Hladno izostatsko prešanje

Budim, Ružica

Undergraduate thesis / Završni rad

2017

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:235:041664

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-03-29**

Repository / Repozitorij:

Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb







SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Ružica Budim

Zagreb, 2017.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Mentor: Student:

Prof. dr. sc. Zdravko Schauperl Ružica Budim

Zagreb, 2017.

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

Zahvaljujem se mentoru prof. dr. sc. Zdravku Schauperlu na ukazanom povjerenju i podršci prilikom pisanja rada te dr.sc. Mateji Šnajdar Musa na stručnim savjetima i pomoći prilikom izrade rada.

Posebno se zahvaljujem svojim roditeljima na razumijevanju, pomoći i potpori tijekom cijelog školovanja.

Ružica Budim

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE
Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za završne i diplomske ispite studija zrakoplovstva

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Ružica Budim** Mat. br.: 0035190996

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Hladno izostatsko prešanje aluminijskog praha**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Cold Isostatic Pressure of Aluminium Powder**

Opis zadatka:

U proizvodnji zrakoplova aluminij i aluminijske legure još uvijek predstavljaju najznačajniji metal. Razlog tome je niska gustoće aluminija uz relativno dobra mehanička svojstva. Uz standardne tehnologije izrade dijelova od aluminija sve veći značaj danas ima metalurgija praha.
U uvodnom dijelu rada potrebno je navesti legure aluminija koje se najčešće koriste u zrakoplovstvu te opisati njihovu strukturu i osnovna mehanička svojstva. Dodatno, potrebno je opisati i objasniti postupke metalurgije praha koji se koriste u izradi aluminijskih dijelova u zrakoplovstvu.
U eksperimentalnom dijelu rada potrebno je karakterizirati aluminijski prah te postupkom hladnog izostatskog prešanja (CIP) konsolidirati uzorke za laboratorijska ispitivanja varirajući parametre prešanja. Dostupnim laboratorijskim metodama potrebno je ispitati dobivenu gustoću, mikrostrukturu i osnovna mehanička svojstva prešanih aluminijskih uzoraka.
Na temelju dobivenih rezultata potrebno je donijeti zaključke o utjecaju korištenih parametara hladnog izostatskog prešanja na mikrostrukturu a time i na svojstva dobivenih aluminijskih uzoraka.
U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:

30. studenog 2016

Zadatak zadao:

Prof.dr.sc. Zdravko Schauperl

Rok predaje rada:
1. rok: 24. veljače 2017.
2. rok (izvanredni): 28. lipnja 2017
3. rok: 22. rujna 2017.

Predviđeni datumi obrane:
1. rok: 27.2. - 03.03. 2017.
2. rok (izvanredni): 30. 06. 2017.
3. rok: 25.9. - 29. 09. 2017.

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Ivica Smojver

SADRŽAJ

SADRŽAJ I
POPIS SLIKA II
POPIS TABLICA II
POPIS OZNAKA IV
SAŽETAK V
SUMMARY VI
1. Uvod 1
2. Opća svojstva aluminija i aluminijevih legura 2
2.1. Aluminijeve legure u zrakoplovnoj industriji 4
3. Metalurgija praha 8
3.1. Općenito 8
3.1.1. Konvencionalni postupci metalurgije praha 10
3.1.2. Postupci kojima se postižu teoretske gustoće 11
3.2. Proizvodnja metalnih prahova 11
3.3. Karakteristike praha 13
3.3.1. Kemijska svojstva praha 14
3.3.2. Fizikalna svojstva praha 14
3.3.3. Metalurška svojstva praha 15
3.4. Kompaktiranje praha i postupci konsolidacije 15
3.4.1. Jednoosno kompaktiranje 16
3.4.2. Hladno izostatsko prešanje 18
3.4.3. Toplo izostatsko prešanje 21
3.5. Sinteriranje 22
3.5.1. Sinteriranje u krutom stanju 23
3.5.2. Sinteriranje u tekućoj fazi 23
3.6. Sinterirani materijali u zrakoplovstvu 24
3.6.1. Sinterirane superlegure 24
3.6.2. Sinterirane legure aluminija 25
3.6.3. Sinterirane legure titana 26
3.6.4. Sinterirani kompozitni materijali 27
4. Eksperimentalni dio 28
4.1. Izrada uzoraka 28
4.2. Metalografska priprema uzoraka 31
4.3. Gustoća 33
4.4. Mikrostruktura konsolidiranih uzoraka 33
4.5. Mikrotvrdoća 36
5. Zaključak 40
LITERATURA 41

