITES. *International Journal of Scientific & Engineering Research*. 2016;7(7).
- [35] Lokesh GN, Ramachandra M, Mahendra K V. Effect of Hot Rolling on Al-4.5%Cu Alloy Reinforced Fly Ash Metal Matrix Composite. *International Journal of Composite Materials*. 2014;2014(1):21–9. doi:10.5923/j.cmaterials.20140401.04
- [36] Swamy PK, Mylariaiah S, Gowdru Chandrashekarappa MP, Lakshmikanthan A, Pimenov DY, Giasin K, et al. Corrosion Behaviour of High-Strength Al 7005 Alloy and Its Composites Reinforced with Industrial Waste-Based Fly Ash and Glass Fibre: Comparison of Stir Cast and Extrusion Conditions. *Materials*. 2021;14(14):3929. doi:10.3390/ma14143929
- [37] Segal V. Equal-Channel Angular Extrusion (ECAE): From a Laboratory Curiosity to an Industrial Technology. *Metals*. 2020;10(2):244. doi:10.3390/met10020244
- [38] Skrotzki W. Deformation Heterogeneities in Equal Channel Angular Pressing. *MATERIALS TRANSACTIONS*. 2019;60(7):1331–43. doi:10.2320/matertrans.MF201926
- [39] Djavanroodi F, Omranpour B, Ebrahimi M, Sedighi M. Designing of ECAP parameters based on strain distribution uniformity. *Progress in Natural Science: Materials International*. 2012;22(5):452–60. doi:10.1016/j.pnsc.2012.08.001
- [40] Bhandakkar A, Singh K, Limaye PK, Sastry SML. Wear behaviour of Equal channel Angular Pressed Aluminium AA2024 Fly Ash Metal Matrix Composites. Vol. 3, *International Journal of Trend in Research and Development*.
- [41] Wang J, Zhu H, Sudhakar KV, Price AH. Influence of equal-channel angular extrusion on impact toughness of aluminum and brass at room and low temperatures. *International Journal of Mechanical and Materials Engineering*. 2014;9(1):19. doi:10.1186/s40712-014-0019-2



- [42] Abdi M, Ebrahimi R. Twin parallel channel angular extrusion as a development of ECAE in parallel channels. *SN Applied Sciences*. 2020;2(4):548. doi:10.1007/s42452-020-2324-0
- [43] Aguiar de Souza V, Watanabe I, Yanagida A. Numerical Estimation of Frictional Effects in Equal Channel Angular Extrusion. *MATERIALS TRANSACTIONS*. 2016;57(9):1399–403. doi:10.2320/matertrans.MH201513
- [44] Mathieu JP, Suwas S, Eberhardt A, Tóth LS, Moll P. A new design for equal channel angular extrusion. *Journal of Materials Processing Technology*. 2006;173(1):29–33. doi:10.1016/j.jmatprotec.2005.11.007
- [45] Derakhshandeh. H R, Jenabali Jahromi A. An investigation on the capability of equal channel angular pressing for consolidation of aluminum and aluminum composite powder. *Materials & Design*. 2011;32(6):3377–88. doi:10.1016/j.matdes.2011.02.015
- [46] Wu X, Xia K. Back pressure equal channel angular consolidation—Application in producing aluminium matrix composites with fine flyash particles. *Journal of Materials Processing Technology*. 2007;192–193:355–9.
- [47] Xia K, Wu X. Back pressure equal channel angular consolidation of pure Al particles. *Scripta Materialia*. 2005;53(11):1225–9.
- [48] Devaraju A. A Critical Review on Different Types of Wear of Materials. *International Journal of Mechanical Engineering and Technology*. 2015;6(11):77–83.
- [49] Kleis I, Kulu P. *Solid Particle Erosion*. London: Springer London; 2008.
- [50] Jindal C, Singh Sidhu B, Kumar P, Singh Sidhu H. Performance of hardfaced/heat treated materials under solid particle erosion: A systematic literature review. *Materials Today: Proceedings*. 2022;50:629–39. doi:10.1016/j.matpr.2021.03.441
- [51] Selvi S, Rajasekar E. Theoretical and experimental investigation of wear characteristics of aluminum based metal matrix composites using RSM. *Journal of Mechanical Science and Technology*. 2015;29(2):785–92. doi:10.1007/s12206-015-0140-z
- [52] Maksimović VM, Devečerski AB, Došen A, Bobić I, Erić MD, Volkov-Husović T. Comparative Study on Cavitation Erosion Resistance of A356 Alloy and A356FA5 Composite. *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 2017;70(1):97–105. doi:10.1007/s12666-016-0864-1

- [53] Rede V, Grilec K. Microstructural Transformations of a Duplex Steel Weld and their Influence on the Particle and Cavitation Erosion Resistance. *Strojarstvo*. 2009;51(6):613–21.
- [54] Harsha AP, Bhaskar DK. Solid particle erosion behaviour of ferrous and non-ferrous materials and correlation of erosion data with erosion models. *Materials & Design*. 2008;29(9):1745–54. doi:10.1016/j.matdes.2008.03.016
- [55] More SR, Bhatt D V., Menghani J V. Effect of Microstructure and Hardness on Slurry Erosion Behaviour of A356 Alloy Using Slurry Pot Test Rig. *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 2019;72(12):3191–9. doi:10.1007/s12666-019-01784-z
- [56] Malik J, Toor IH, Ahmed WH, Gasem ZM, Habib MA, Ben-Mansour R, et al. Evaluating the Effect of Hardness on Erosion Characteristics of Aluminum and Steels. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2014;23(6):2274–82. doi:10.1007/s11665-014-1004-x
- [57] Babic M, Slobodan M, Džunic D, Jeremic B, Ilija B. Tribological Behavior of Composites Based on ZA-27 Alloy Reinforced with Graphite Particles. *Tribology Letters*. 2010;37(2):401–10. doi:10.1007/s11249-009-9535-2
- [58] Ivušić V. *TRIBOLOGIJA*. Zagreb; 2002.
- [59] Rac A. *Osnovi tribologije*. Beograd: Univerzitet u Beogradu; 1991.
- [60] Vencel A, Bobić I, Jovanović MT, Babić M, Mitrović S. Microstructural and Tribological Properties of A356 Al–Si Alloy Reinforced with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Particles. *Tribology Letters*. 2008;32(3):159–70. doi:10.1007/s11249-008-9374-6
- [61] Komljenović M, Petrašinović-Stojkanović Lj, Baščarević Z, Jovanović N, Rosić A. Fly ash as the potential raw mixture component for Portland cement clinker synthesis. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 2009;96(2):363–8. doi:10.1007/s10973-008-8951-0
- [62] <https://3.imimg.com/data3/YQ/HQ/MY-7063647/fly-ash-500x500.jpg>.
- [63] Bhatt A, Priyadarshini S, Acharath Mohanakrishnan A, Abri A, Sattler M, Techapaphawit S. Physical, chemical, and geotechnical properties of coal fly ash: A global review. *Case Studies in Construction Materials*. 2019;11:e00263. doi:10.1016/j.cscm.2019.e00263
- [64] Rajan TPD, Pillai RM, Pai BC, Satyanarayana KG, Rohatgi PK. Fabrication and characterisation of Al–7Si–0.35Mg/fly ash metal matrix composites processed by

- different stir casting routes. *Composites Science and Technology*. 2007;67(15–16):3369–77. doi:10.1016/j.compscitech.2007.03.028
- [65] Fan LJ, Juang SH. Reaction effect of fly ash with Al–3Mg melt on the microstructure and hardness of aluminum matrix composites. *Materials & Design*. 2016;89:941–9. doi:10.1016/j.matdes.2015.10.070
- [66] Rohatgi PK, Gajdardziska-Josifovska M, Robertson DP, Kim JK, Guo RQ. Age-hardening characteristics of aluminum alloy-hollow fly ash composites. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2002;33(5):1541–7. doi:10.1007/s11661-002-0076-7
- [67] Flemings MC. Behavior of metal alloys in the semisolid state. *Metallurgical Transactions A*. 1991;22(5):957–81.
- [68] Malaki M, Fadaei Tehrani A, Niroumand B, Gupta M. Wettability in Metal Matrix Composites. *Metals*. 2021;11(7):1034. doi:10.3390/met11071034
- [69] Ruzic J, Simić M, Stoimenov N, Božić D, Stašić J. Innovative processing routes in manufacturing of metal matrix composite materials. *Metallurgical and Materials Engineering*. 2021;27(1):1–13. doi:10.30544/629
- [70] Mohana Rao D, Raju Bandam BM. Preparation and Characterization of Al-Fly Ash Metal Matrix Composite by Stir Casting Method. 2014.
- [71] Choudhury A, Nanda J, Das SN. Enactment of aluminium-fly ash composites. *Journal of Physics: Conference Series*. 2020;1706(1):012138. doi:10.1088/1742-6596/1706/1/012138
- [72] Campbell J. *Castings*. Oxford; 1993.
- [73] David Raja Selvam J, Robinson Smart DS, Dinaharan I. Synthesis and Characterization of Al6061-Fly Ashp-SiCp Composites by Stir Casting and Compcasting Methods. *Energy Procedia*. 2013;34:637–46. doi:10.1016/j.egypro.2013.06.795
- [74] Bobić I, Ružić J, Bobić B, Babić M, Vencel A, Mitrović S. Microstructural characterization and artificial aging of compo-casted hybrid A356/SiCp/Grp composites with graphite macroparticles. *Materials Science and Engineering: A*. 2014;612:7–15. doi:10.1016/j.msea.2014.06.028
- [75] Amirkhanlou S, Rezaei MR, Niroumand B, Toroghinejad MR. High-strength and highly-uniform composites produced by compcasting and cold rolling processes. *Materials & Design*. 2011;32(4):2085–90. doi:10.1016/j.matdes.2010.11.046

- [76] Kumarasamy SP, Vijayananth K, Thankachan T, Pudhupalayam Muthukutti G. Investigations on mechanical and machinability behavior of aluminum/flyash cenosphere/Gr hybrid composites processed through compocasting. *Journal of Applied Research and Technology*. 2017;15(5):430–41. doi:10.1016/j.jart.2017.05.005
- [77] Pola A, Tocci M, Kapranos P. Microstructure and Properties of Semi-Solid Aluminum Alloys: A Literature Review. *Metals*. 2018;8(3):181. doi:10.3390/met8030181
- [78] Prasad KNP, Ramachandra M. Determination of Abrasive Wear Behaviour of Al-Fly ash Metal Matrix Composites Produced by Squeeze Casting. *Materials Today: Proceedings*. 2018;5(1):2844–53. doi:10.1016/j.matpr.2018.01.075
- [79] Itskos G, Rohatgi PK, Moutsatsou A, Vasilatos C, Defow JD, Koukouzas N. Pressure Infiltration Technique for the Synthesis of A356 Al/fly Ash Composites: Microstructure and Tribological Performance.
- [80] Guo RO, Rohatgi PK. Chemical reactions between aluminum and fly ash during synthesis and reheating of Al-fly ash composite. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 1998;29(3):519–25. doi:10.1007/s11663-998-0086-y
- [81] Guo RQ, Venugopalan D, Rohatgi PK. Differential thermal analysis to establish the stability of aluminum-fly ash composites during synthesis and reheating. *Materials Science and Engineering: A*. 1998;241(1–2):184–90. doi:10.1016/S0921-5093(97)00493-0
- [82] Liang Zhenglong, Zhang Qi. Microstructure and Mechanical Properties of A356 Aluminum Alloy Prepared by Casting Combined with Back Extrusion. *Physics of Metals and Metallography*. 2020;121(2):164–72. doi:10.1134/S0031918X20020106
- [83] Wang T, Huang Y, Ma Y, Wu L, Yan H, Liu C, et al. Microstructure and mechanical properties of powder metallurgy 2024 aluminum alloy during cold rolling. *Journal of Materials Research and Technology*. 2021;15:3337–48. doi:10.1016/j.jmrt.2021.09.120
- [84] Edalati K, Horita Z. High-pressure torsion of pure metals: Influence of atomic bond parameters and stacking fault energy on grain size and correlation with hardness. *Acta Materialia*. 2011;59(17):6831–6. doi:10.1016/j.actamat.2011.07.046

- [85] Langdon TG. The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*. 2007;462(1–2):3–11. doi:10.1016/j.msea.2006.02.473
- [86] de Faria CG, Figueiredo RB, Aguilar MTP, Cetlin PR. Strain path effects on the development of shear bands during shear tests in aluminum alloy processed by ECAP. *Journal of Materials Research and Technology*. 2015;4(3):297–303. doi:10.1016/j.jmrt.2015.01.009
- [87] Ivanov K V., Naidenkin E V. Effect of the velocity of equal-channel angular pressing on the formation of the structure of pure aluminum. *The Physics of Metals and Metallography*. 2008;106(4):411–7. doi:10.1134/S0031918X08100116
- [88] Silva J da, Santos PA, Unfer RK, Verran GO, Plaine AH. Upper-Bound Analysis for Equal Channel Angular Pressing (ECAP) with an Intersecting Channel Angle of 120°. *Materials Research*. 2021;24(6). doi:10.1590/1980-5373-mr-2021-0316
- [89] Paydar MH, Reihanian M, Ebrahimi R, Dean TA, Moshksar MM. An upper-bound approach for equal channel angular extrusion with circular cross-section. *Journal of Materials Processing Technology*. 2008;198(1–3):48–53. doi:10.1016/j.jmatprotec.2007.06.051
- [90] Panigrahi A, Scheerbaum N, Chekhonin P, Scharnweber J, Beausir B, Hockauf M, et al. Effect of back pressure on material flow and texture in ECAP of aluminum. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2014;63:012153. doi:10.1088/1757-899X/63/1/012153
- [91] Bidulská J, Kvačkaj T, Kočiško R, Bidulský R, Actis Grande M, Donič T, et al. Influence of ECAP-Back Pressure on the Porosity Distribution. *Acta Physica Polonica A*. 2010;117(5):864–8. doi:10.12693/APhysPolA.117.864
- [92] Shaeri MH, Shaeri M, Ebrahimi M, Salehi MT, Seyyedain SH. Effect of ECAP temperature on microstructure and mechanical properties of Al–Zn–Mg–Cu alloy. *Progress in Natural Science: Materials International*. 2016;26(2):182–91. doi:10.1016/j.pnsc.2016.03.003
- [93] Wagner S, Härtel M, Frint P, Wagner MFX. Influence of ECAP temperature on the formability of a particle reinforced 2017 aluminum alloy. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2017;181:012039. doi:10.1088/1757-899X/181/1/012039

- [94] Savić V, Kovač O. Podmazivanje mastima - mazive masti i sistemi za podmazivanje. Zagreb: SAvez društva za primjenu goriva i maziva Jugoslavije; 1988. 1–20 p.
- [95] Muslić M, Rede V, Maksimović V. Solid particle erosion resistance of Al alloy and Al alloy-fly ash composite subjected to equal-channel angular pressing. *Metallurgical and Materials Engineering*. 2021;27(1):15–26. doi:10.30544/624
- [96] R. J, Vite-Torres M, Gallardo-Hernandez EA, Vera-Crdenas EE. Solid Particle Erosion on Different Metallic Materials. In: *Tribology in Engineering*. InTech; 2013. doi:10.5772/51176
- [97] Čurković L, Kumić I, Grilec K. Solid particle erosion behaviour of high purity alumina ceramics. *Ceramics International*. 2011;37(1):29–35.
- [98] Dwivedi SP, Sharma S, Mishra KR. A356 Aluminum Alloy and applications- A Review. *International Journal of Advanced Materials Manufacturing & Characterization*. 2014;4(2):81–6. doi:10.11127/ijammc.2014.08.01
- [99] Muslić M, Maksimović V, Bobić I. Casting an Al alloy 2024 + 4% fly ash composite suitable for processing by plastic deformation. In: *17th Inational Foundrymen Conference - Hi-tech casting solution and knowledge based engineering*. Opatija;
- [100] Komljenović M, Baščarević Z, Bradić V. Mechanical and microstructural properties of alkali-activated fly ash geopolymers. *Journal of Hazardous Materials*. 2010;181(1–3):35–42. doi:10.1016/j.jhazmat.2010.04.064
- [101] Marjanović N, Komljenović M, Baščarević Z, Nikolić V, Petrović R. Physical-mechanical and microstructural properties of alkali-activated fly ash–blast furnace slag blends. *Ceramics International*. 2015;41(1):1421–35. doi:10.1016/j.ceramint.2014.09.075
- [102] Nikolić V, Komljenović M, Baščarević Z, Marjanović N, Miladinović Z, Petrović R. The influence of fly ash characteristics and reaction conditions on strength and structure of geopolymers. *Construction and Building Materials*. 2015;94:361–70. doi:10.1016/j.conbuildmat.2015.07.014
- [103] Marjanović N, Komljenović M, Baščarević Z, Nikolić V. Improving reactivity of fly ash and properties of ensuing geopolymers through mechanical activation. *Construction and Building Materials*. 2014;57:151–62.
- [104] <https://rigaku.com/sites/default/files/2018-11/bragg.jpg>

- [105] <https://biotecharticles.com/Biotechnology-products-Article/Speciation-Analysis-of-Silver-Ions-using-ICP-OES-4233.html>
- [106] Matyunin VM, Abusaif N, Marchenkov AY. Analysis of the indentation size effect on the hardness measurements of materials. *Journal of Physics: Conference Series*. 2019;1399(4):044016. doi:10.1088/1742-6596/1399/4/044016
- [107] Majić Renjo M, Rede V, Čurković L. Reverse indentation size effect of a duplex steel. *Kovove Materialy*. 2014;52:299–304.
- [108] Sahin O, Uzun O, Kolemen U, Duzgun B, Ucar N. Indentation Size Effect and Microhardness Study of  $\beta$ -Sn Single Crystals. *Chinese Physics Letters*. 2005;22(12):3137–40. doi:10.1088/0256-307X/22/12/043
- [109] Petřík J, Blaško P, Mihaliková M, Vasilňáková A, Mikloš V. The relationship between the deformation and the indentation size effect (ISE). *Metallurgical Research & Technology*. 2019;116(6):622. doi:10.1051/metal/2019022
- [110] Čurković L, Lalić M, Šolić S. Analysis of the indentation size effect on the hardness of alumina ceramics using different models. *Kovove Materialy*. 2009;47:89–93.
- [111] Renjo MM, Čurković L, Štefančić S, Čorić D. Indentation size effect of Y-TZP dental ceramics. *Dental Materials*. 2014;30(12):e371–6. doi:10.1016/j.dental.2014.08.367
- [112] Renjo MM, Čurković L, Čorić D. Influence of Surface Roughness of Alumina Ceramics on Indentation Size. *Materials Testing*. 2014;56(1):32–9. doi:10.3139/120.110520
- [113] Sangwal K, Surowska B, Błaziak P. Analysis of the indentation size effect in the microhardness measurement of some cobalt-based alloys. Vol. 77, *Materials Chemistry and Physics*. 2002.
- [114] Petřík J, Blaško P, Bidulská J, Guzanová A, Sinaiová I. the automatic testers in microhardness measurement and ISE effect. *Acta Metallurgica Slovaca*. 2016;22(3):195–205. doi:10.12776/ams.v22i3.758
- [115] Csehova E, Andrejovska J, Limpichaipanit A, Dusza J, Todd R. Hardness and indentation load-size effect in  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC nanocomposite. *Metallic Materials*. 2011;49(2):119–24. doi:10.4149/km\_2011\_2\_119

# PRILOG

## Raspodjele veličine čestica FA

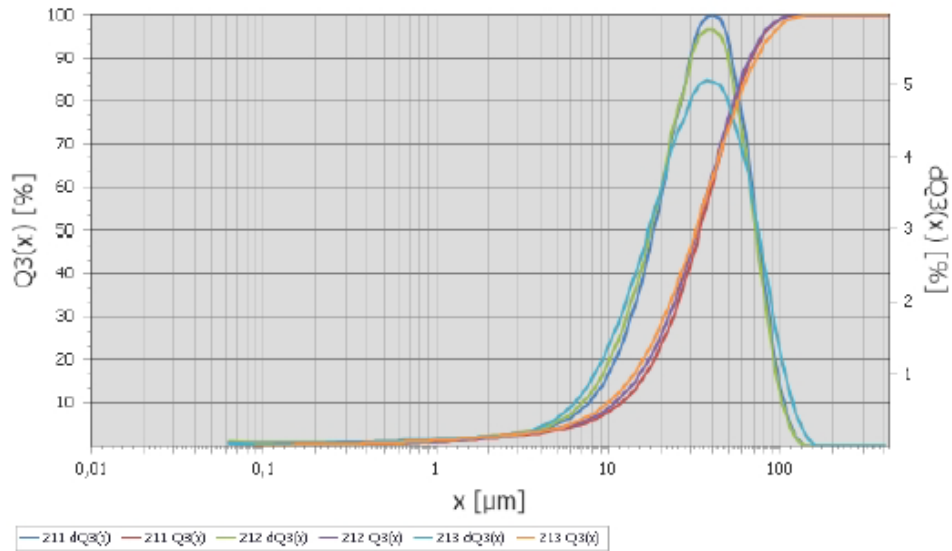
WWW.FRITSCHE.DE

ANALYSETTE 22 NanoTec plus



### Notes

### Overview of all Measurements



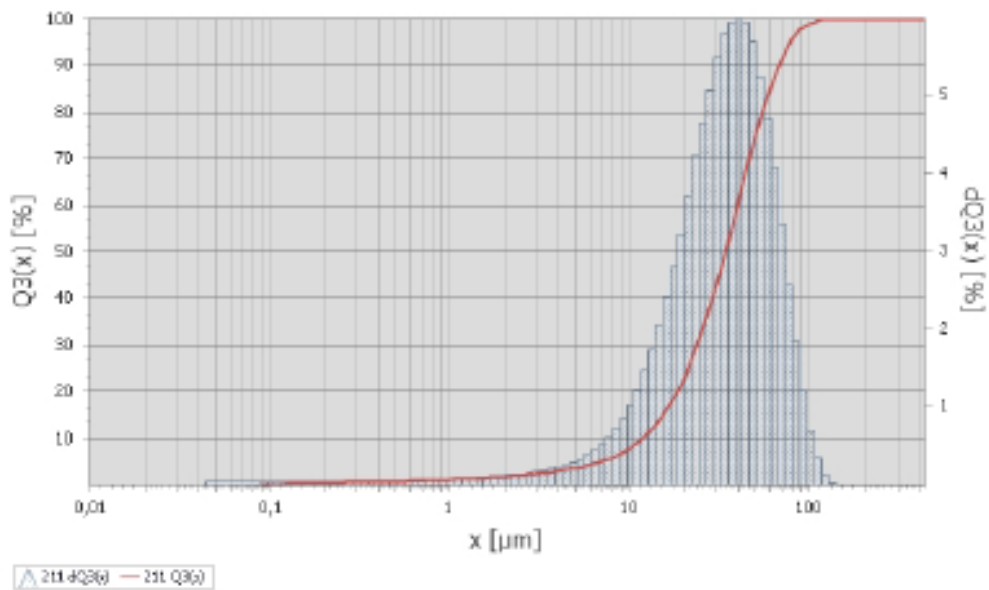
Q3(x) [%]	x [μm]	CV [%]	M211	M212	M213
10	10,9	7	11,8	10,9	10
50	32,8	2,4	33,8	32,5	32
90	68,3	3,9	67,1	65,7	72



**ANALYSETTE 22 NanoTec plus**

**Meas.No.** 211 **Date** понедельник, 11 Января 2016 02:10  
**Attr. 1** FA Kol **Attr. 2**  
**Attr. 3** IICT **Attr. 4**

**Calculation** Fraunhofer **TradeOff** automatic (10000,0)  
**Refractive Index** --- **Absorption Index** ---  
**Scans Fine** 100 **Scans Coarse** 100 **Channels** 153 **Beam Obscuration** 0,0 %  
**Meas. Range** 0,01 [µm] - 2000,00 [µm] **Pump** 80 % **Ultrasonics** 100 %



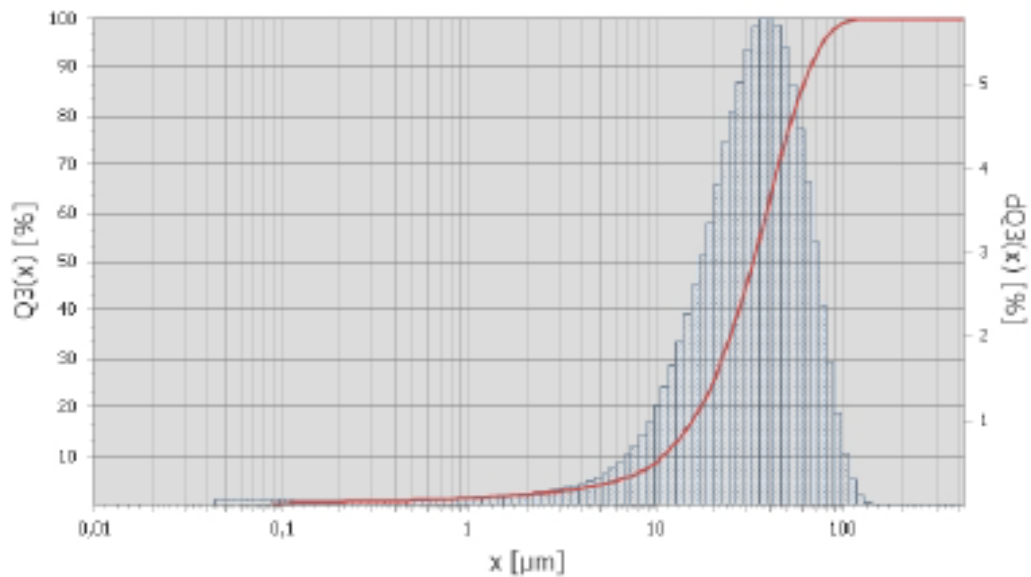
**Mode** 41,54 µm **Span** (d90-d10)/d50 1,63 **D[4,3]** 37,1 µm

	Q3(x) [%]	x [µm]
	10	11,8
	50	33,8
	90	67,1

**ANALYSETTE 22 NanoTec plus**

**Mess.No.** 212 **Date** понедельник, 11 Января 2016 02:11  
**Attr. 1** FA Kol **Attr. 2**  
**Attr. 3** IICT **Attr. 4**

**Calculation** Fraunhofer **TradeOff** automatic (10000,0)  
**Refractive Index** --- **Absorption Index** ---  
**Scans Fine** 100 **Scans Coarse** 100 **Channels** 153 **Beam Obscuration** -6,0 %  
**Meas. Range** 0,01 [µm] - 2000,00 [µm] **Pump** 80 % **Ultrasonics** 100 %



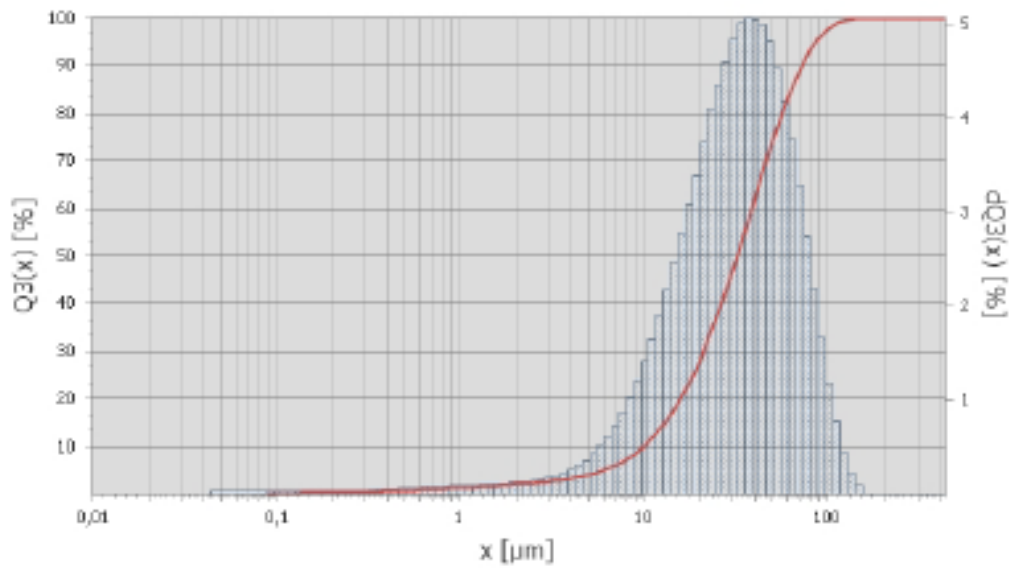
**Mode** 38,26 µm **Span** (d90-d10)/d50 1,68 **D[4,3]** 35,8 µm

	Q3(x) [%]	x [µm]
	10	10,9
	50	32,5
	90	65,7

**ANALYSETTE 22 NanoTec plus**

**Meas.No.** 213 **Date** понедельник, 11 Января 2016 02:13  
**Attr. 1** FA Kol **Attr. 2**  
**Attr. 3** IICT **Attr. 4**

**Calculation** Fraunhofer **TradeOff** automatic (100000,0)  
**Refractive Index** --- **Absorption Index** ---  
**Scans Fine** 100 **Scans Coarse** 100 **Channels** 153 **Beam Obscuration** -16,0 %  
**Meas. Range** 0,01 [µm] - 2000,00 [µm] **Pump** 80 % **Ultrasonics** 100 %



**Mode** 37,23 µm

**Span** (d90-d10)/d50 1,93

**D[4,3]** 37,1 µm

Q3(x) [%]	x [µm]
10	10
50	32
90	72

## CT snimke pojedinih uzoraka

Izvješće o mjerenju: **2022-05-25-137**

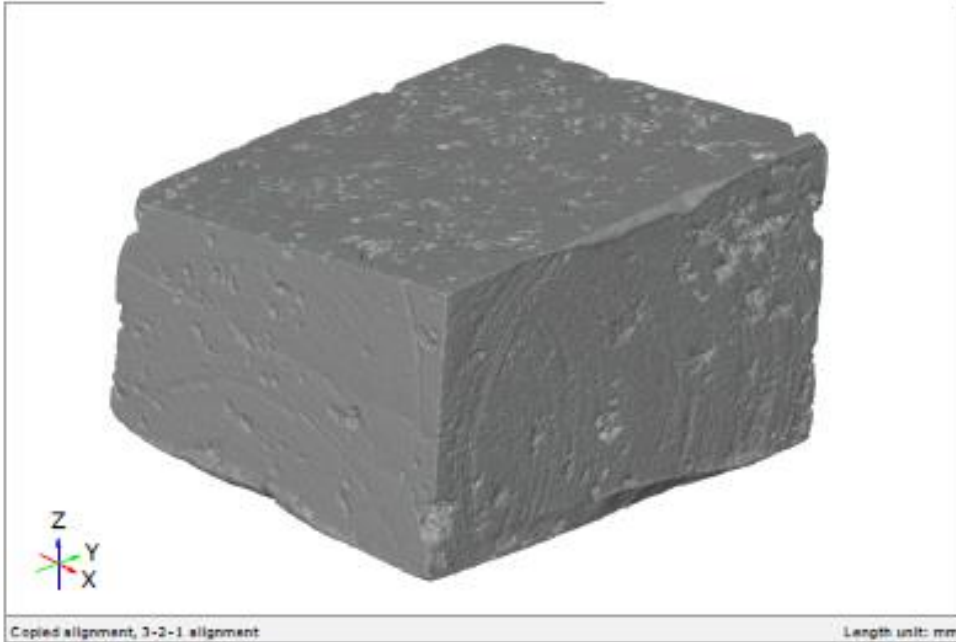
**Datum izdavanja:** 2022-05-27

**Izvješće izdao:** Luka Kurtalj, mag.ing.mech

**TOPOMATIKA**

trojdimenzionalno skeniranje, optički  
mjerni sustavi i računalna obrada d.o.o.

Adresa: Industrijska ulica 3, Sevelj  
HR-10431 Sveta Nedelja  
T: +385 1 348 8010, F: +385 1 598 8722  
E-mail: info@topomatika.hr  
IBAN: HR192403036000110004002  
ZABA: HR462060001102610623  
OIB / OAI: 985147143708



**Naručitelj:** Fakultet strojarstva i brodogradnje

**Predmet mjerenja:** Uzorak 42

**Datum mjerenja:** 2022-05-27

**Lokacija:** Industrijska ulica 3, Topomatika d.o.o.

**Mjeritelj:** Luka Kurtalj, mag.ing.mech

**Rezultati mjerenja:** na stranicama 2 do 17

**Mjerni sustav:** Metrotom 6 Scout CT

**Mjerno područje:** Ø240 mm x 200 mm

**Serijski broj:** 21-000238

**Temperatura i vlažnost:** 20±1°C; 55%±10%

**Napomena:**

Ovaj dokument može se objaviti samo u cijelosti. Djelom ili u cjelosti moguće je samo uz pismenu odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja  
poštom ili na web stranici poduzeća.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation  
of the reference number of the same written.



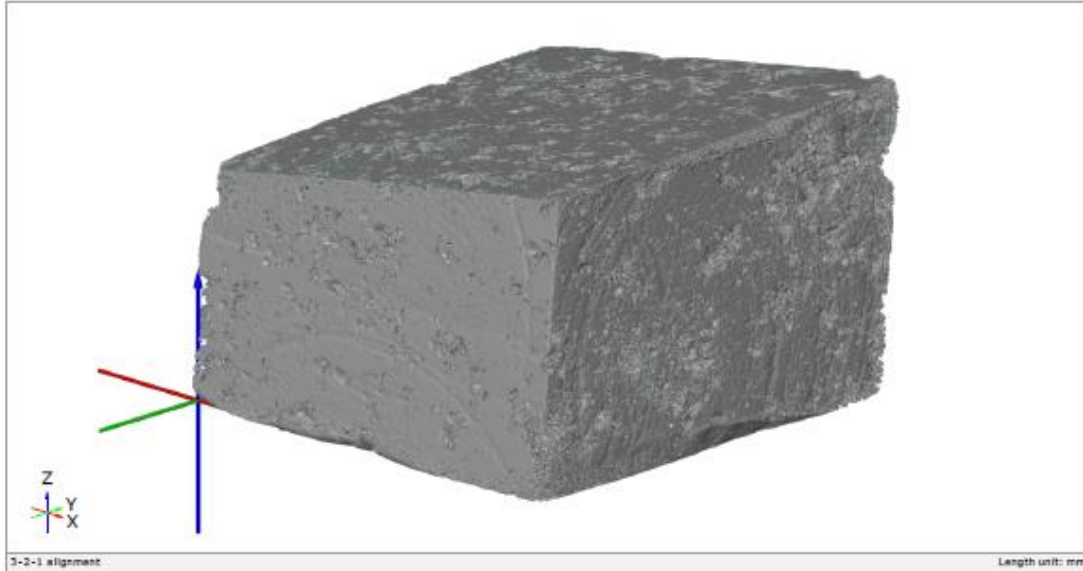
## Sadržaj

2/17

Naslovna	1
Sadržaj	2
Definicija koordinatnih osi	3
Razlika u vrijednostima sive boje	4
Presjek 1 u X-Y ravnini	5
Presjek 2 u X-Y ravnini	6
Presjek 3 u X-Y ravnini	7
Presjek 4 u X-Y ravnini	8
Presjek 5 u X-Y ravnini	9
Presjek 1 u Y-Z ravnini	10
Presjek 2 u Y-Z ravnini	11
Presjek 3 u Y-Z ravnini	12
Presjek 4 u Y-Z ravnini	13
Presjek 5 u Y-Z ravnini	14
Presjek 1 u X-Z ravnini	15
Presjek 2 u X-Z ravnini	16
Presjek 3 u X-Z ravnini	17

Definicija koordinatnih osi

3/17



3-2-1 alignment

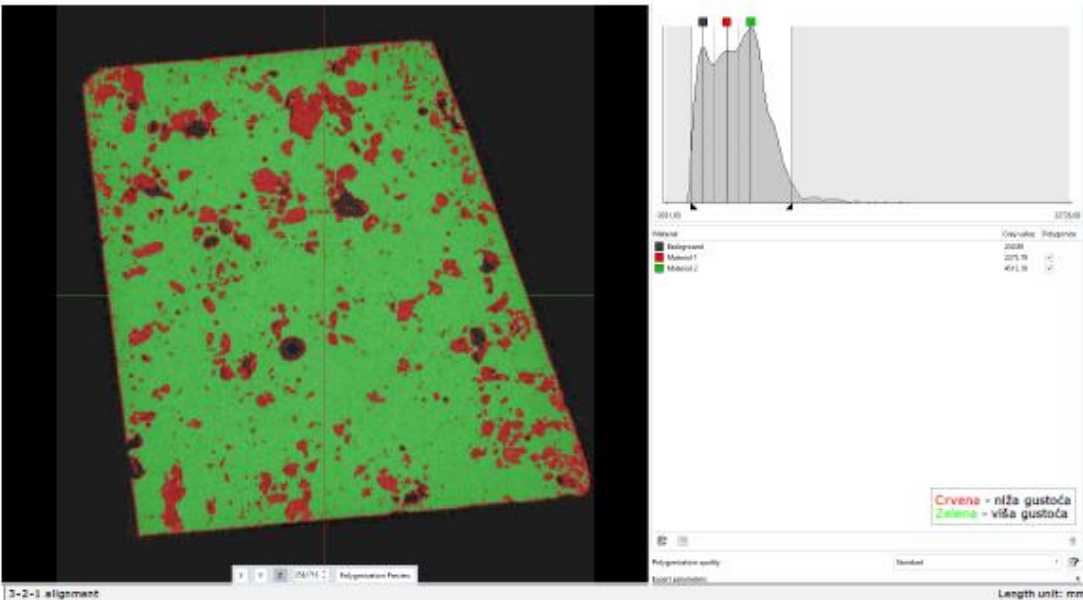
Length unit: mm

Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelini. Izkorišteno obavješje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the case written.



Razlika u vrijednostima sive boje

4/17



3-2-1 alignment

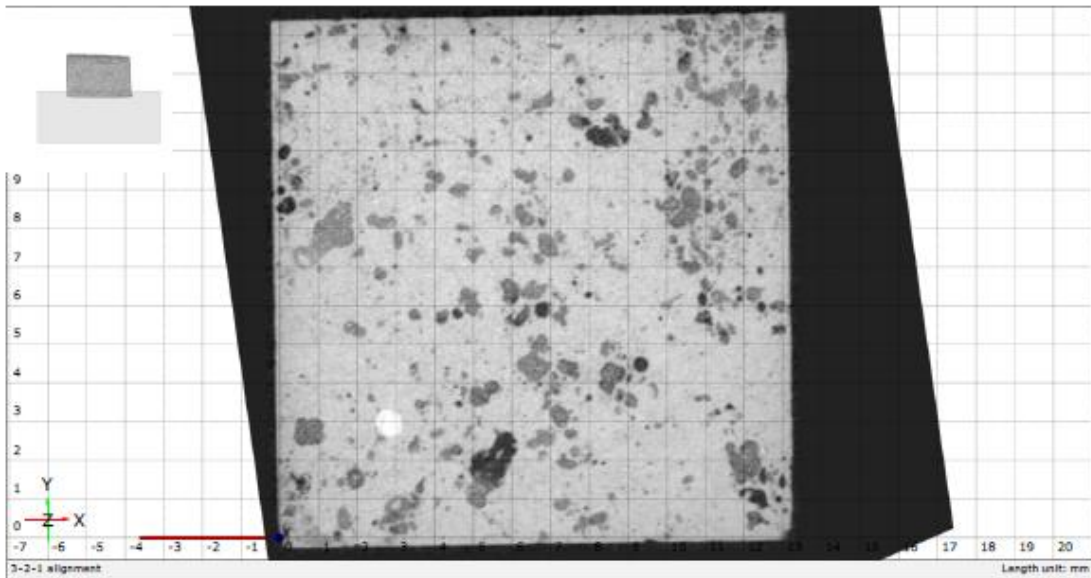
Length unit: mm

Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelini. Izkorišteno obavješje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the case written.



Presjek 1 u X-Y ravnini

5/17

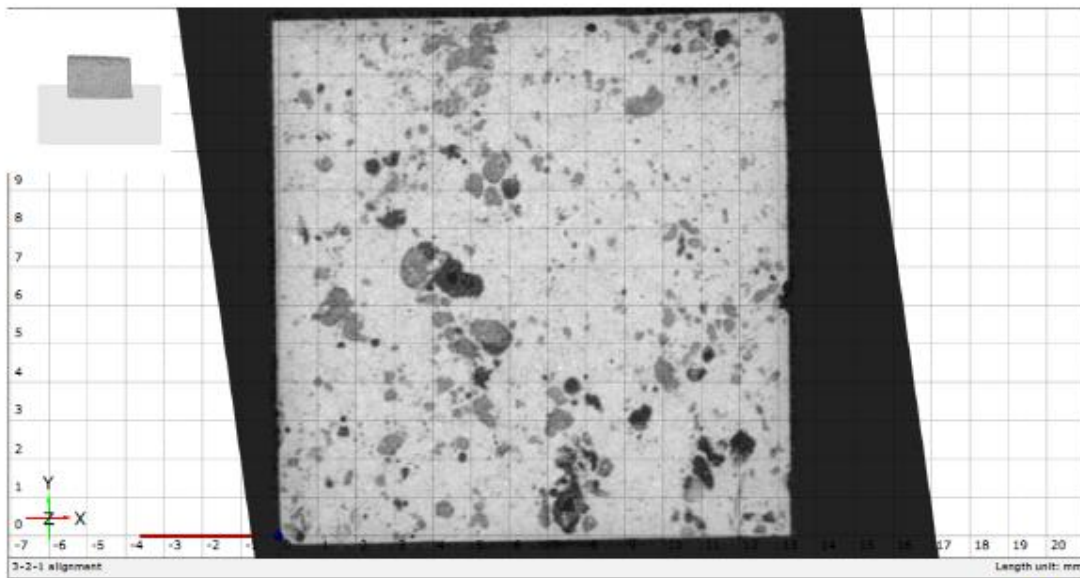


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Otklonično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 2 u X-Y ravnini

6/17

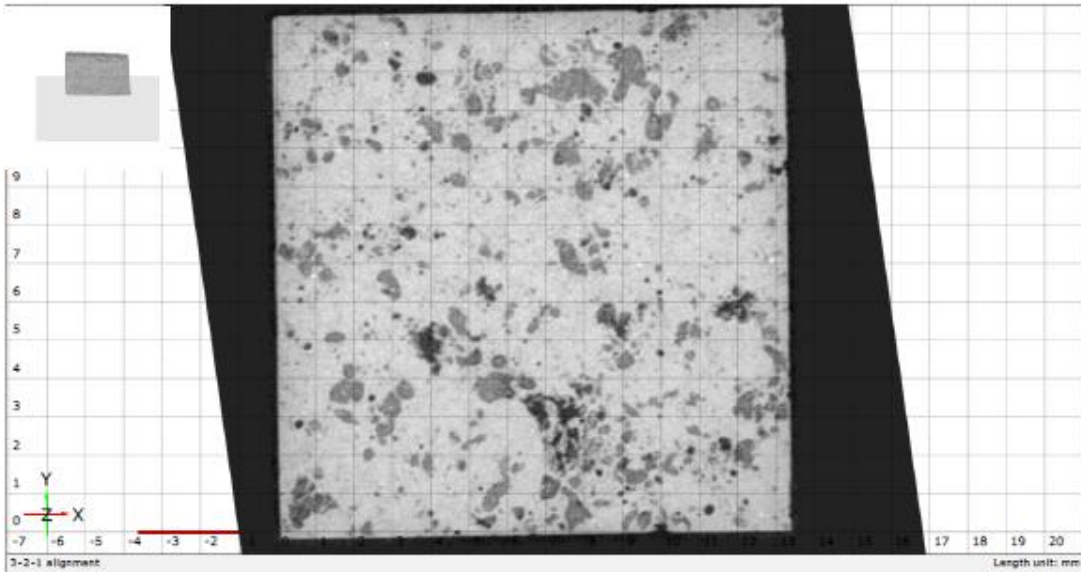


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Otklonično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 3 u X-Y ravnini

7/17

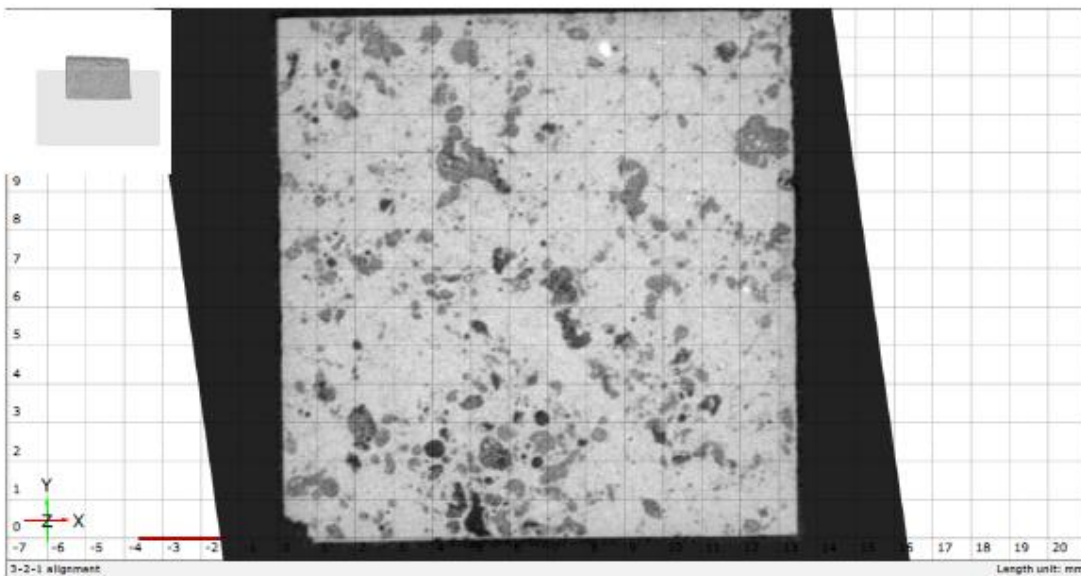


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelini. Otklonično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 4 u X-Y ravnini

8/17



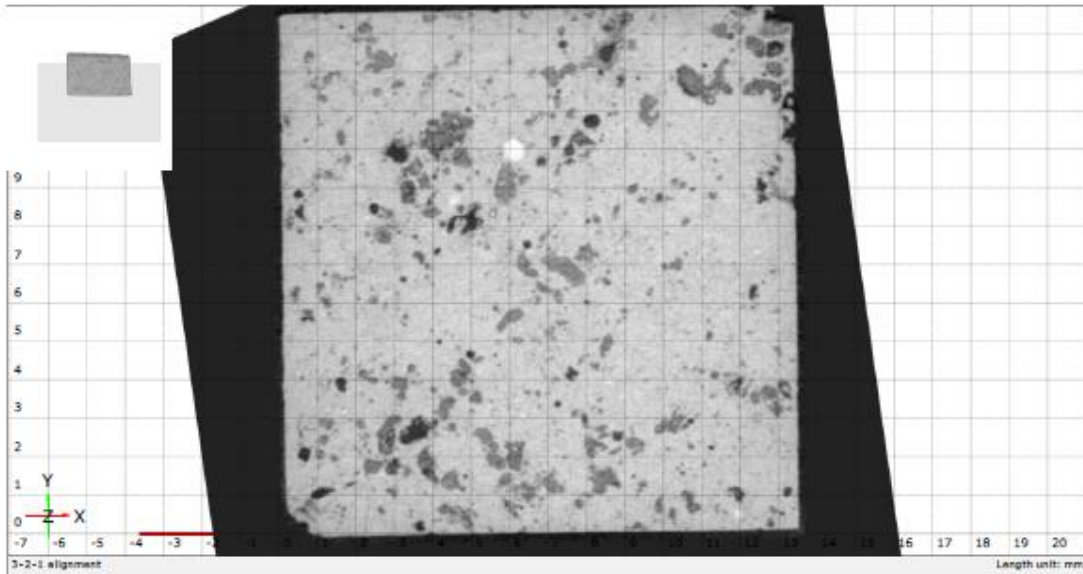
Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelini. Otklonično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.