POPIS SLIKA

Slika 1 Dijelovi zrakoplova izrađeni od Al-legura [3] 4
Slika 2 Dijelovi zrakoplova izrađeni od Al-legura [3] 5
Slika 3 Dijelovi krila izrađeni od legura 7XXX [9] 6
Slika 4 Osnovne tehnološke operacije konvencionalnih postupaka metalurgije 10
Slika 5 Vrste kompaktiranja [6] 10
Slika 6 Postupak atomizacije: a) plinom, b) vodom, c) centrifugalna s rotirajućim diskom, d) rotirajućom potrošnom elektrodom[5] 13
Slika 7 Oblici čestica praha i metode njihova dobivanja [5] 14
Slika 8 Aluminijski prah promatran SEM [7] 15
Slika 9 Promjena u rasporedu čestica i obliku tijekom kompaktiranja [5] 16
Slika 10 Postupak jednoosnog kompaktiranja u kalupu [4] 17
Slika 11 Shematski prikaz uređaja za prešanje praha CIP postupkom [5] 19
Slika 12 Shematski prikaz postupka toplog izostatskog prešanja [5] 21
Slika 13 Shematski prikaz dva tipa sinteriranja metalnog praha: a) u čvrstom stanju, b) u prisustvu tekuće faze [4] 23
Slika 14 Faze konsolidacije tijekom sinteriranja u tekućoj fazi [4] 24
Slika 15 Motor zrakoplova izrađen od sinterirane superlegure [5] 25
Slika 16 Dijelovi turbine od sinterirane legure titana [5] 26
Slika 17 Prah aluminija 28
Slika 18 Prah aluminija u Al foliji 28
Slika 19 Prikaz fleksibilne membrane 29
Slika 20 Alat za odstranjivanje viška zraka i ulja 30
Slika 21 Uređaj za CIP 30
Slika 22 Dobiveni uzorak 31
Slika 23 Otklanjanje nečistoća u ultrazvučnoj kadi 32
Slika 24 Pripremljeni uzorci za ispitivanje 32
Slika 25 Mikrostruktura uzorka 1 33
Slika 26 Mikrostruktura uzorka 2 34
Slika 27 Mikrostruktura uzorka 3 35
Slika 28 Mikrostruktura nedovoljno konsolidiranog uzorka 36
Slika 29 Prikaz otisaka utega na uzorku 1 37
Slika 30 Prikaz otisaka utega na uzorku 2 38
Slika 31 Prikaz otisaka utega na uzorku 3 39

POPIS TABLICA

Tablica 2.1 Fizikalna i mehanička svojstva aluminija 2
Tablica 2.2 Maseni sastav najvažnijih Al-legura u zrakoplovnoj industriji 7
Tablica 3.1 Karakteristike postupaka metalurgije praha 9
Tablica 3.2 Osnovne karakteristike praha Al i Al-legura 14
Tablica 3.3 Prednosti i nedostaci CIP-a u odnosu na druge konvencionalne postupke 20
Tablica 3.4 Prednosti i nedostaci HIP postupka 21
Tablica 4.1 Primjenjeni tlakovi na uzorke 29
Tablica 4.2 Gustoće uzoraka 33
Tablica 4.3 Rezultati analize uzorka 1 u Image J računalnom programu 34
Tablica 4.4 Rezultati analize uzorka 2 u Image J računalnom programu 34
Tablica 4.5 Rezultati analize uzorka 3 u Image J računalnom programu 35
Tablica 4.6 Prikaz rezultata mjerenja tvrdoće na uzorku 1 37
Tablica 4.7 Prikaz rezultata mjerenja tvrdoće na uzorku 2 38
Tablica 4.8 Prikaz rezultata mjerenja tvrdoće na uzorku 3 39

POPIS OZNAKA

Oznaka	**Jedinica**	**Opis**
PSE	-	Periodni sustav elemenata
PM	-	Powder metallurgy
MIM	-	Metal injection molding
HIP	-	Hot isostatic pressing
SEM	-	Scanning electron microscope
CIP	-	Cold isostatic pressing
ppm	-	parts per million
ρ	*kg/m3*	gustoća
HV	-	Vickers hardness

SAŽETAK

U radu su analizirani postupci metalurgije praha koji se koriste u izradi aluminijskih dijelova u zrakoplovnim konstrukcijama.