Presjek 5 u X-Y ravnini

9/17

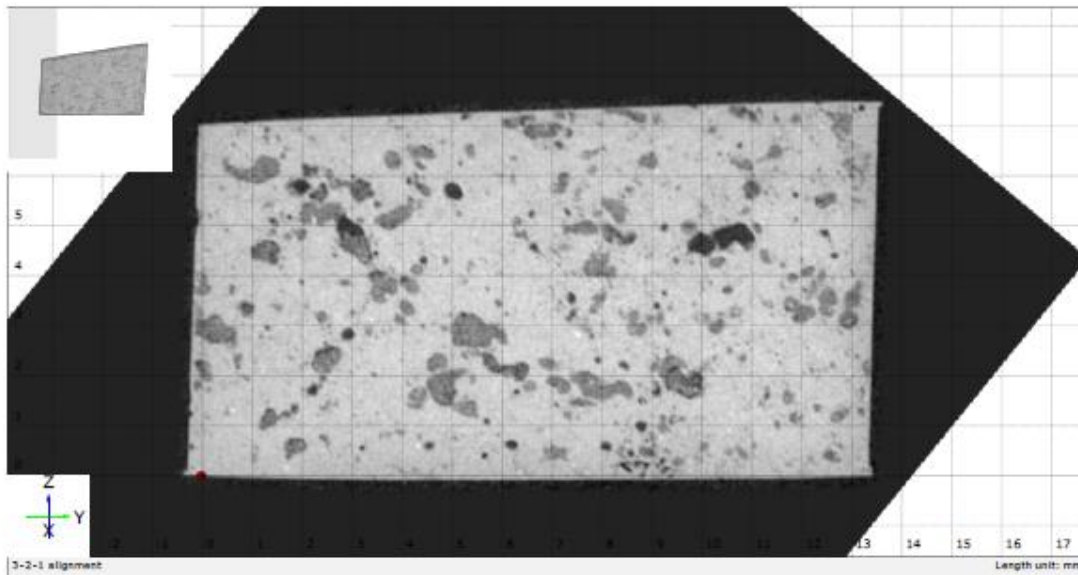


Ovaj dokument može se objaviti samo u cjelosti. Dijelomito objavljivanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 1 u Y-Z ravnini

10/17

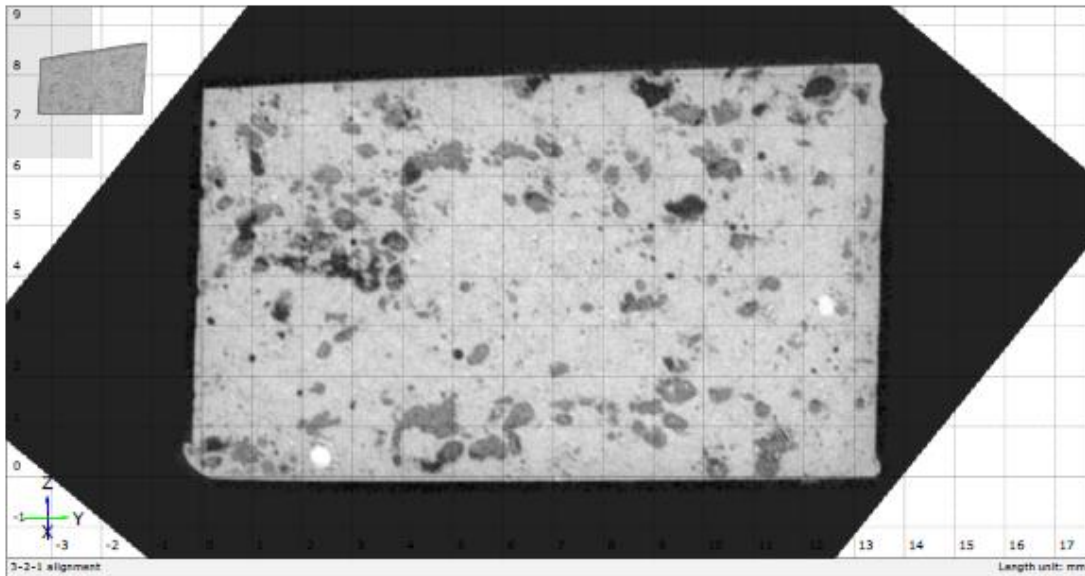


Ovaj dokument može se objaviti samo u cjelosti. Dijelomito objavljivanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 3 u Y-Z ravnini

12/17

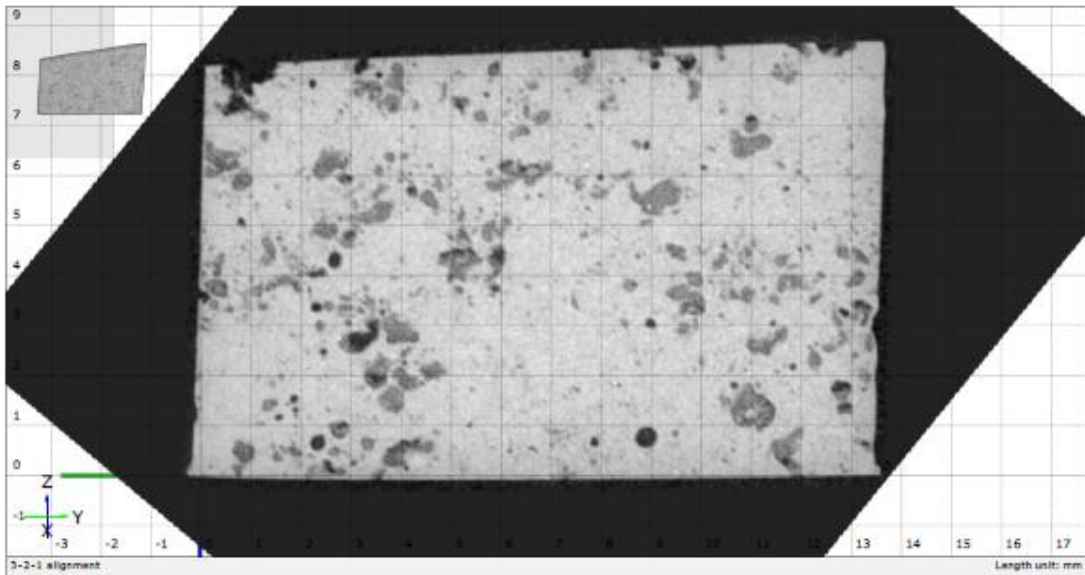


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 4 u Y-Z ravnini

13/17

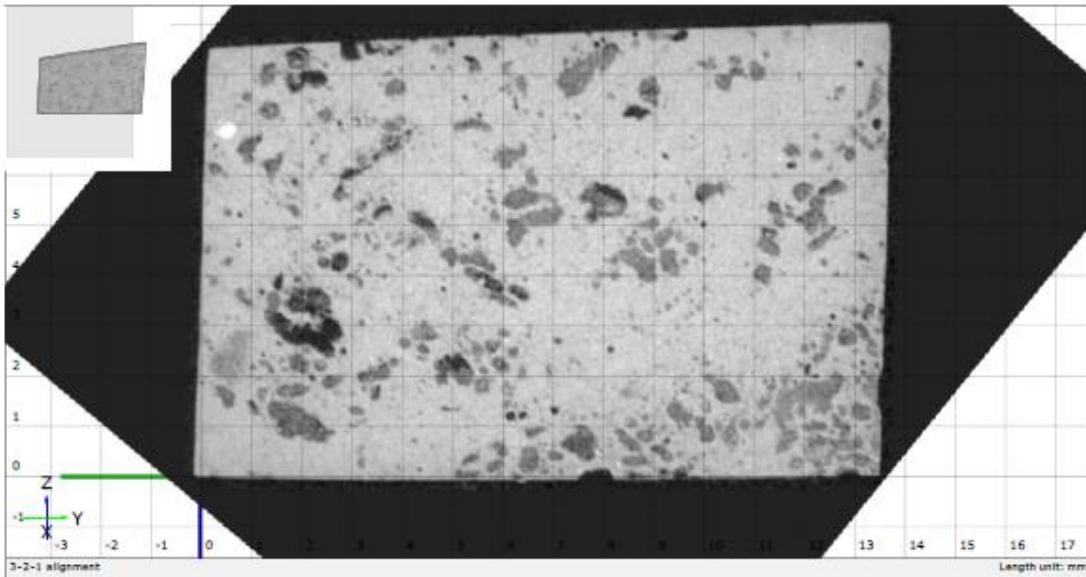


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 5 u Y-Z ravnini

14/17

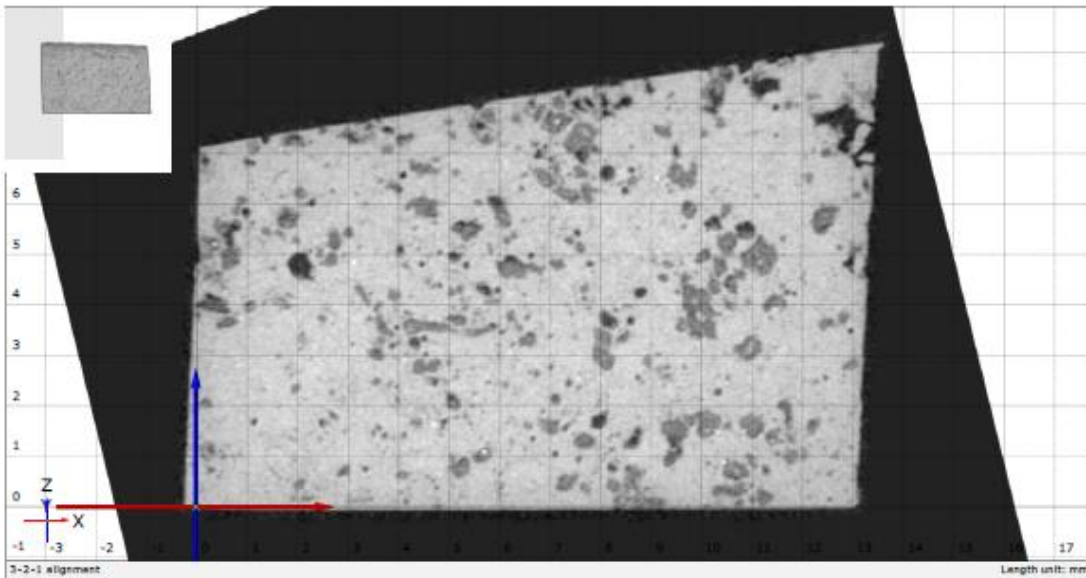


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 1 u X-Z ravnini

15/17

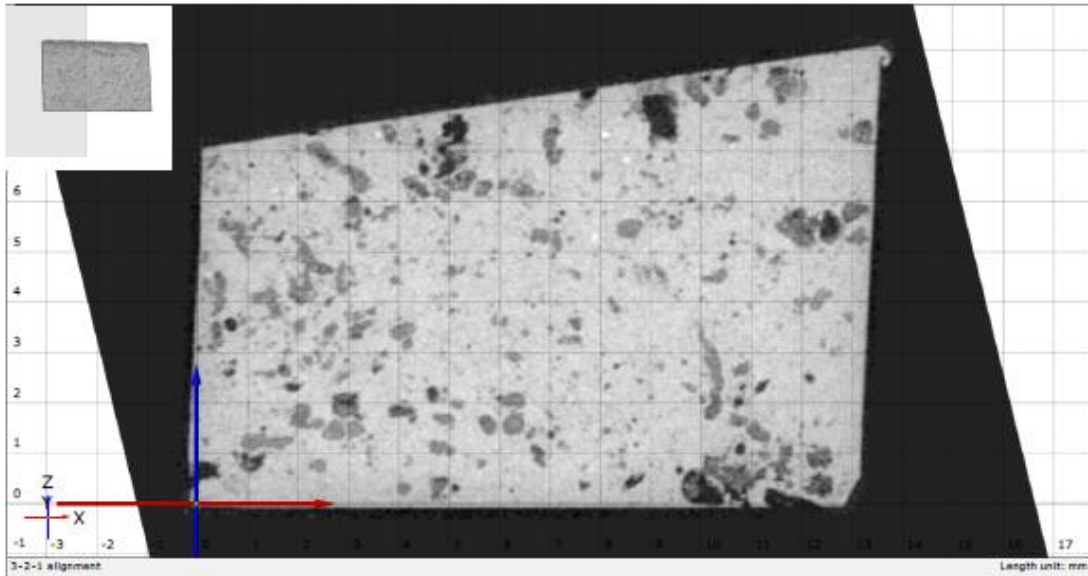


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 2 u X-Z ravnini

15/17

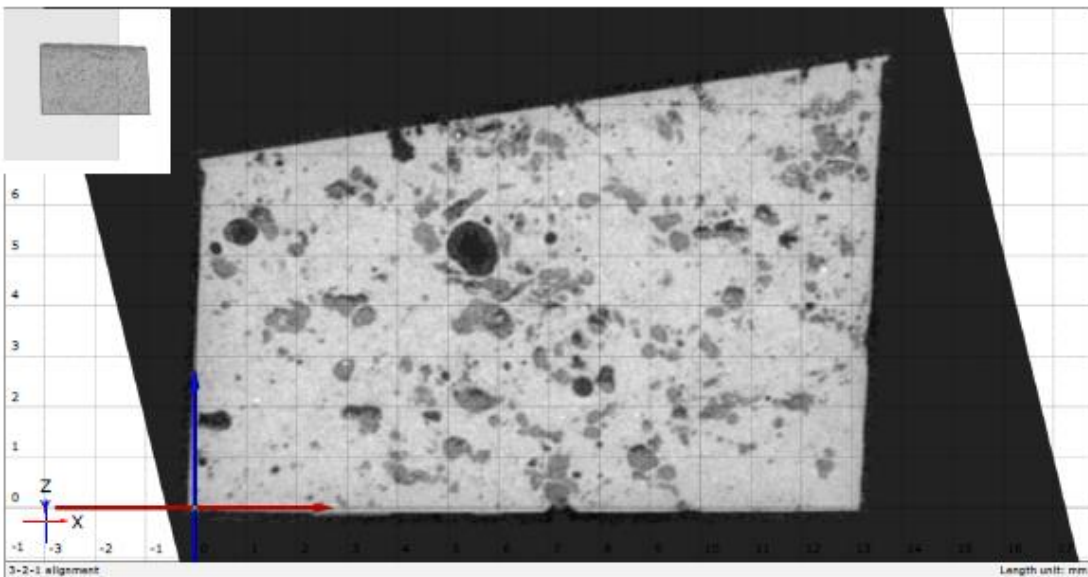


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelosti. O djelomično obnavljanju moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 3 u X-Z ravnini

17/17



Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelosti. O djelomično obnavljanju moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



## Izveštće o mjerenju: 2022-05-25-137

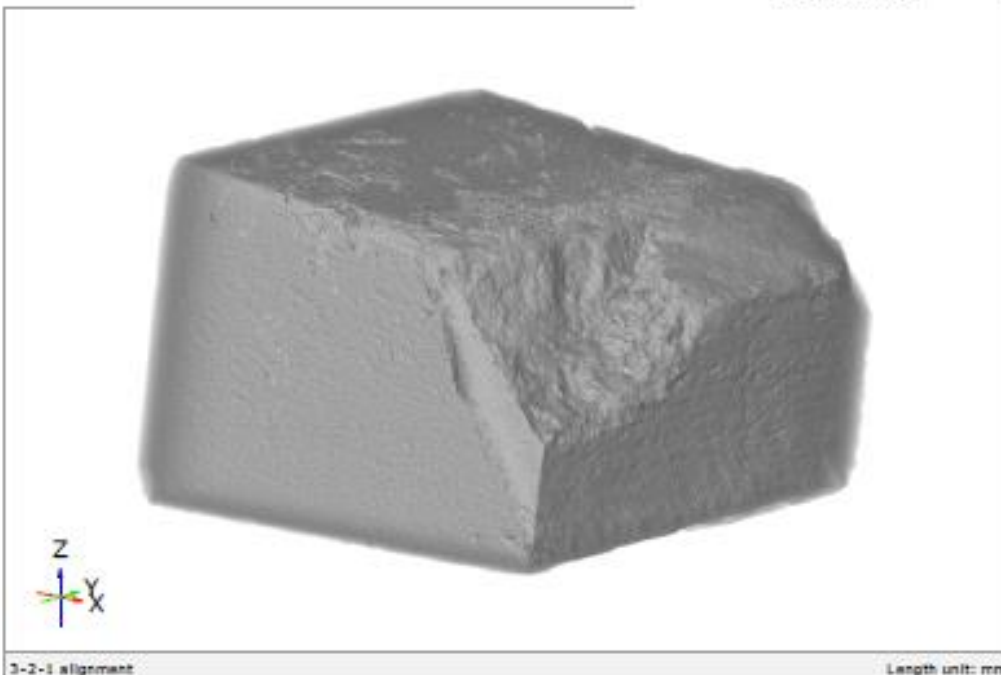
**Datum izdavanja:** 2022-05-27

**Izveštće izdao:** Luka Kurtalj, mag.ing.mech



trodimenzionalno skeniranje, optički  
mjerni sustavi i računalna obrada d.o.o.

Adresa: Industrijska ulica 3, Nevski  
HR-10421 Sveta Nedelja  
T: +385 1 348 6010, F: +385 1 590 9722  
E-mail: info@topomatika.hr  
IBAN: HR19210002390009110000002  
ZABAHR4423900001102619623  
OIB/KOI: 6951475742758



**Naručitelj:** Fakultet strojarstva i brodogradnje

**Predmet mjerenja:** Uzorak 62

**Datum mjerenja:** 2022-05-27

**Lokacija:** Industrijska ulica 3, Topomatika d.o.o

**Mjeritelj:** Luka Kurtalj, mag.ing.mech

**Rezultati mjerenja:** na stranicama 2 do 14

**Mjerni sustav:** Metrohm 6 Scout CT

**Mjerno područje:** Ø240 mm x 200 mm

**Serijski broj:** 21-000238

**Temperatura i vlažnost:** 20±1°C; 55%±10%

**Napomena:**

Ovaj dokument može se koristiti samo u cjelini. Djelno ili u cijelosti moguće je samo uz pismenu odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja ovog dokumenta kao vodiča za prenosno područje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



## Sadržaj

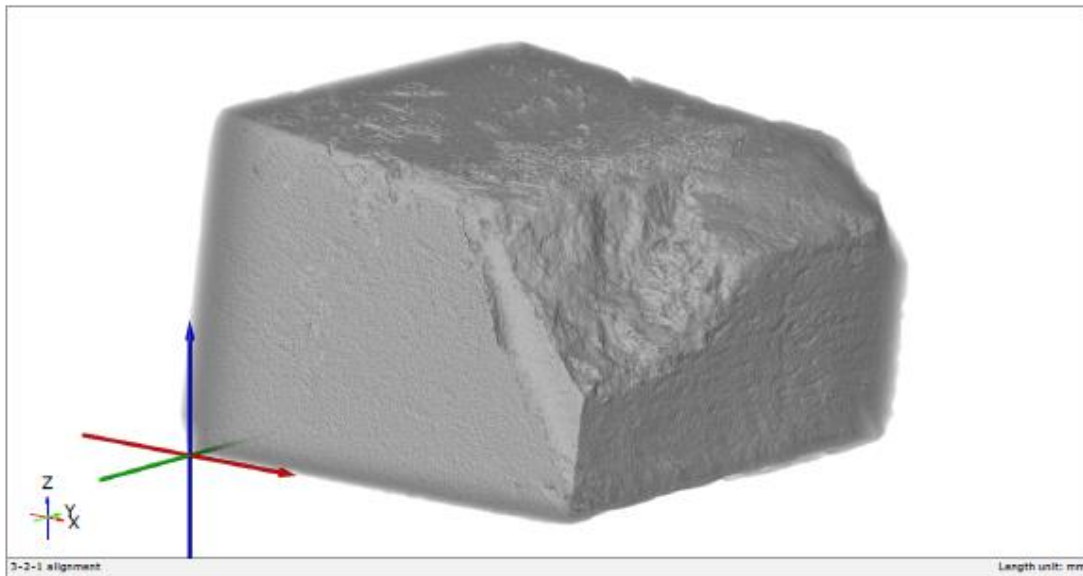
2/14

Naslovna	1
Sadržaj	2
Definicija koordinatnih osi	3
Presjek 1 u ravnini X-Y	4
Presjek 2 u ravnini X-Y	5
Presjek 3 u ravnini X-Y	6
Presjek 1 u ravnini X-Z	7
Presjek 2 u ravnini X-Z	8
Presjek 3 u ravnini X-Z	9
Presjek 4 u ravnini X-Z	10
Presjek 1 u ravnini Y-Z	11
Presjek 2 u ravnini Y-Z	12
Presjek 3 u ravnini Y-Z	13
Presjek 4 u ravnini Y-Z	14



Definicija koordinatnih osi

3/14

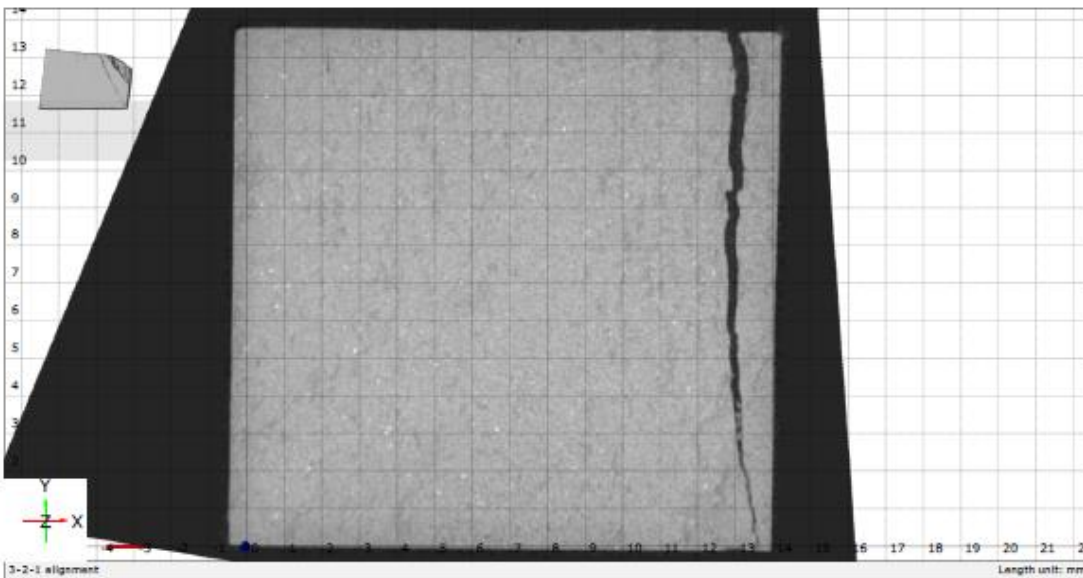


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 1 u ravni X-Y

4/14

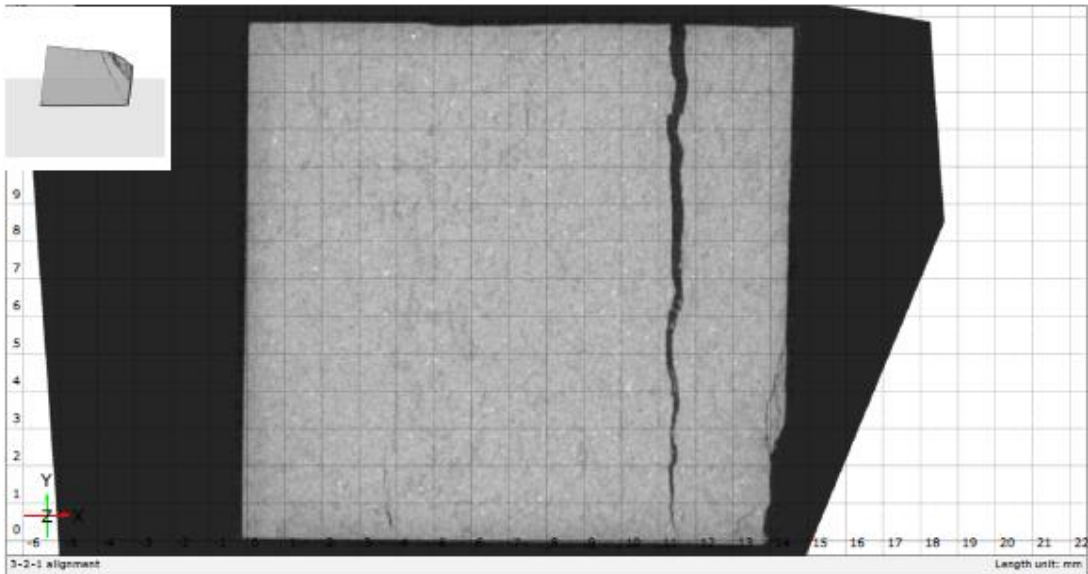


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 2 u ravni X-Y

5/14

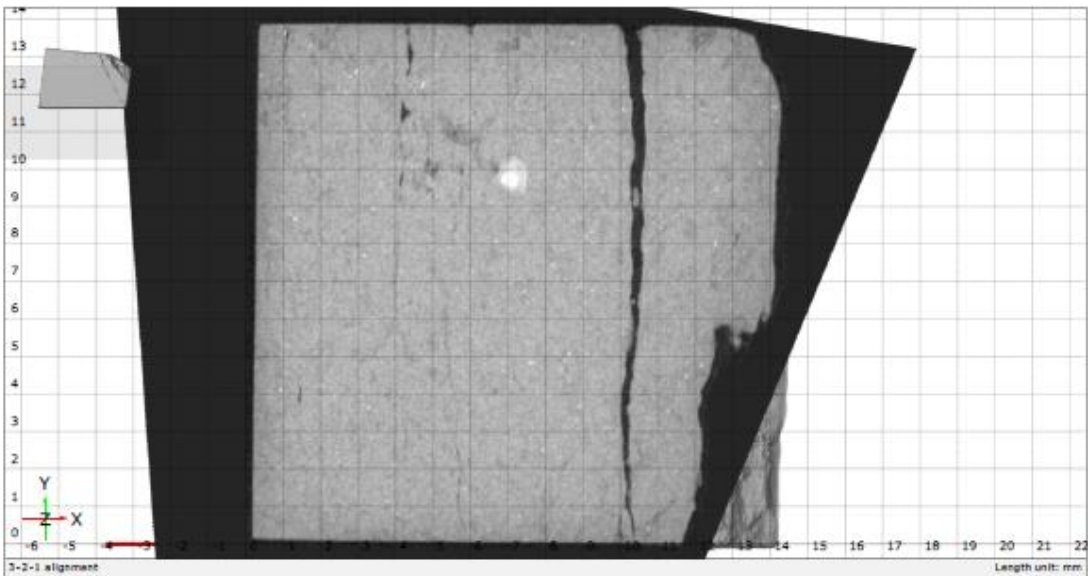


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelini. Izkorištivo objavljeno moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 3 u ravni X-Y

6/14



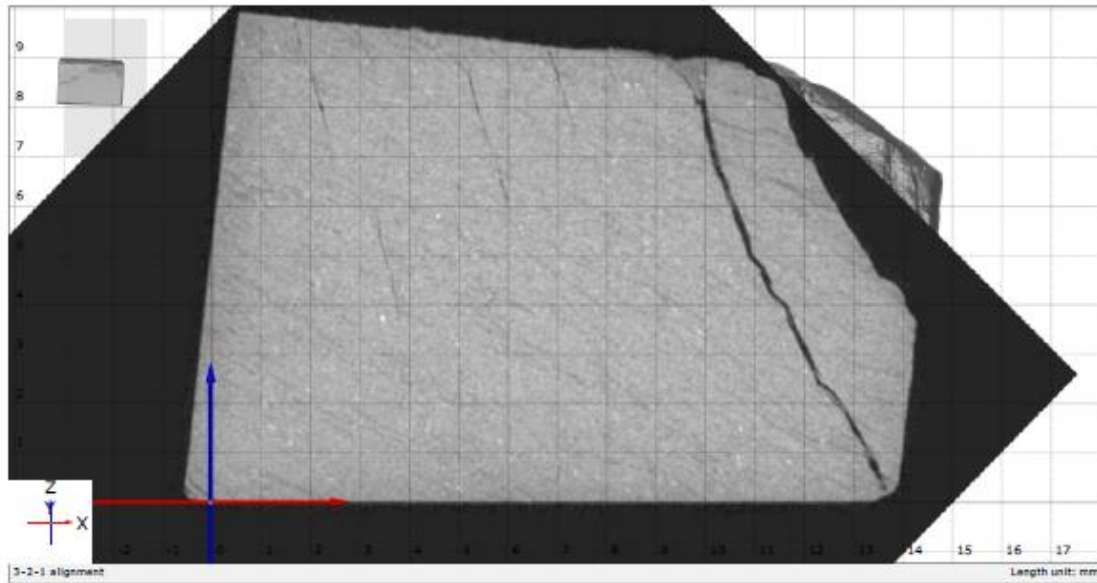
Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelini. Izkorištivo objavljeno moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.





Presjek 1 u ravni X-Z

7/14

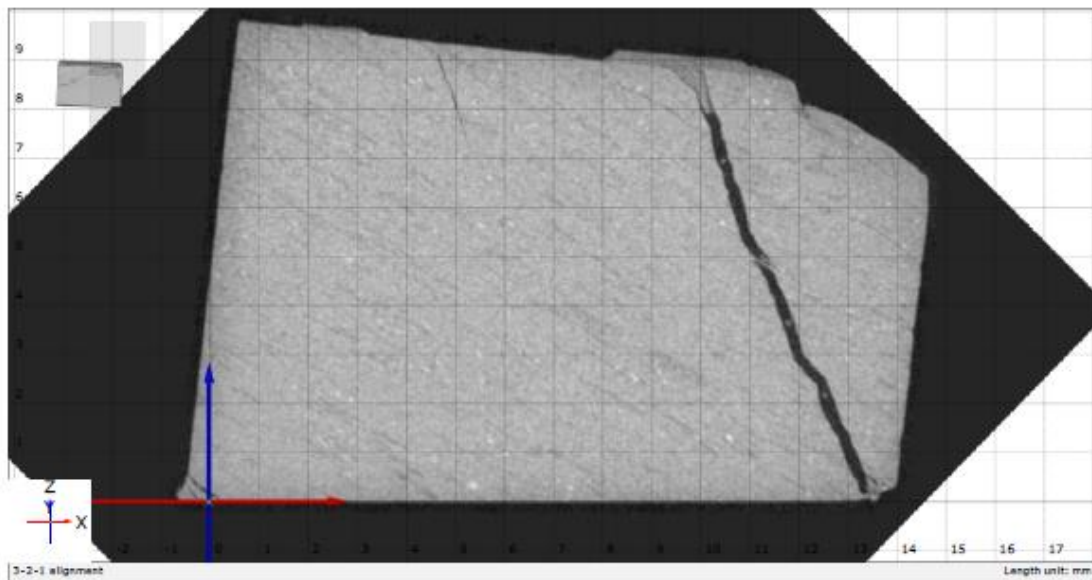


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelosti. Otkriveno objavljivanje moglo je samo iz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 2 u ravni X-Z

8/14

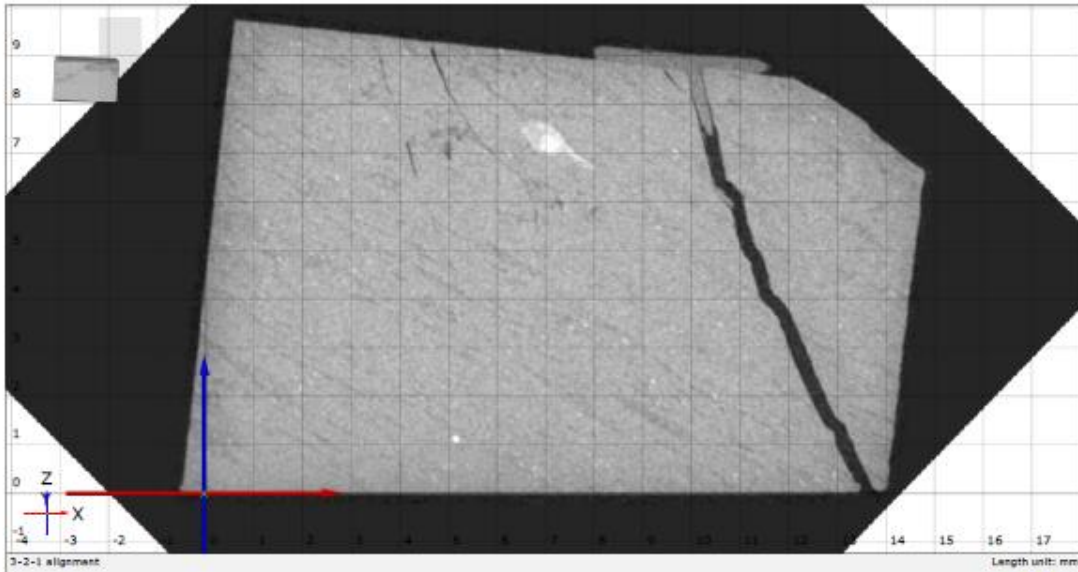


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelosti. Otkriveno objavljivanje moglo je samo iz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 3 u ravni X-Z

9/14

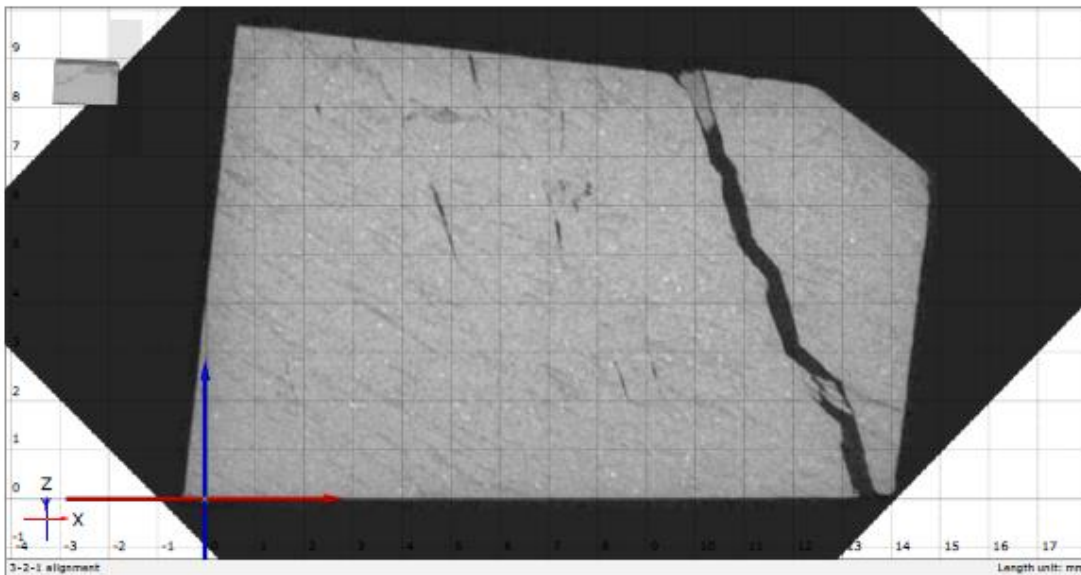


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelini. Otklonično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje. This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 4 u ravni X-Z

10/14

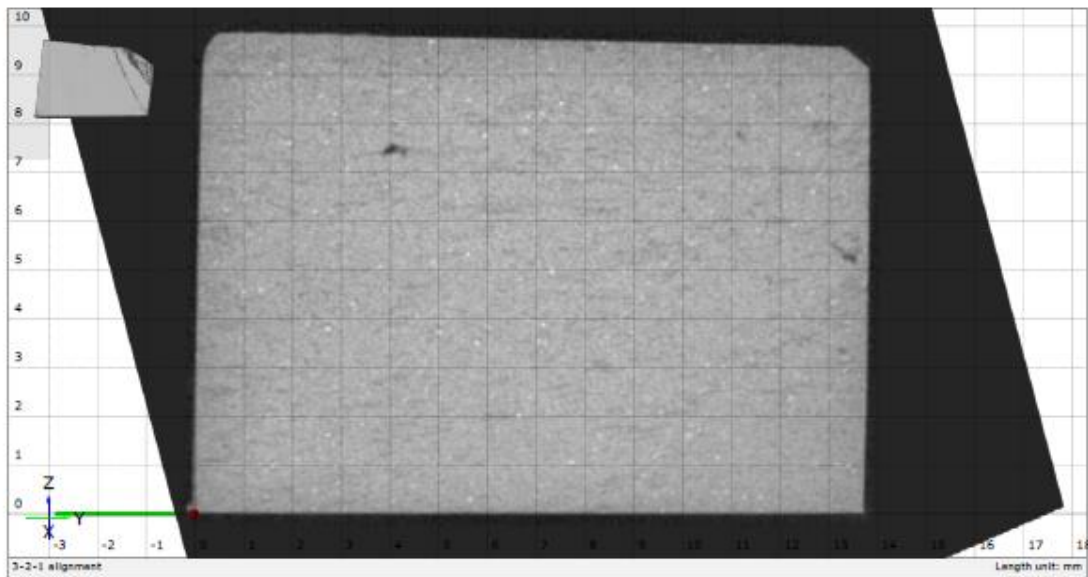


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelini. Otklonično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje. This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 1 u ravni Y-Z

11/14

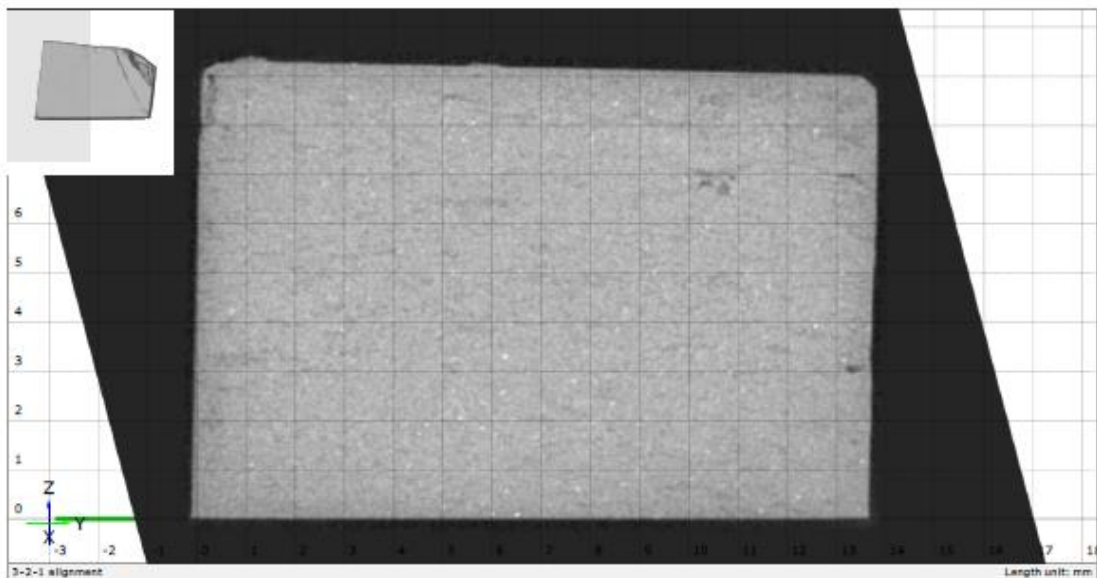


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelini. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 2 u ravni Y-Z

12/14

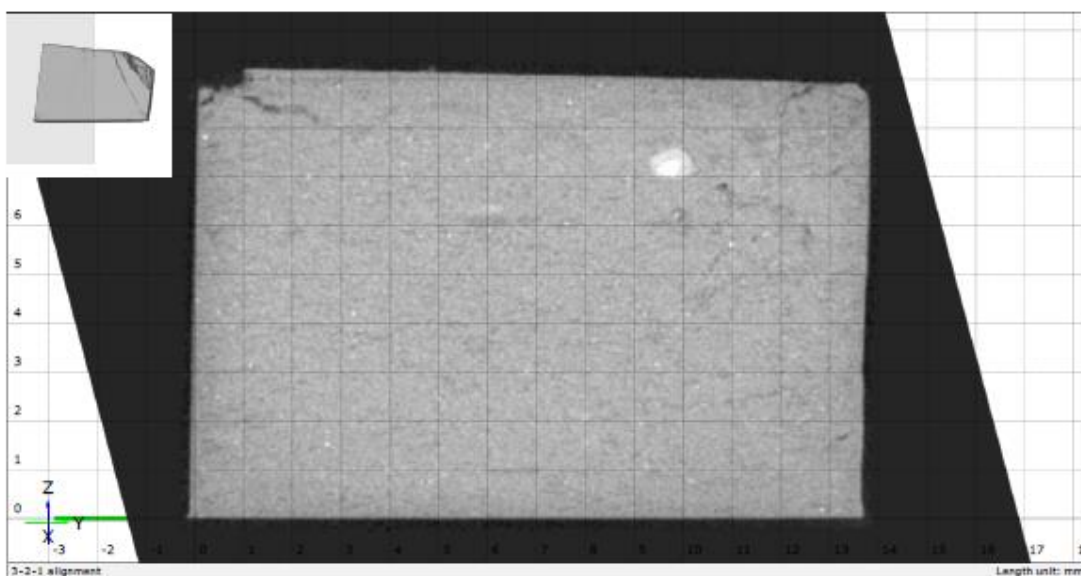


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelini. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 3 u ravni Y-Z