Uvodni dio dotiče se najčešće korištenih aluminijskih legura u zrakoplovstvu. Opisana su njihova mehanička svojstva i struktura te je na osnovu toga predočen razlog njihove velike primjene u ovoj industriji. Opisana je i metalurgija praha kao uvod eksperimentalnom dijelu gdje su doneseni zaključci o utjecaju korištenih parametara hladnog izostatskog prešanja na mikrostrukturu, a time i na svojstva dobivenih aluminijskih uzoraka.

Ključne riječi: aluminijske legure, metalurgija praha, hladno izostatsko prešanje

SUMMARY

Powder metallurgy method was analized in this study as a means of production of aluminium parts used in aircraft construction. An overview of commonly used alloys in aerospace engineering is given in the introduction part of the paper with special attention given to their structure and properties. Given all the advantages of this group of alloys it is no wonder they are used in this branch of industry in such extent. Introduction part of the experiment is dedicated to describing the material production process. Results obtained during testing provide optimal parametres of the consolidation process used during cold isostatic pressing as well as obtained microstructures and hardness properties.

Key words: aluminum alloys, powder metallurgy, cold isostating pressing

1. Uvod

Neprestanim napretkom, razvojem znanosti te zbog sve zahtjevnijih tehnologija, javlja se izrazita potreba za istraživanjem novih materijala te poboljšavanjem postojećih. Nove spoznaje o materijalima postaju stalna potreba sadašnjim i budućim inženjerima. Od bitnog značaja je pravilan odabir konstrukcijskog materijala, sukladno zahtjevima, radnim i ekonomskim uvjetima u ozračju konkurencije na svjetskom tržištu.

Zrakoplovni inženjeri su također suočeni s problemima projektiranja koji uključuju materijale, točnije bitno je pronaći kompromis između konstrukcijskih i ekonomskih zahtjeva koji se postavljaju na njih.

Jedan od tehnoloških postupaka obrade materijala kojim je moguće poboljšati mehanička svojstva aluminijevih legura i omogućiti njihovu širu primjenu upravo u zrakoplovnoj industriji analiziran je u ovome radu.

2. Opća svojstva aluminija i aluminijevih legura

Kemijski element koji u periodnom sustavu elemenata (PSE) nosi simbol Al, atomskog broja 13, veliku primjenu pronašao je u mnogim industrijama poput industrije pakiranja, avioindustrije, brodogradnje, građevinarstva, svemirske industrije (udio aluminija u svemirskim letjelicama je preko 80 %), automobilske industrije te mnogim drugim. Razlog ovako velike raširenosti u navedenim industrijama su svojstva koja ga svrstavaju na vrh ljestvice najčešće primijenjivih materijala. Neka od tih svojstava su niska gustoća, rastezljivost, otpornost na djelovanje atmosferskih plinova i koroziju, dobra provodljivost itd. Fizikalna i mehanička svojstva aluminija prikazana su tablicom 2.1 [1].

Tablica 2.1 Fizikalna i mehanička svojstva aluminija

Gustoća	kg/m^3	2700
Talište	°C	660
Modul elastičnosti	N/mm^2	69000
Toplinska rastezljivost	$10^{-6}/K$	23.8
Vlačna čvrstoća	N/mm^2	40...180
Istezljivost	%	4...50

Međutim, elementarni aluminij ima znatno užu primjenu zbog svoje niske tvrdoće pa se kao tehnološki materijal koristi legiran s drugim metalima. Obično su to višekomponentne legure u kojima su drugi metali u manjim količinama, a tvore čvrstu otopinu s aluminijem ili su dispergirani u sitnim česticama. Legiranjem se ponajprije poboljšavaju mehanička svojstva (granica razvlačenja, vlačna čvrstoća, tvrdoća), ali je moguće unaprijediti i druga svojstva poput krutosti, rastezljivosti, žilavosti ili livljivosti. Glavni legirni elementi su: Cu, Mn, Si, Mg, Zn i u novije vrijeme i Li.