13/14

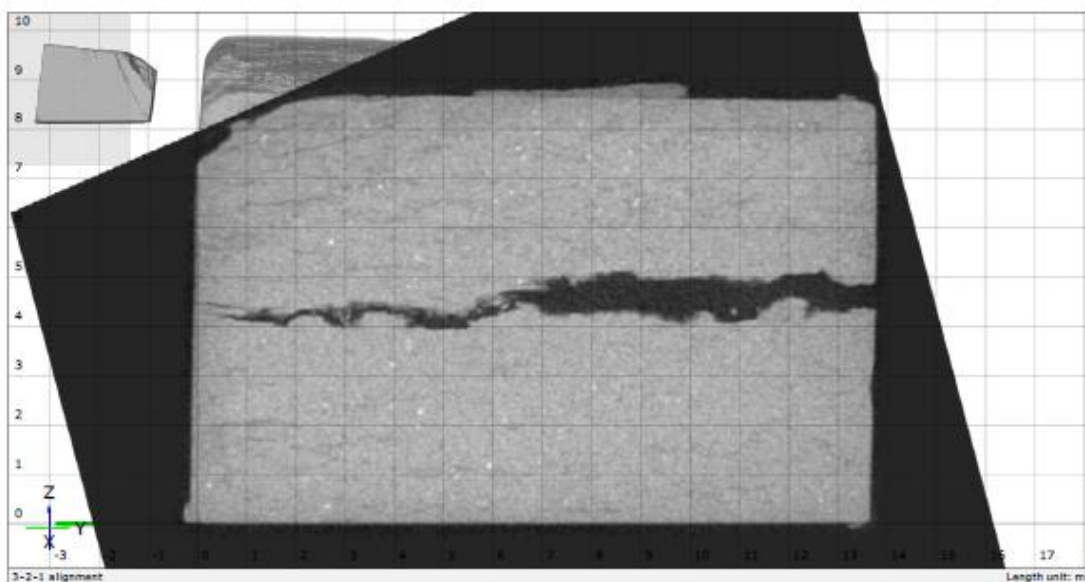


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelimično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 4 u ravni Y-Z

14/14



Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelimično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



## Izvešće o mjeranju: 2022-05-25-137

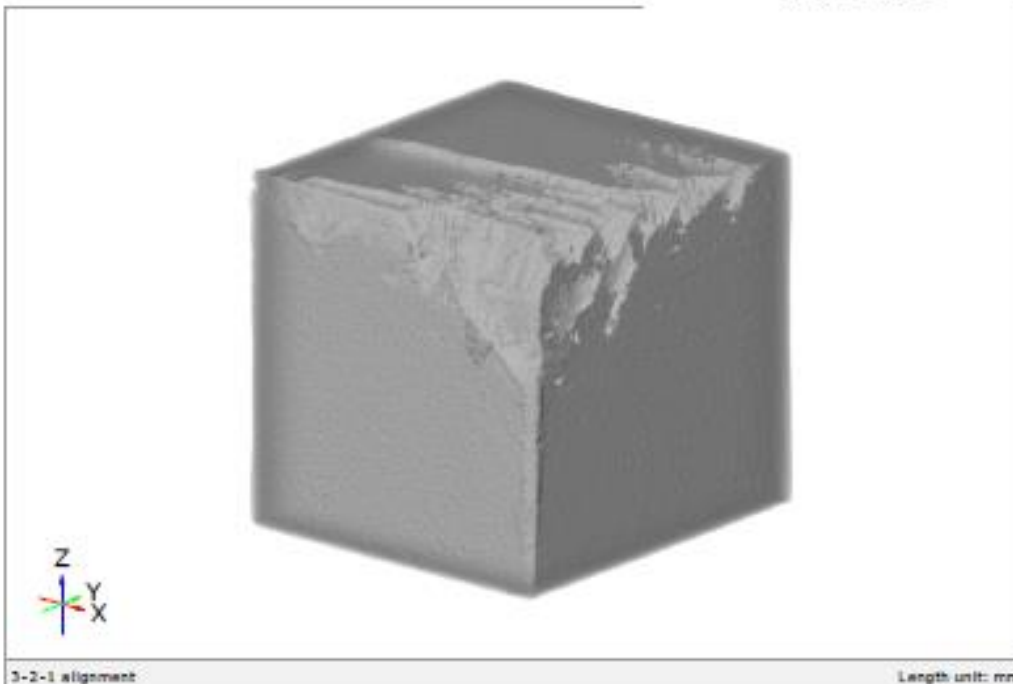
**Datum izdavanja:** 2022-05-27

**Izvešće izdao:** Luka Kurtalj, mag.ing.mech

 **TOPOMATIKA**

trodimenzionalno skeniranje, optički  
mjerni sustavi i računalna obrada d.o.o.

Adresa: Industrijska ulica 3, Novaki  
HR-10431 Svrta Nedežja  
T: +385 1 348 8010, F: +385 1 590 8722  
E-mail: info@topomatika.hr  
IBAN: HR12100123010001103060052  
ZABA HRB 2360 0001 1026 1962 0  
OIB/UID: 4851475143758



**Naručitelj:** Fakultet strojarstva i brodogradnje

**Predmet mjerenja:** Uzorak 61

**Datum mjerenja:** 2022-05-27

**Lokacija:** Industrijska ulica 3, Topomatika d.o.o.

**Mjeritelj:** Luka Kurtalj, mag.ing.mech

**Rezultati mjerenja:** na stranicama 2 do 12

**Mjerni sustav:** Metrotom 6 Scout CT

**Mjerno područje:** Ø240 mm x 200 mm

**Serijski broj:** 21-000238

**Temperatura i vlažnost:** 20±1°C; 55%±10%

**Napomena:**

Ovaj dokument može se koristiti samo uzgornat. Dijelovi ovog dokumenta mogu se koristiti za namenu odobrenja Topomatika d.o.o., uz navođenje broja ovog dokumenta. Ovaj dokument može se reprodukovati samo uz pisano odobrenje Topomatika d.o.o., zajedno s navođenjem broja ovog dokumenta.



## Table of Contents

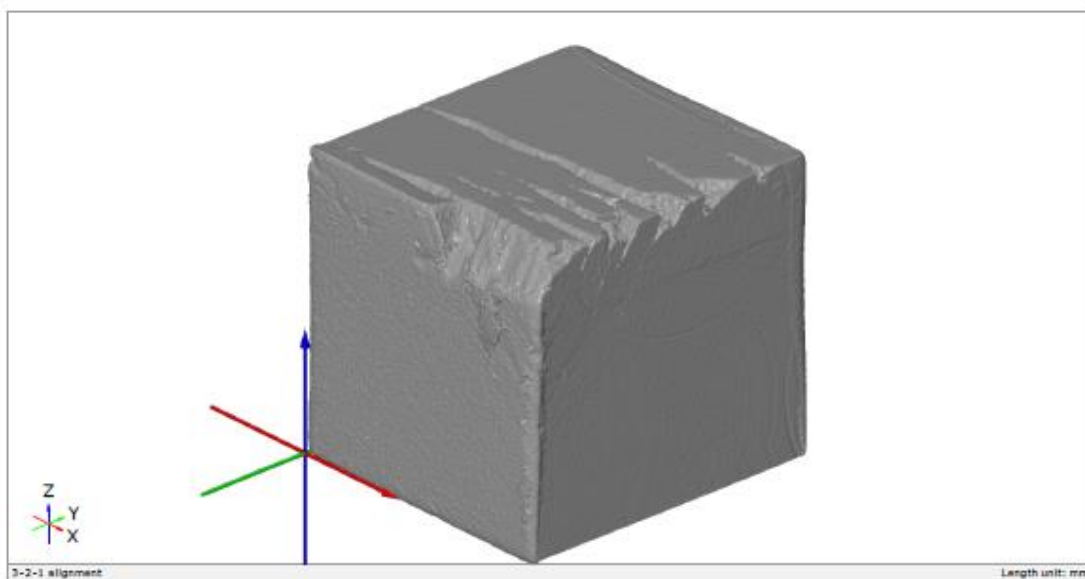
2/12

Naslovna	1
Table of Contents	2
Definicija koordinatnih osi	3
Presjek 1 u X-Y ravnini	4
Presjek 2 u X-Y ravnini	5
Presjek 3 u X-Y ravnini	6
Presjek 1 u Y-Z ravnini	7
Presjek 2 u Y-Z ravnini	8
Presjek 3 u Y-Z ravnini	9
Presjek 1 u X-Z ravnini	10
Presjek 2 u X-Z ravnini	11
Presjek 3 u X-Z ravnini	12



## Definicija koordinatnih osi

3/12

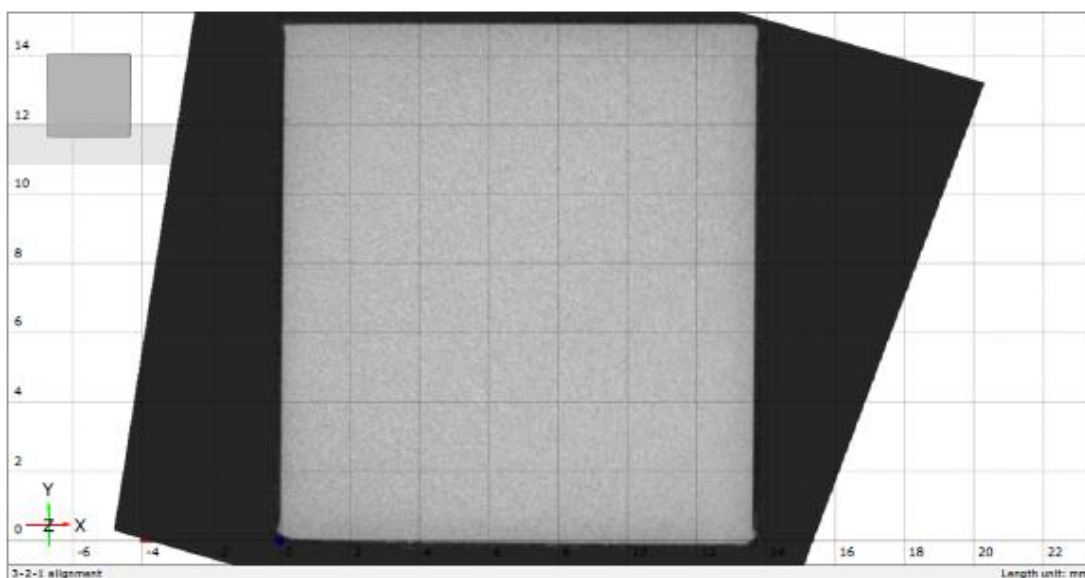


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



## Presjek 1 u X-Y ravnini

4/12

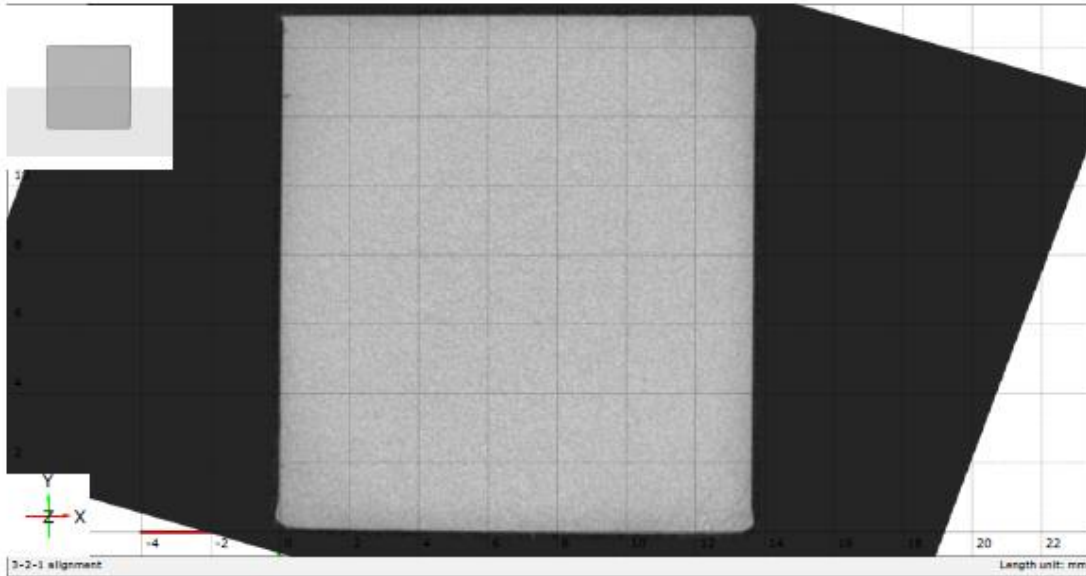


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 2 u X-Y ravnini

5/12

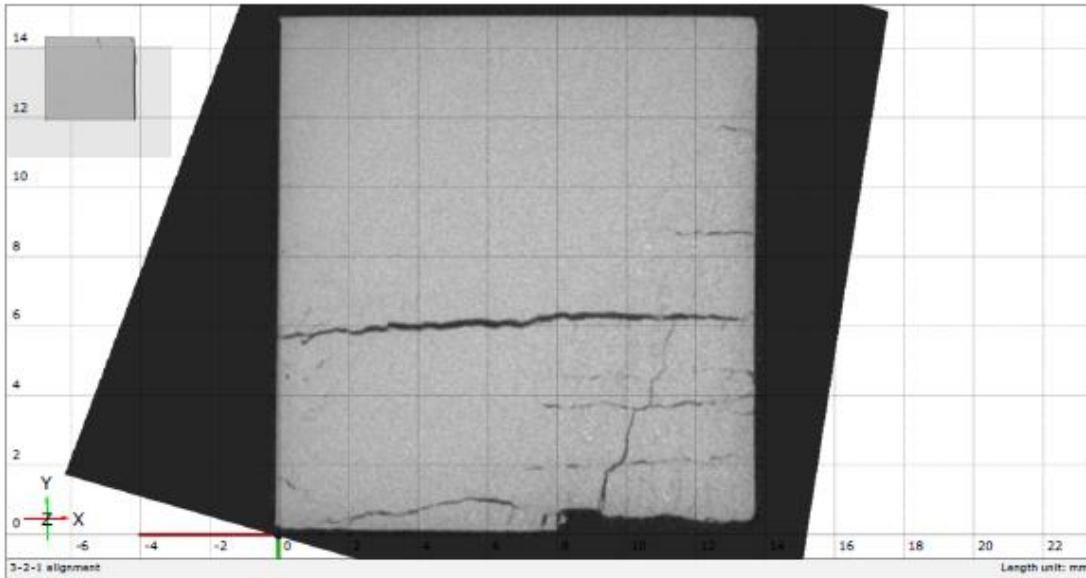


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 3 u X-Y ravnini

6/12



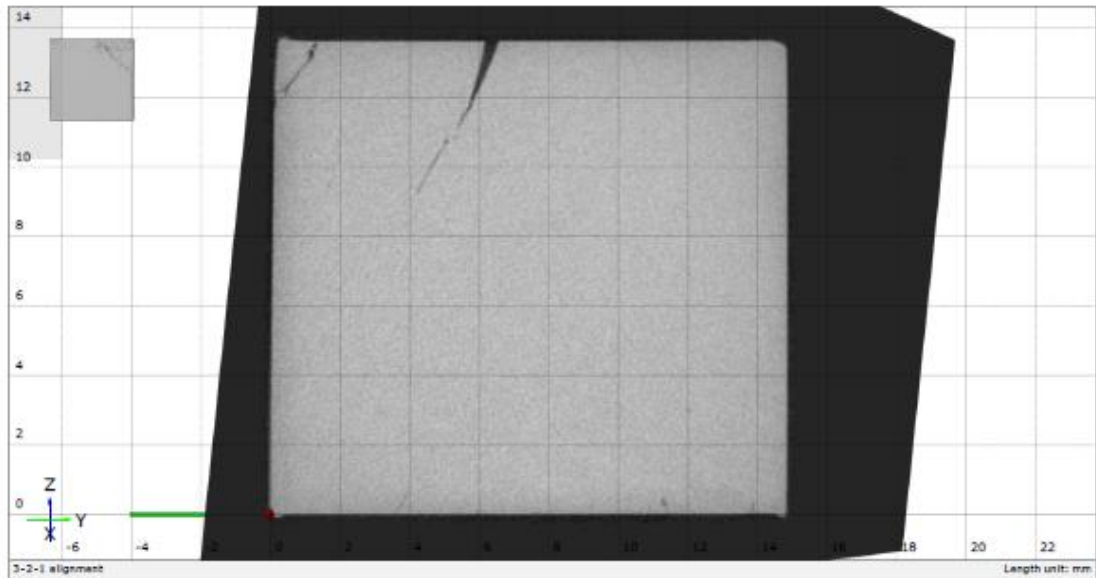
Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.





Presjek 1 u Y-Z ravnini

7/12

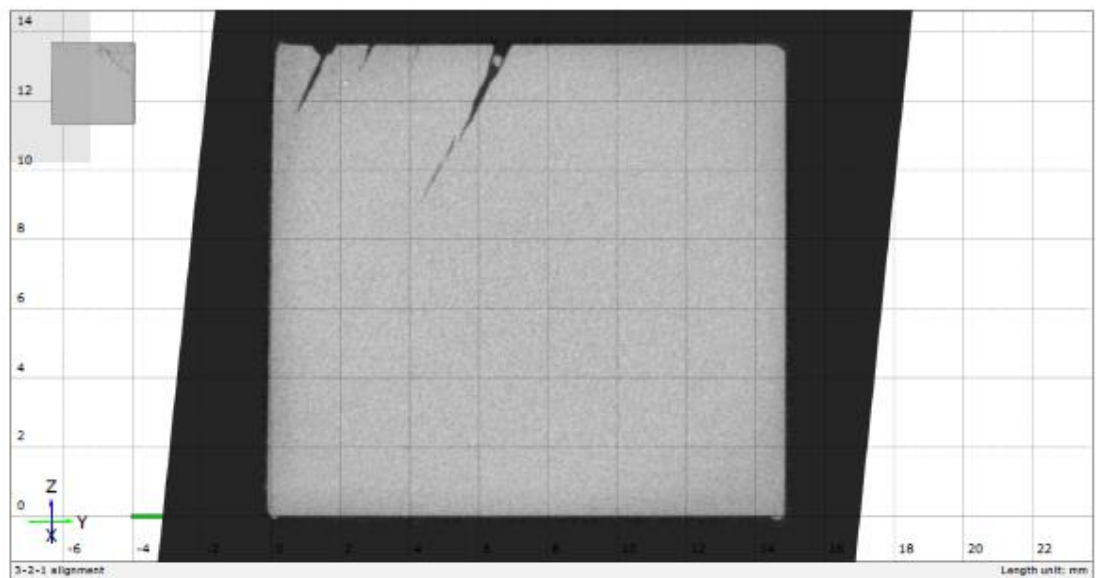


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Izkorišteno objavljivanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 2 u Y-Z ravnini

8/12

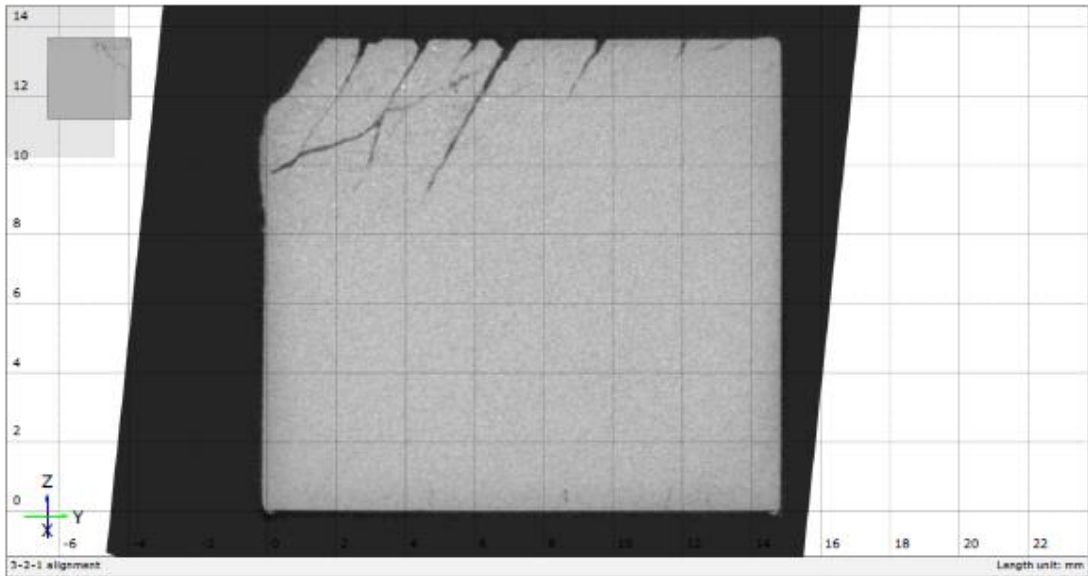


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Izkorišteno objavljivanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 3 u Y-Z ravnini

9/12

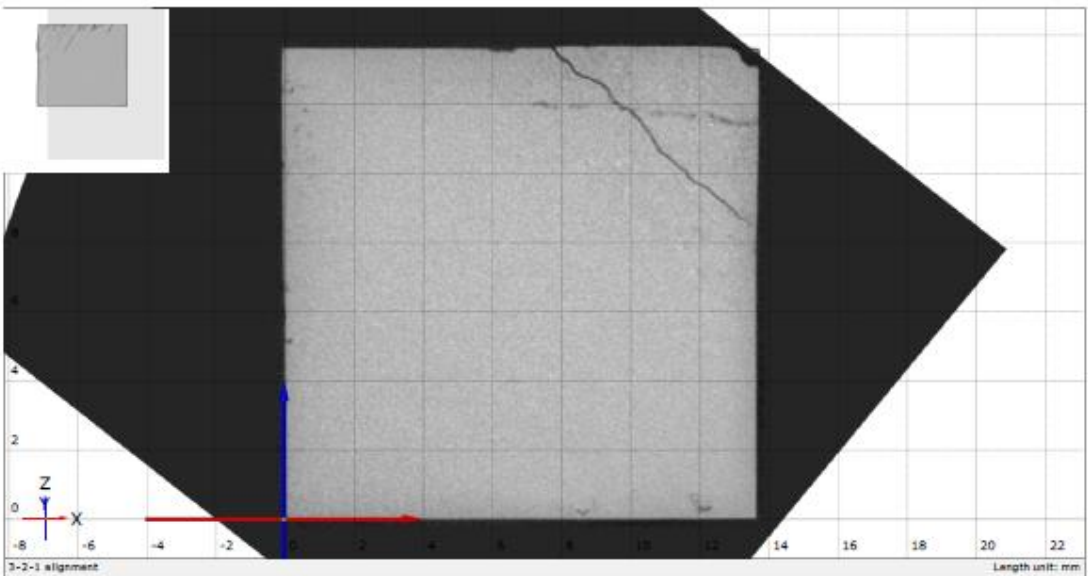


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelimično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 1 u X-Z ravnini

10/12

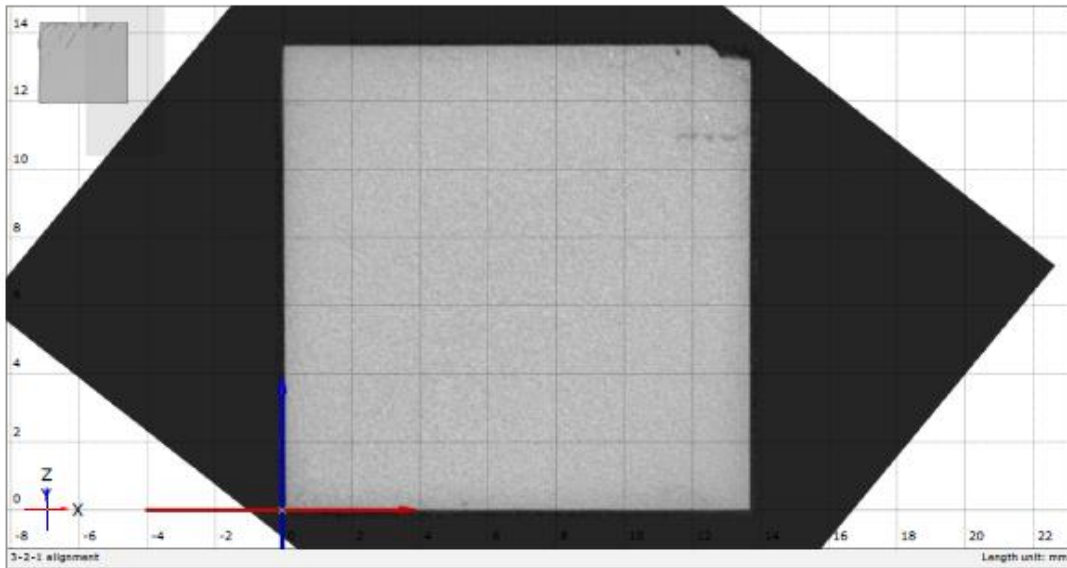


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelimično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 2 u X-Z ravnini

11/12

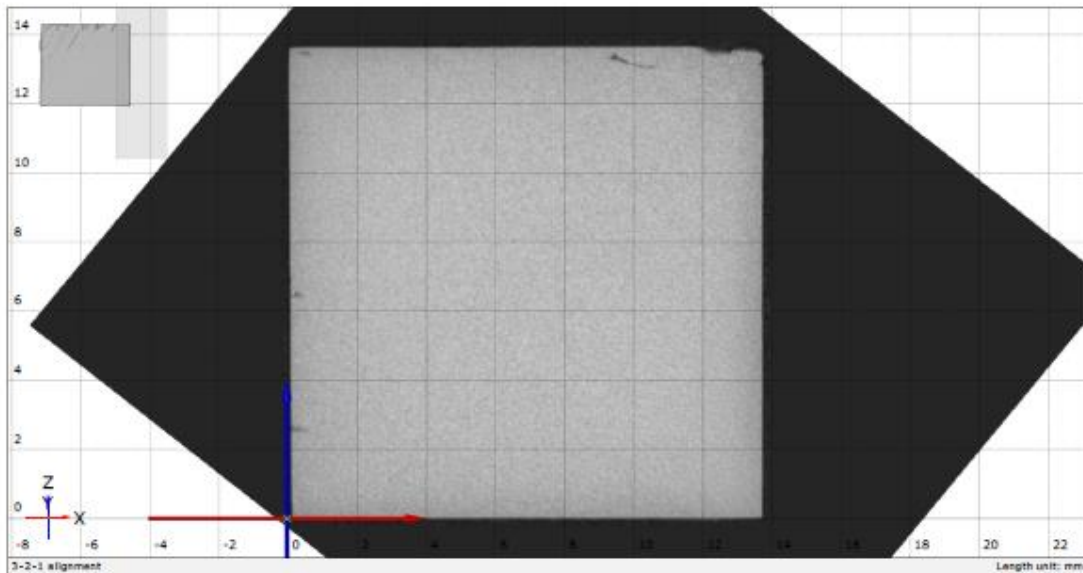


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 3 u X-Z ravnini

12/12



Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



## Izvešće o mjerenju: 2022-05-25-137

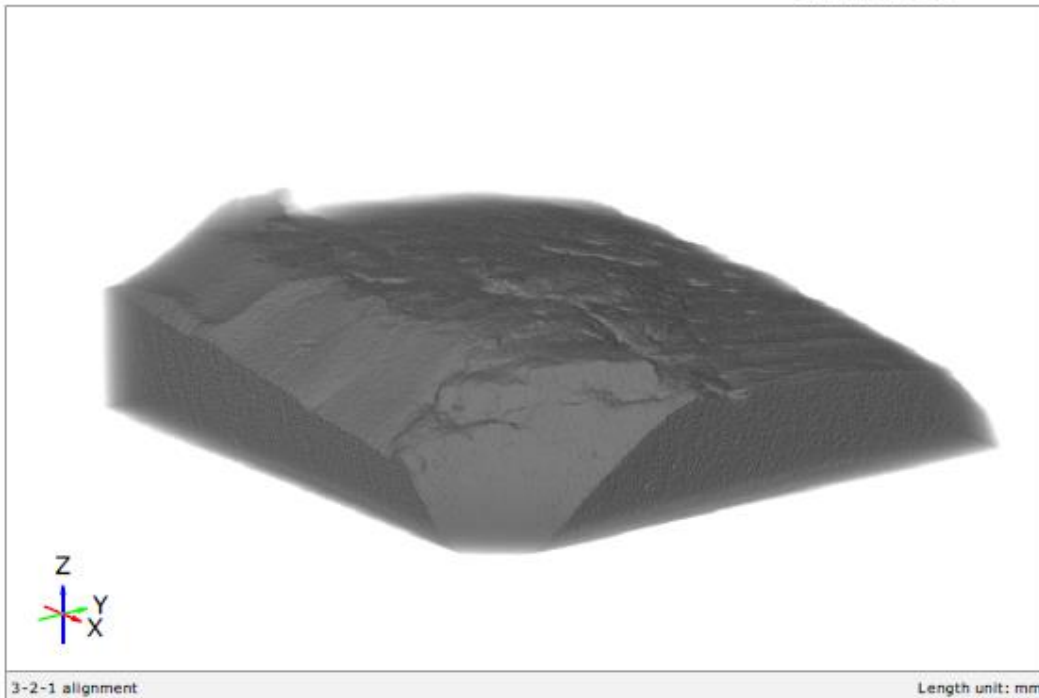


trodimenzionalno skeniranje, optički  
mjerni sustavi i računalna obrada d.o.o.

**Datum izdavanja:** 2022-05-27

**Izvešće izdao:** Luka Kurtalj, mag.ing.mech

Adresa: Industrijska ulica 3, Novaki  
HR-10431 Sveta Nedelja  
T: + 385 1 348 6010; F: + 385 1 589 9722  
E-mail: info@topomatika.hr  
IBAN: PGZ HR85 2340 0091 1100 8406 2  
ŽABA HRNS 2360 0001 1028 1902 3  
OIB./VAT: HRS1475743156



**Naručitelj:** Fakultet strojarstva i brodogradnje

**Predmet mjerenja:** Uzorak 30

**Datum mjerenja:** 2022-05-27

**Lokacija:** Industrijska ulica 3, Topomatika d.o.o

**Mjeritelj:** Luka Kurtalj, mag.ing.mech

**Rezultati mjerenja:** na stranicama 2 do 11

**Mjerni sustav:** Metrotom 6 Scout CT

**Mjerno područje:** Ø240 mm x 200 mm

**Serijski broj:** 21-000238

**Temperatura i vlažnost:** 20±1°C; 55%±10%

**Napomena:**

Ovaj dokument može se obnoviti samo u dijelovi. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



## Sadržaj

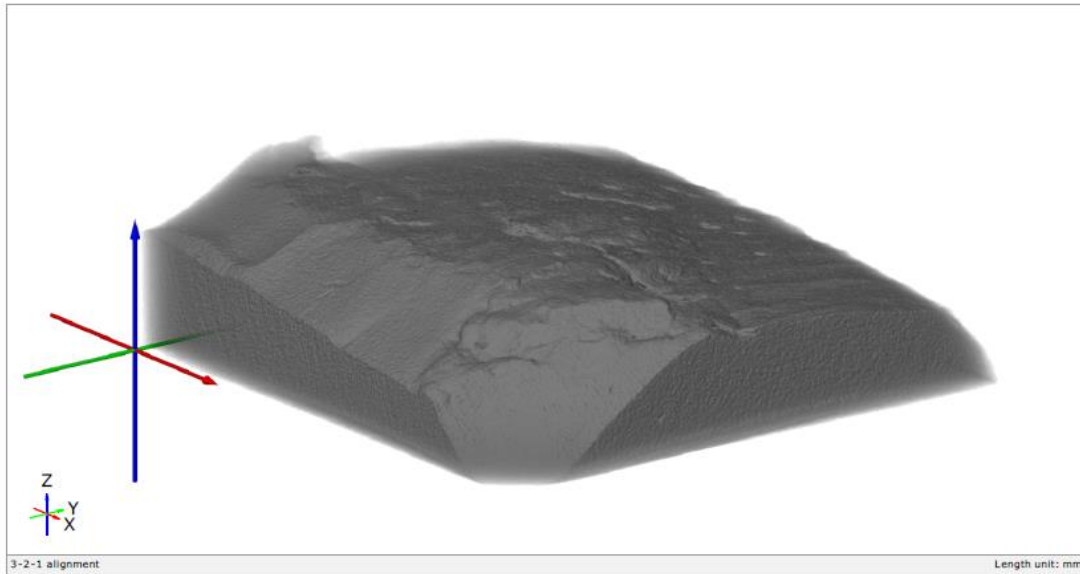
2/11

Naslovna	1
Sadržaj	2
Definicija koordinatnih osi	3
Presjek 1 u X-Y ravnini	4
Presjek 2 u X-Y ravnini	5
Presjek 1 u Y-Z ravnini	6
Presjek 2 u Y-Z ravnini	7
Presjek 3 u Y-Z ravnini	8
Presjek 1 u X-Z ravnini	9
Presjek 2 u Y-Z ravnini	10
Presjek 3 u Y-Z ravnini	11



Definicija koordinatnih osi

3/11

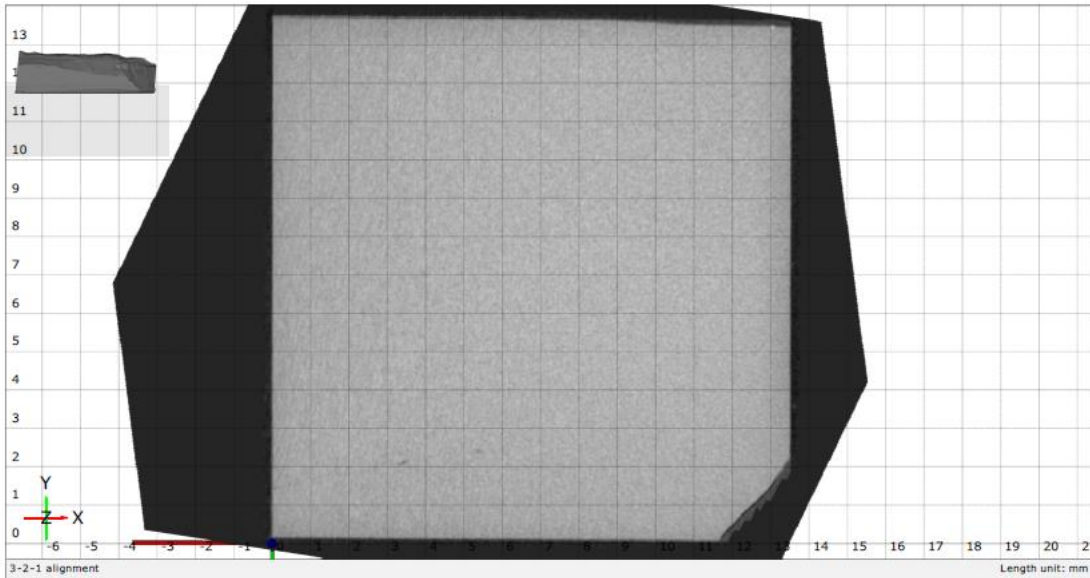


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatike d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 1 u X-Y ravnini

4/11

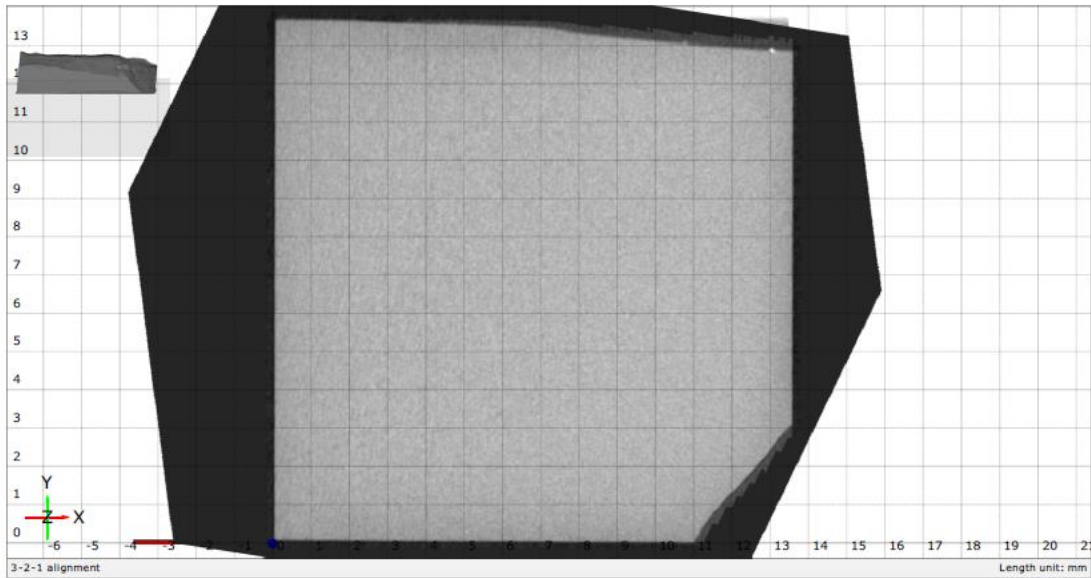


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cijelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatike d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 2 u X-Y ravnini

5/11

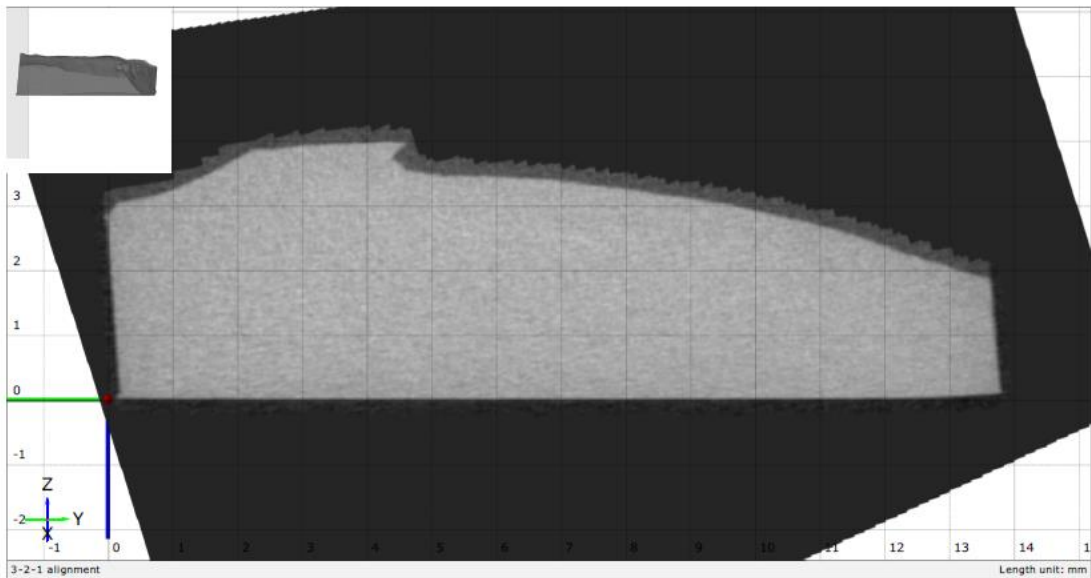


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 1 u Y-Z ravnini

6/11

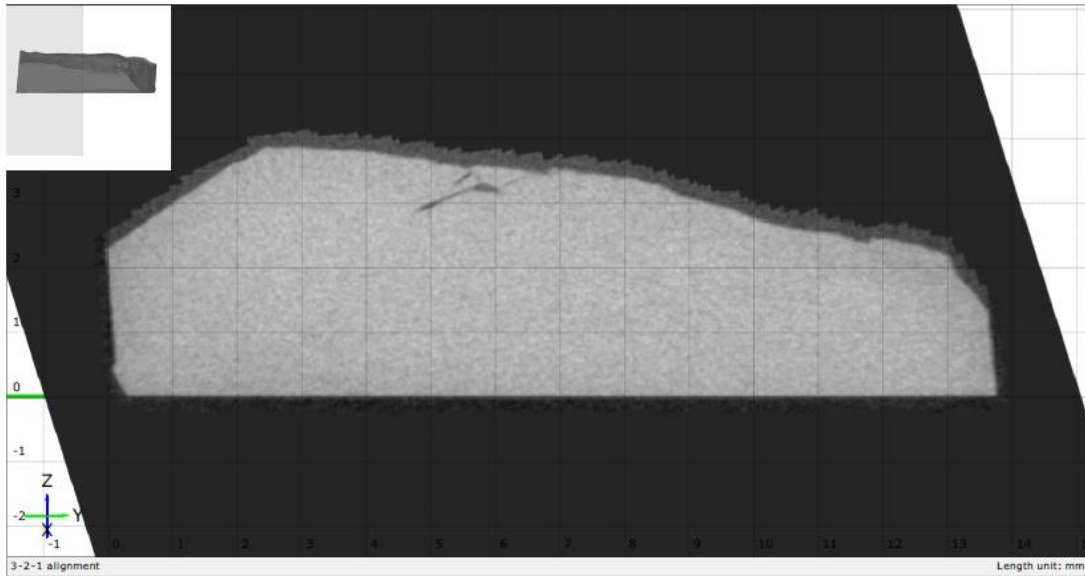


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 2 u Y-Z ravnini

7/11

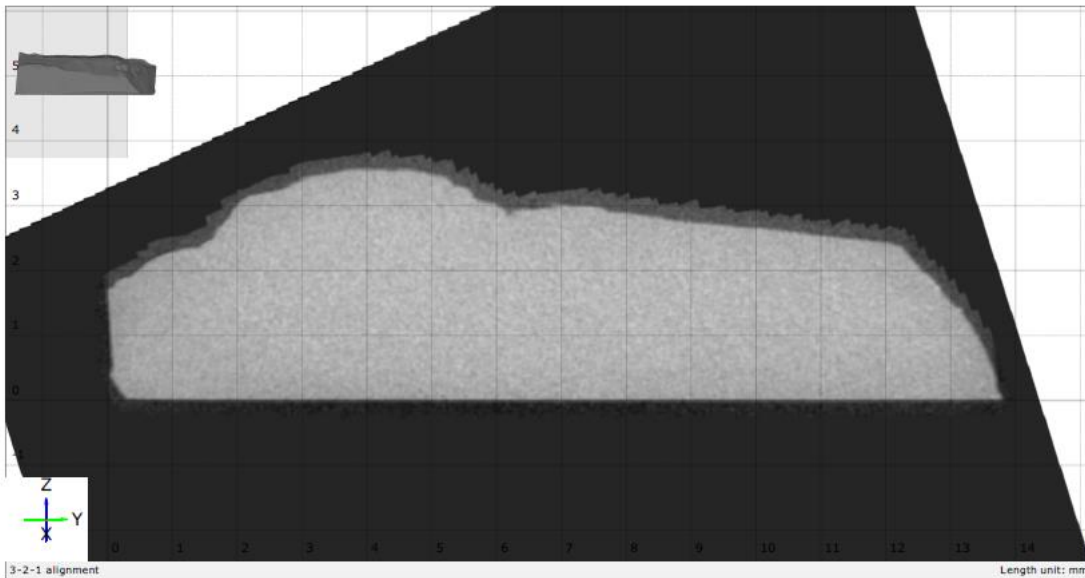


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 3 u Y-Z ravnini

8/11



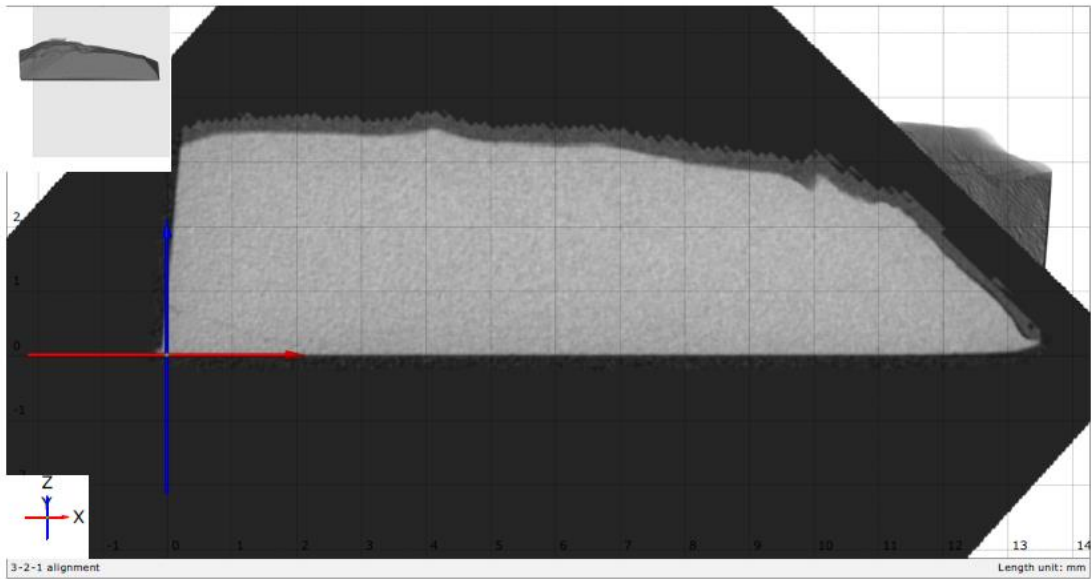
Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.





Presjek 1 u X-Z ravnini

9/11

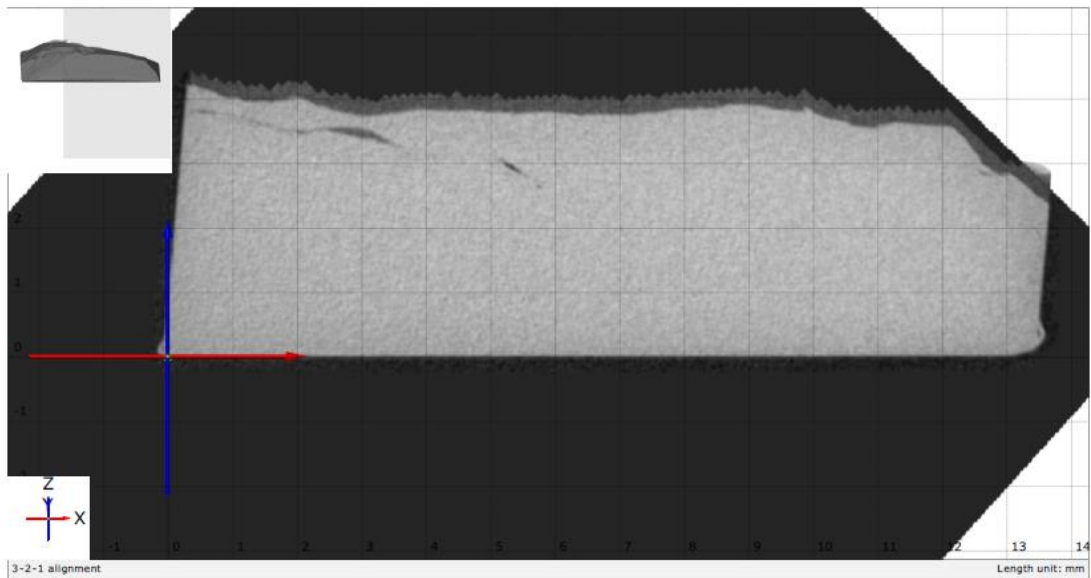


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje. This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 2 u Y-Z ravnini

10/11

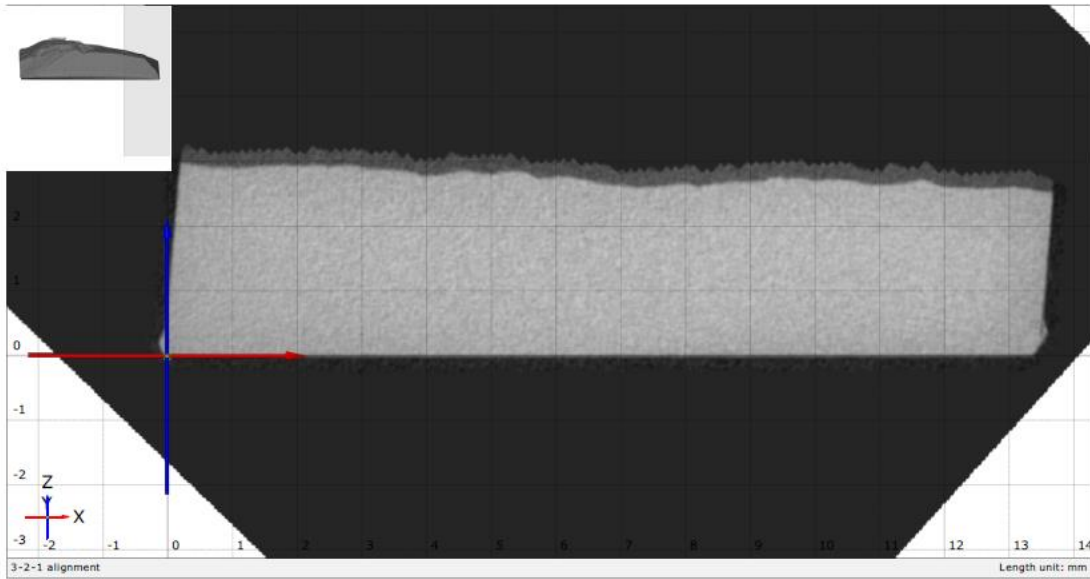


Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje. This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



Presjek 3 u Y-Z ravnini

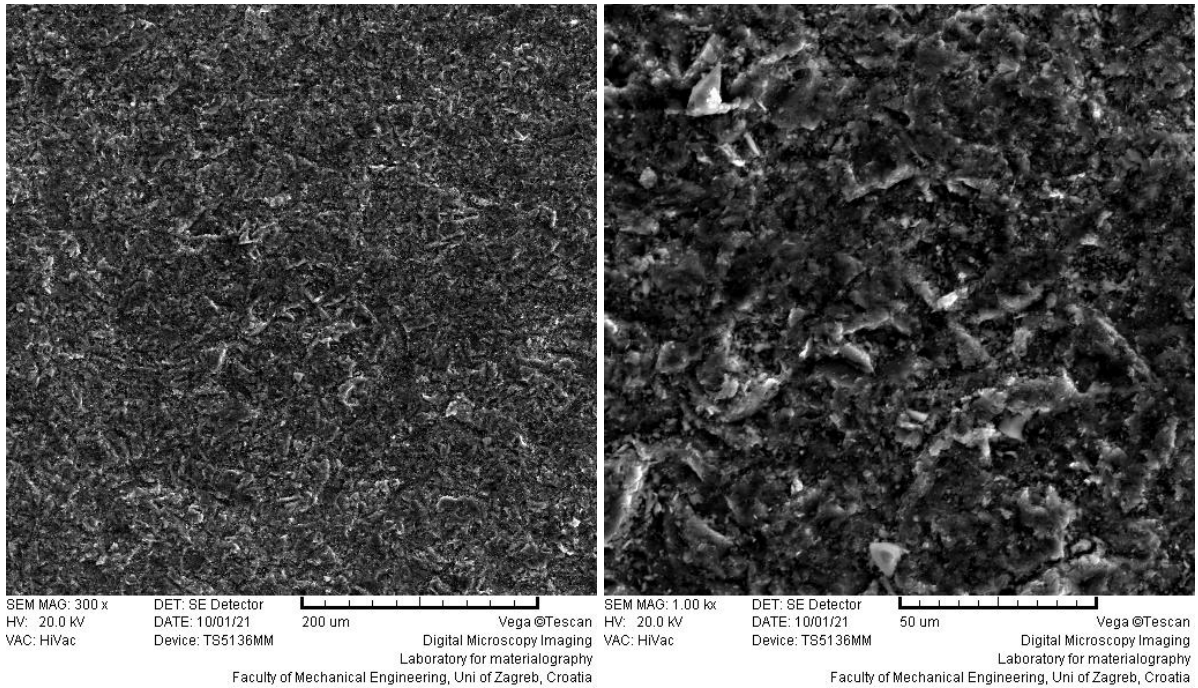
11/11



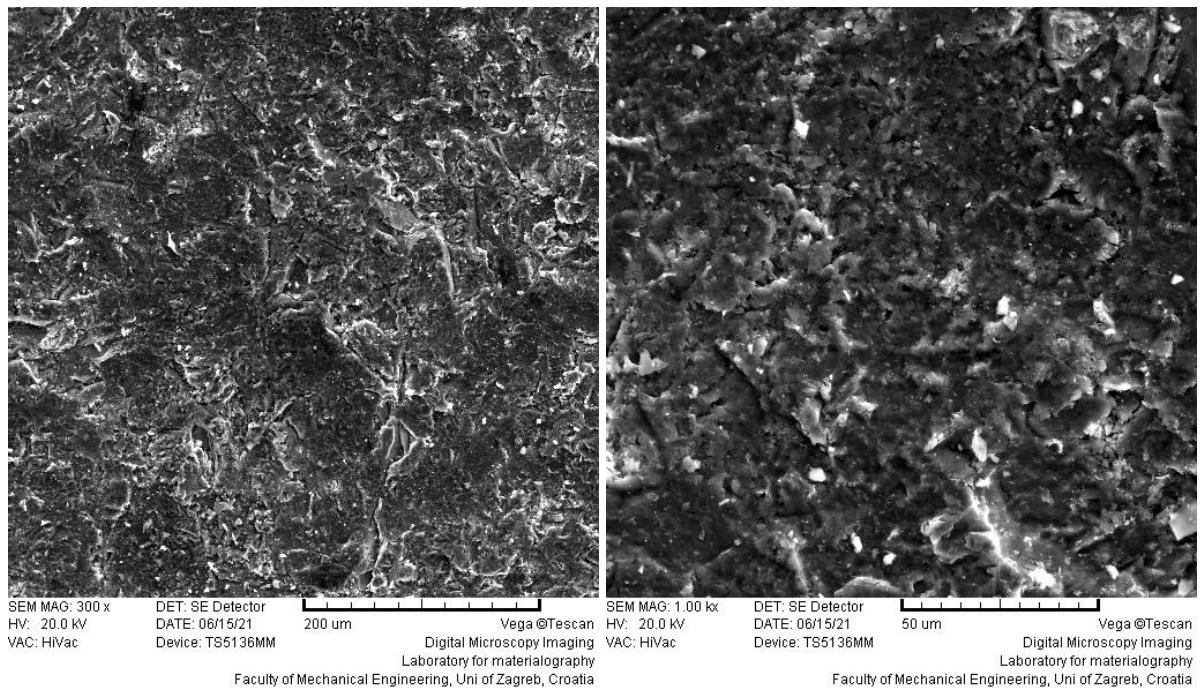
Ovaj dokument može se obnoviti samo u cjelosti. Djelomično obnavljanje moguće je samo uz pismeno odobrenje Topomatika d.o.o., uz navođenje broja pod kojim se vodi isto pismeno odobrenje.  
This document may be reproduced only in full. It may be partially reproduced only by written approval of the Topomatika d.o.o., together with the quotation of the reference number of the same written.



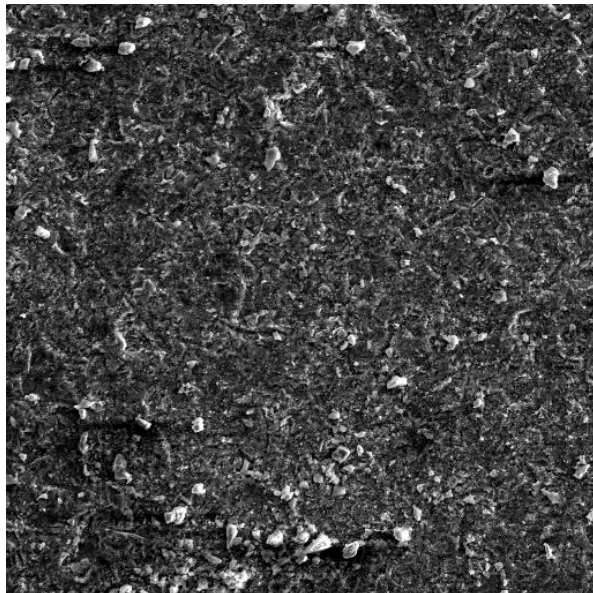
## SEM snimke erodiranih površina



SEM snimke erodirane površine legure, lijevano, kut 90°

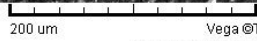


SEM snimke erodirane površine legura, 1× istisnuto, kut 90°



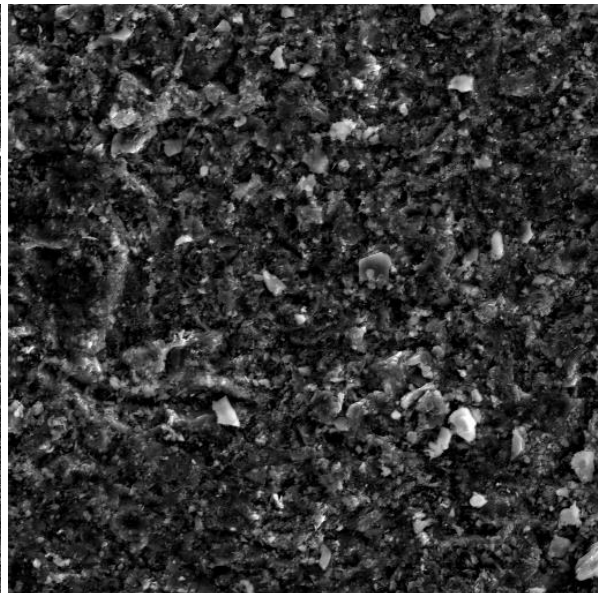
SEM MAG: 313 x  
HV: 20.0 kV  
VAC: HiVac

DET: SE Detector  
DATE: 10/01/21  
Device: TS5136MM



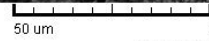
Vega@Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materialography

Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zagreb, Croatia



SEM MAG: 1.00 kx  
HV: 20.0 kV  
VAC: HiVac

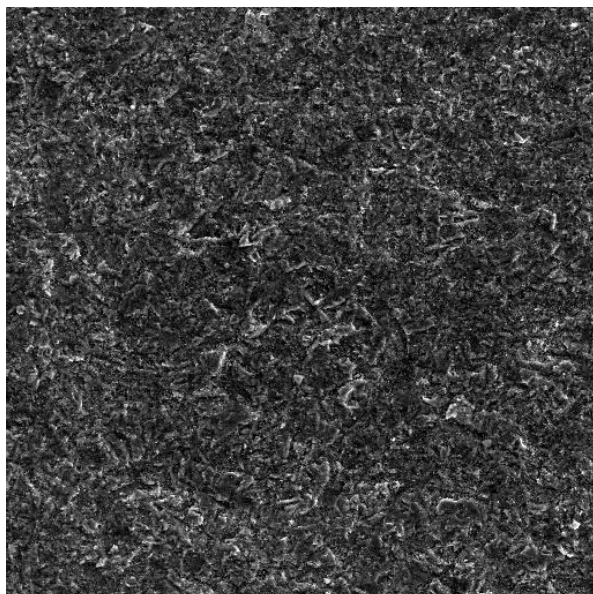
DET: SE Detector  
DATE: 10/01/21  
Device: TS5136MM



Vega@Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materialography

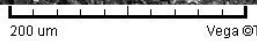
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zagreb, Croatia

SEM snimke erodirane površine legure, 2× istisnuto, kut 90°



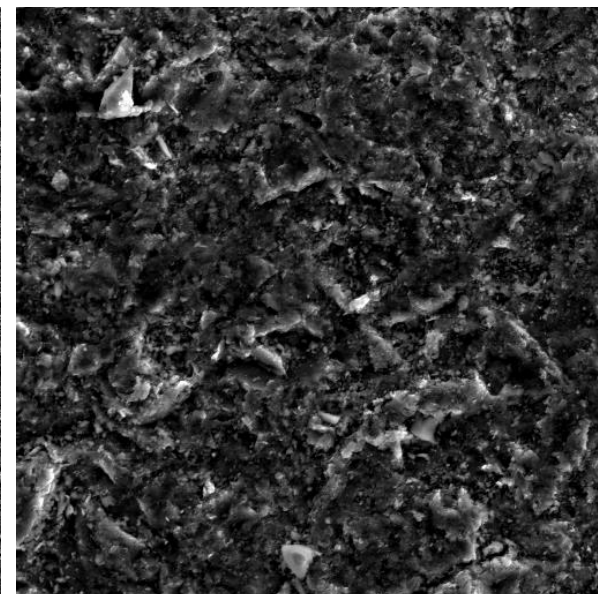
SEM MAG: 300 x  
HV: 20.0 kV  
VAC: HiVac

DET: SE Detector  
DATE: 10/01/21  
Device: TS5136MM



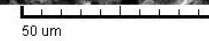
Vega@Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materialography

Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zagreb, Croatia



SEM MAG: 1.00 kx  
HV: 20.0 kV  
VAC: HiVac

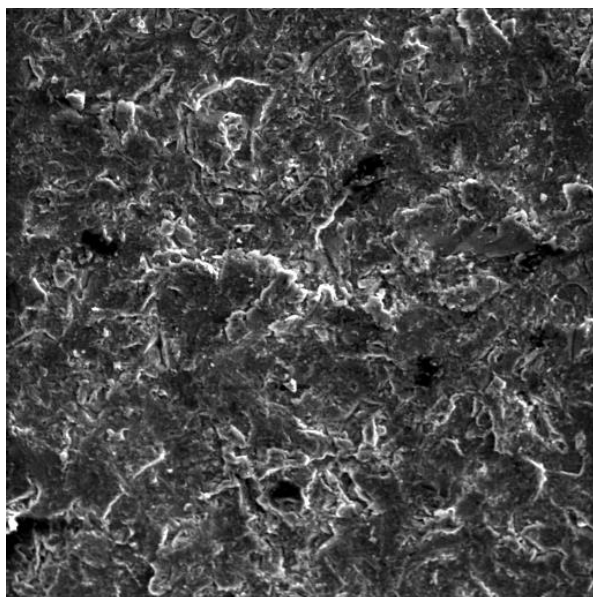
DET: SE Detector  
DATE: 10/01/21  
Device: TS5136MM



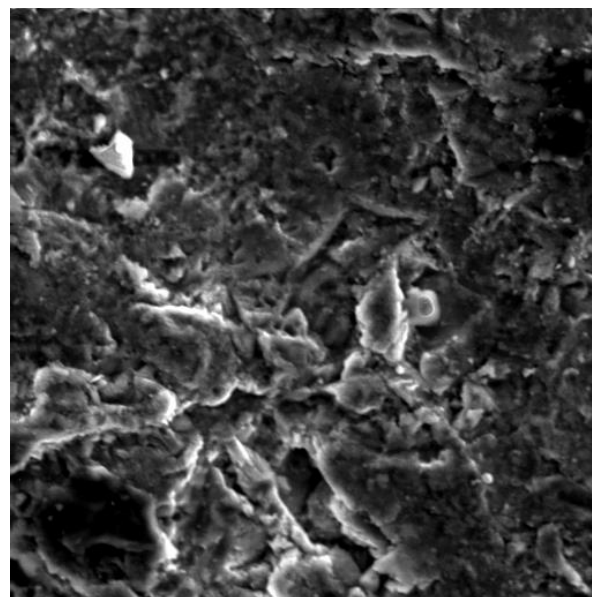
Vega@Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materialography

Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zagreb, Croatia

SEM snimke erodirane površine kompozita s 4 % FA, lijevano, kut 90°

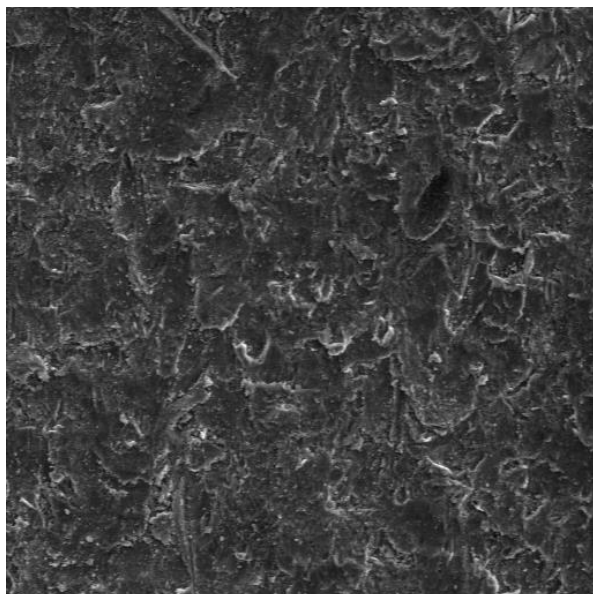


SEM MAG: 300 x  
HV: 20.0 kV  
VAC: HiVac  
DET: SE Detector  
DATE: 06/15/21  
Device: TS5136MM  
200 um  
Vega ©Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materialography  
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zagreb, Croatia

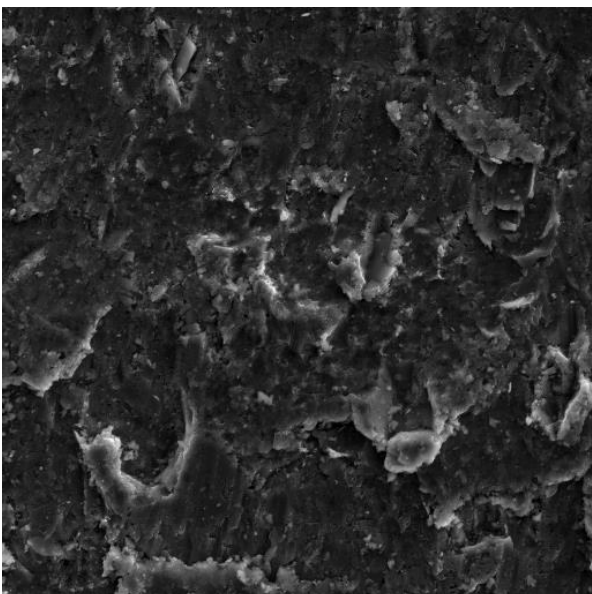


SEM MAG: 1.01 kx  
HV: 20.0 kV  
VAC: HiVac  
DET: SE Detector  
DATE: 06/15/21  
Device: TS5136MM  
50 um  
Vega ©Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materialography  
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zagreb, Croatia

SEM snimke erodirane površine kompozita s 4 % FA, 1× istisnuto, kut 90°

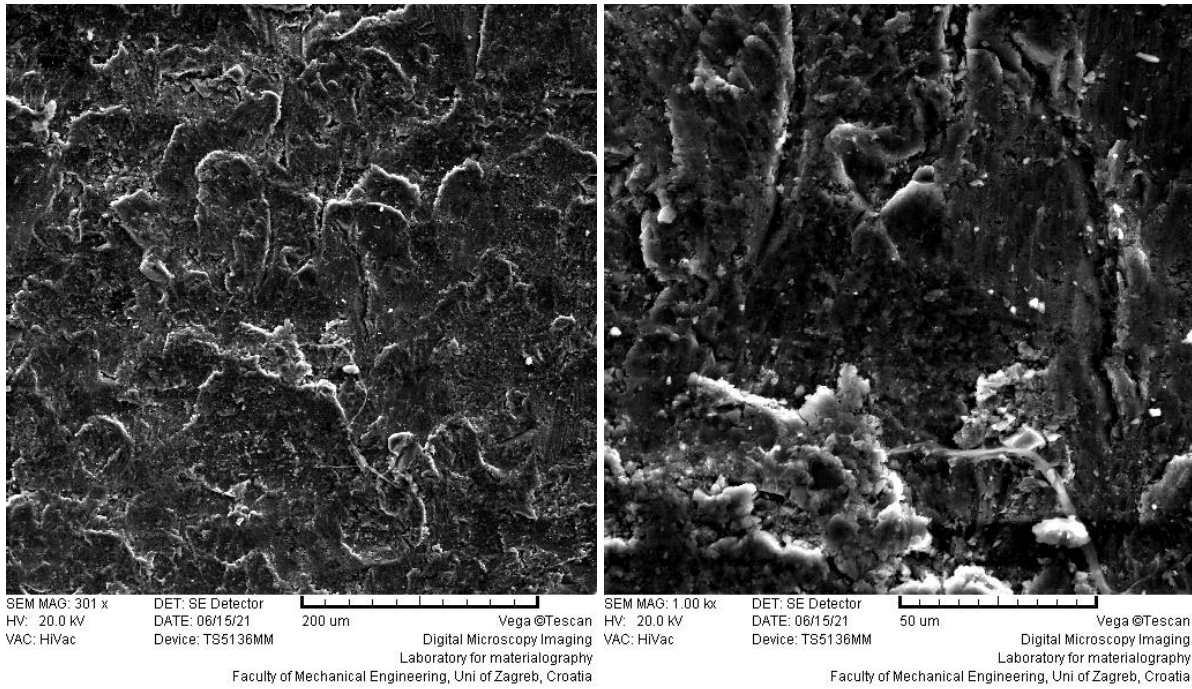


SEM MAG: 310 x  
HV: 20.0 kV  
VAC: HiVac  
DET: SE Detector  
DATE: 06/15/21  
Device: TS5136MM  
200 um  
Vega ©Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materialography  
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zagreb, Croatia

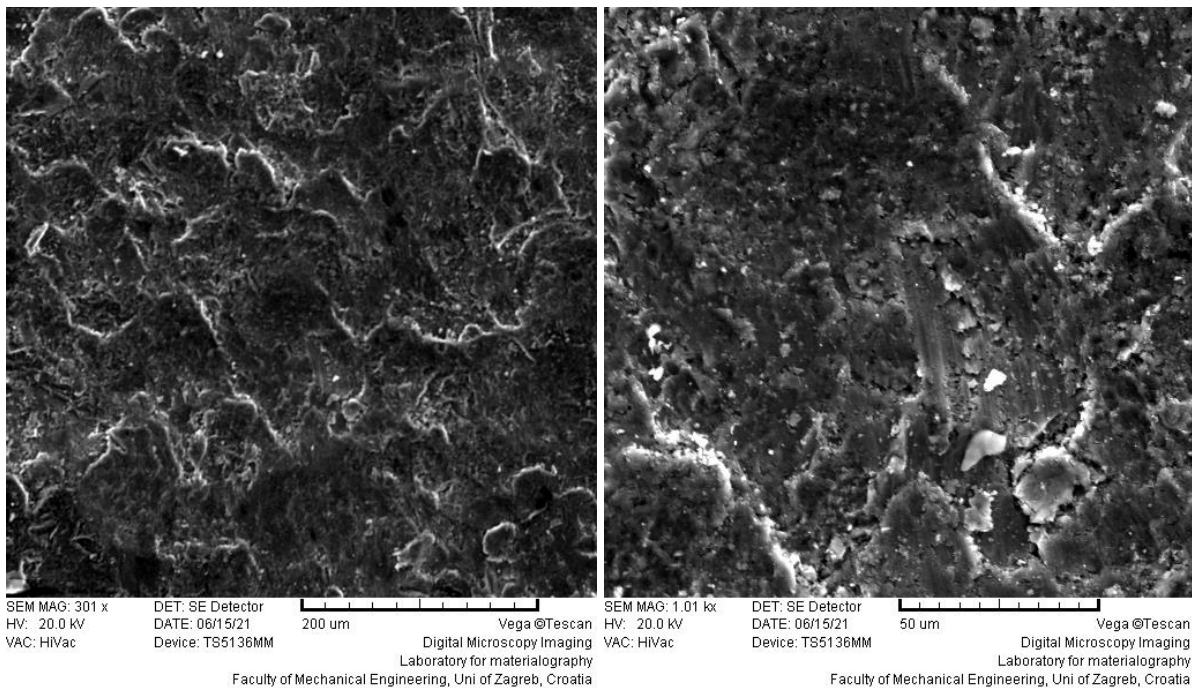


SEM MAG: 1.00 kx  
HV: 20.0 kV  
VAC: HiVac  
DET: SE Detector  
DATE: 06/15/21  
Device: TS5136MM  
50 um  
Vega ©Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materialography  
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zagreb, Croatia

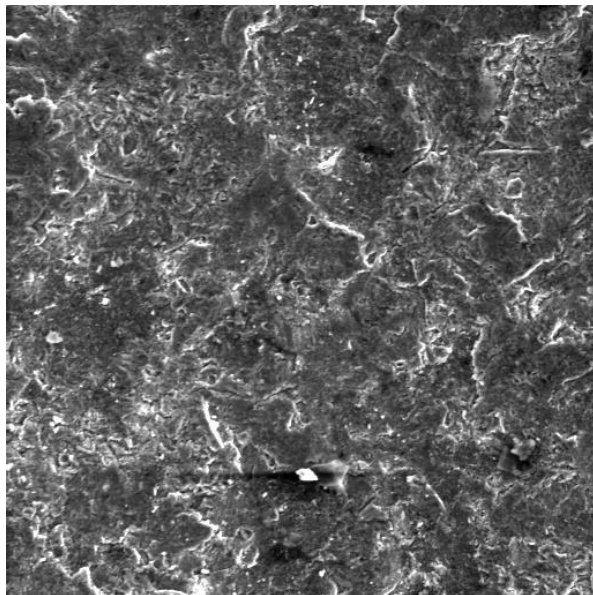
SEM snimke erodirane površine kompozit s 4 % FA, 2× istisnuto, kut 90°



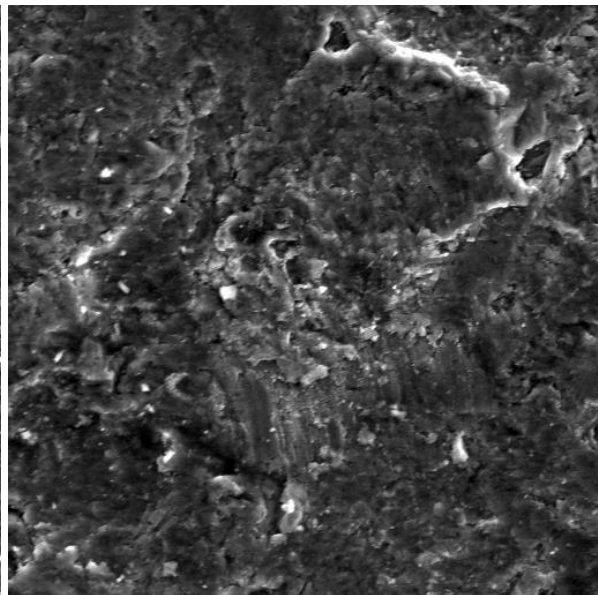
SEM snimke morfologije površine legure, lijevano, kut 30°



SEM snimke erodirane površine legure, 2× istisnuto, kut 30°

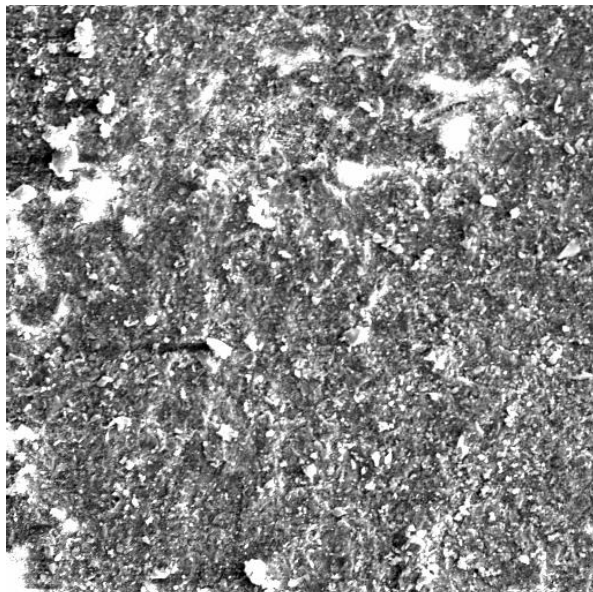


SEM MAG: 301 x  
HV: 20.0 kV  
VAC: HiVac  
DET: SE Detector  
DATE: 06/17/21  
Device: TS5136MM  
200 um  
Vega ©Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materialography  
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zagreb, Croatia

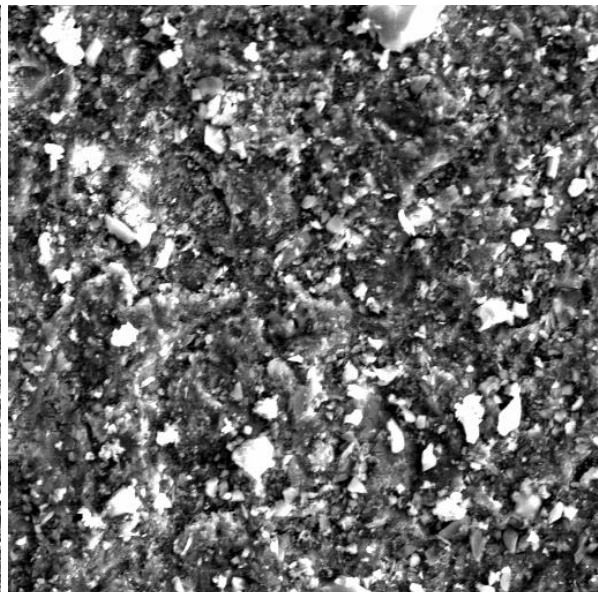


SEM MAG: 1.00 kx  
HV: 20.0 kV  
VAC: HiVac  
DET: SE Detector  
DATE: 06/17/21  
Device: TS5136MM  
50 um  
Vega ©Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materialography  
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zagreb, Croatia

SEM snimke morfologije površine kompozita sa 6 % FA, lijevano, kut 30°

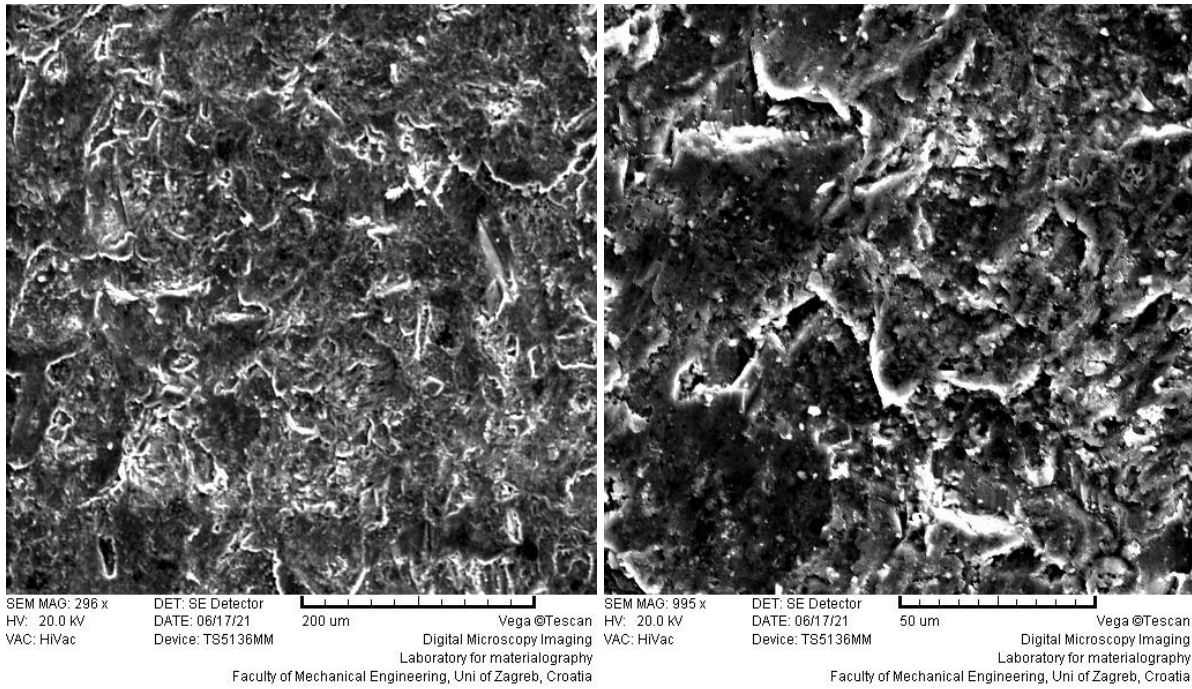


SEM MAG: 306 x  
HV: 20.0 kV  
VAC: HiVac  
DET: SE Detector  
DATE: 10/01/21  
Device: TS5136MM  
200 um  
Vega ©Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materialography  
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zagreb, Croatia



SEM MAG: 1.00 kx  
HV: 20.0 kV  
VAC: HiVac  
DET: SE Detector  
DATE: 10/01/21  
Device: TS5136MM  
50 um  
Vega ©Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materialography  
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zagreb, Croatia

SEM snimke morfologije površine kompozita sa 6 % FA, 1× istisnuto, kut 30°



SEM snimke morfologije površine kompozita sa 6 % FA, 2× istisnuto, kut 30°



## ŽIVOTOPIS

Muslić (rođ. Bejdić) Merima rođena je 3. prosinca 1977. godine u Bosanskom Petrovcu, Bosna i Hercegovina. S roditeljima se 1980. doselila u Bihać, BiH, gdje je 1992. godine završila osnovnu, a potom 1996. godine i „Gimnaziju Bihać“, kao učenik generacije. Po završetku srednje škole upisuje VII stupanj „Mašinskog fakulteta“ u Bihaću, koji je naknadno preimenovan u „Tehnički fakultet Bihać“. Tijekom studija u trajanju od X semestara postigla je odličan uspjeh s prosječkom ocjena od 9,32 i stekla status studenta generacije s pravom direktnog upisa na poslijediplomski magistarski studij. Diplomski rad pod nazivom „Pogonom orijentirano programiranje procesa struganja na CNC alatnim mašinama“, pod mentorstvom prof. dr. sc. Milana Jurkovića obranila je 2001. godine i stekla zvanje diplomiranog inženjera strojarstva, nakon čega počinje raditi u JU „Mašinsko-saobraćajnoj mješovitoj srednjoj školi Bihać“ kao predavač stručnih predmeta. U periodu od 2013. do 2015. godine radi kao ravnateljica iste škole s 52 zaposlenika i preko 600 učenika.

Magistarski rad pod nazivom „Istraživanje tribološkog stanja procesa plastičnog oblikovanja“, uz podršku istog mentora, obranila je 2. rujna 2011. godine i stekla zvanje magistra tehničkih znanosti.

U 2016. godini napušta posao u srednjoj školi i zajedno sa suprugom osniva tvrtku „E-PRO“ d.o.o. za projektiranje, inženjering i tehničko savjetovanje u kojoj je zaposlena na poslovima projektanta i danas.

Od 2016. godine je, također, angažirana pri Tehničkom fakultetu Bihać kao viši asistent u području općeg strojarstva.

Udana je i majka dvojice sinova.

## **BIOGRAPHY**

Muslić (née Bejdić) Merima was born on December 3rd, 1977 in Bosanski Petrovac, Bosnia and Herzegovina. In 1980, she moved with her parents to Bihać, Bosnia and Herzegovina, where she completed elementary school in 1992, and then in 1996, "Gymnasium - Bihać", as a student of the generation. After finishing high school, she enrolled in the VII degree of the "Faculty of Mechanical Engineering" in Bihać, which was later renamed the "Technical Faculty – Bihać". During her X semester studies, she achieved excellent results with an average grade of 9.32 and gained the status of a student of the generation with the right to direct enrollment in a postgraduate master's degree. Diploma thesis entitled "Production line-oriented programming of the turning process on CNC machine tools", under the supervision of Prof. Milan Jurković, PhD defended in 2001 and obtained the title of mechanical engineer, after which she started working at the "Mašinsko-saobraćajna mješovita srednja škola Bihać" as a teacher of professional subjects. In the period from 2013 to 2015, she worked as the director of the same school with 52 employees and over 600 students.

With the support of the same mentor, she defended her master's thesis entitled "Investigation of the tribological state of the plastic deformation processes" on September 2nd, 2011, and obtained the title of Master of Technical Sciences.

In 2016, she left her job at the high school and founded the company d.o.o. "E-PRO" for design, engineering and technical consulting, together with her husband, where she is employed as a mechanical designer even today.

Since 2016, she has also been engaged at the Technical Faculty of Bihać as a senior assistant in the field of general mechanical engineering.

Married, mother of two sons.

## POPIS OBJAVLJENIH RADOVA

1. Muslić, Merima; Orešković, Luka; Rede, Vera; Maksimović, Vesna. Indentation Size Effect of Composite A356 + 6 % FA Subjected to ECAP // *Metals*, 12(5) (2022), 821, 10 (međunarodna recenzija, članak, znanstveni) <https://doi.org/10.3390/met12050821>
2. Čavar, Iva; Lukšić, Helena; Muslić, Merima; Rede, Vera. Usporedba mikrostrukture i svojstava ekstrudiranih Al-legura iz serije 6000 // *CONFERENCE PROCEEDINGS - 22nd International Conference on Materials, Tribology & Recycling / Bušić, Matija ; Leder Horina, Jasna ; Tropša, Vlado (ur.)*. Zagreb: HDMT – Hrvatsko Društvo za Materijale i Tribologiju, 2022. str. 83-93 (poster, međunarodna recenzija, cjeloviti rad (in extenso), znanstveni)
3. Muslić, Merima; Vera, Rede; Maksimović, Vesna. Solid particle erosion resistance of Al alloy and Al alloy-fly ash composite subjected to equal- channel angular pressing // *Metallurgical and Materials Engineering*, 27 (2021), 1; 15-26 doi:10.30544/624 (međunarodna recenzija, članak, znanstveni) <https://doi.org/10.30544/624>
4. Muslić, Merima; Maksimović, Vesna; Bobić, Ilija, Lijevanje kompozita na bazi Al-legure 2024 s dodatkom 4% lebdećeg pepela prikladnog za obradu plastičnom deformacijom // *Proceedings Book of the 17th International Foundrymen Conference, Hi-Tech Casting Solution and Knowledge Based Engineering / Dolić, Natalija ; Zovko Brodarac, Zdenka ; Begić Hadžipašić, Anita (ur.)*. Zagreb: University of Zagreb, Faculty of Metallurgy, 2018. str. 364-371 (poster, međunarodna recenzija, cjeloviti rad (in extenso), znanstveni)
5. Jelenski, Antonio Dominik; Muslić, Merima; Rede, Vera, Ispitivanje abrazijskog trošenja tehnički čistog aluminijske legure AA 2024 // *Proceedings Book of the 17th International Foundrymen Conference, Hi-Tech Casting Solution and Knowledge Based Engineering / Dolić, Natalija ; Zovko Brodarac, Zdenka ; Begić Hadžipašić, Anita (ur.)*. Zagreb: University of Zagreb, Faculty of Metallurgy, 2018. str. 280-286 (poster, međunarodna recenzija, cjeloviti rad (in extenso), znanstveni)
6. Begić, Razija; Muslić, Damir; Muslić, Merima, Ispitivanje mašinskih konstrukcija // *Zbornik sažetaka XI međunarodne naučne konferencije o proizvodnom inženjerstvu / Hodžić, Atif ; Omer, Salah e. ; Hodžić, Damir (ur.)*. Bihać: Bigraf Bihać, 2017. str. 81-86 (ostalo, međunarodna recenzija, cjeloviti rad (in extenso), stručni)
7. Muslić, Merima; Maksimović, Vesna; Rede, Vera; Šokčević, Zrinka Utjecaj dodatka lebdećeg pepela i plastične deformacije na korozivnu otpornost Al-legure // *Abstracts*

- Book and Proceedings on USB of International Conference on Materials, Tribology, Recycling, MATRIB 2016 / Žmak, Irena ; Aleksandrov Fabijanić, Tamara ; Ćorić, Danko (ur.). Zagreb: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, 2016. str. 271-277 (predavanje, međunarodna recenzija, cjeloviti rad (in extenso), znanstveni)
8. Jurković, Milan; Pašalić Said; Muslić Merima, Određivanje sile i koeficijenta trenja pri procesu dubokog izvlačenja lima // Development and Modernization of Production RIM 2011 / doc.dr Atif Hodžić, Prof. dr. Milan Jurković, Prof. dr Ismet Bišćević (ur.).Bihać, 2011. str. 43-48 (predavanje, međunarodna recenzija, cjeloviti rad (in extenso), znanstveni)
  9. Jurković, Milan; Muslić Merima, MATHEMATICAL MODELING OF FRICTION FORCE AND FRICTION COEFFICIENT AT DEEP DRAWING PROCESS // Trends in the Development of Machinery and Associated Technology TMT2011 / Dr. Sabahudin Ekinović, Dr. Joan Vivancos Calvet, Dr. Emin Tacer (ur.). Prag, Češka Republika, 2011. str. 105-108 (predavanje, međunarodna recenzija, cjeloviti rad (in extenso), znanstveni)
  10. Jurković, Milan; Muslić, Merima; Muslić, Damir, Modelling and Simulation of the Cold Direct Extrusion Force // Programme and Abstract of the Fourteenth International Scientific Conference AMME-2006 / L.A.Dobrzanski (ur.). Gliwice-Wisla, 2006. (poster, međunarodna recenzija, sažetak, ostalo)
  11. Jurković, Milan; Karabegović, Isak; Bejdić, Merima, Models and Algoritams for the Machining Systems Layout in Computer Integrated Manufacturing // Trends in the Development of Machinery and Associated Technology, Antalya, Turska, 2005. str. 499-502 (predavanje, međunarodna recenzija, cjeloviti rad (in extenso), znanstveni)
  12. Jurković, Milan; Muslić, Merima; Muslić, Damir, Application of 3D Printers for Rapid Prototyping // 55. međunarodna konferencija o proizvodnji, inženjeringu, razvoju i modernizaciji proizvodnje Matematsko modeliranje mehaničkih oscilacija primjenom fenomenološke analize : knjiga sažetaka = 55th International Conference of Producing Engineering, Development and Modernization of Production (RIM 2005) Mathematical modeling of mechanical oscillations by applying phenomenological analysis : abstracts / Karabegović, Isak; Jurković, Milan; Doleček, Vlatko (ur.). Bihać: Društvo za robotiku, 2005. (poster, sažetak, znanstveni)
  13. Karabegović, Isak; Jurković, Milan; Bejdić, Merima, Mathematical modeling of the Main Cutting Force at Turning // *Mechanika*, 47 (2004), 3; 59-63 (podatak o recenziji nije dostupan, članak, znanstveni)