Aluminijeve legure (Al-legure) su važan konstrukcijski materijal koji prevladava u konstrukcijama putničkih i vojnih zrakoplova. Neka od osnovnih svojstava zbog kojih su ove legure našle primjenu u ovim konstrukcijama su sljedeća :

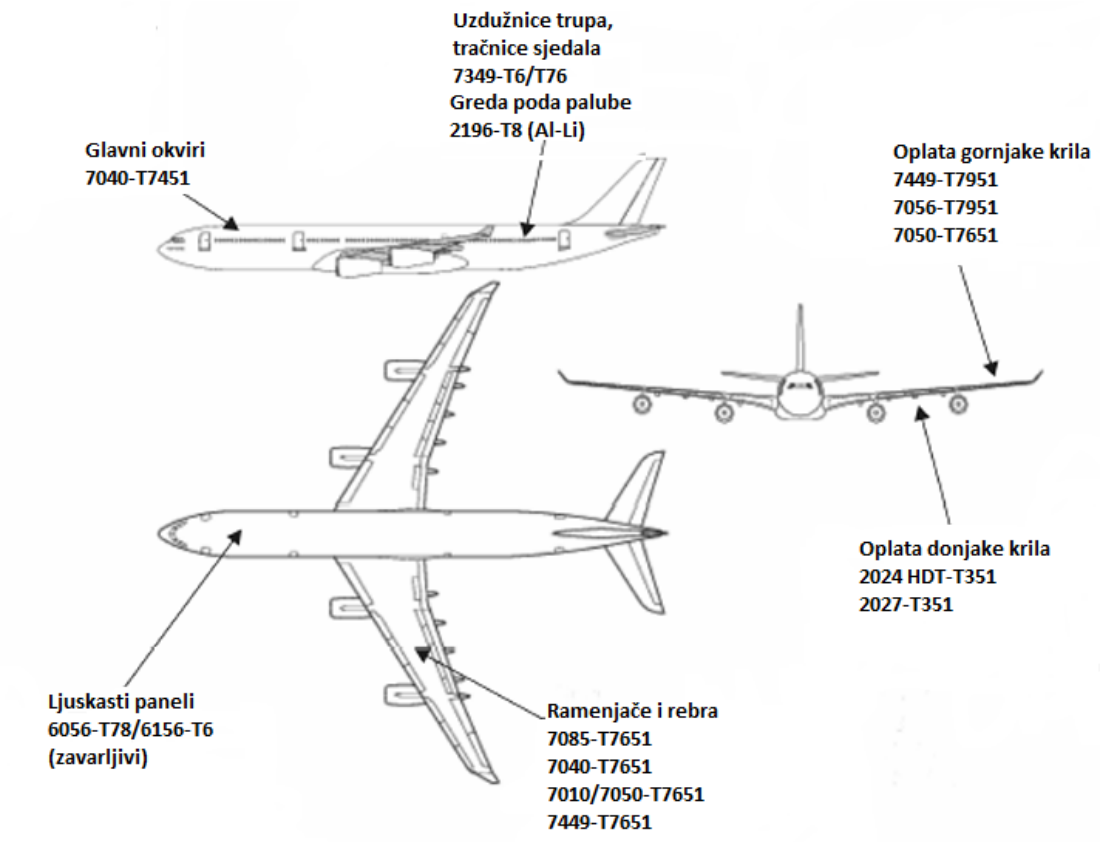
- visoka specifična čvrstoća: gustoća aluminija od samo 2700 kg/m^3 osigurava vrlo dobar omjer čvrstoće i gustoće. Na osnovu ovoga svojstva Al-legure konkurentne su čvršćim, ali i težim Ti-legurama i čelicima,
- Al-legure nisu krhke pri niskim temperaturama, točnije, snižavanjem temperature postaju čak i čvršće bez znatnog gubitka žilavosti,
- Al-legure se najlakše oblikuju i strojno obrađuju od svih metala,
- vrlo dobra korozijska postojanost,
- visoka električna i toplinska provodljivost,
- recikličnost.

Naravno, ni jedan materijal nije idealan, pa tako ni aluminijske legure. Nedostaci ovih legura su nizak modul elastičnosti, prilično niska toplinska stabilnost, loša zavarljivost, osjetljivost na neke specifične oblike korozije, ograničena primjenjivost pri povišenim temperaturama (granica njihove dugotrajne uporabe iznosi 120 ºC -150 ºC) [2].

U metalnom dijelu zrakoplovne konstrukcije najčešće korištene legure su serije 2XXX i 7XXX, odnosno durali i konstruktali.

2.1. Aluminijeve legure u zrakoplovnoj industriji

Mnogi dijelovi zrakoplova izrađeni Al-legura prikazani su slikom 2.1.



Slika 1 Dijelovi zrakoplova izrađeni od Al-legura [3]

Legure serije 2XXX, poznate kao durali su toplinski očvrstive legure. Glavni legirni element je bakar. Prisutni su još i magnezij (Mg) , koji omogućuje dozrijevanje, titan (Ti) koji utječe na veličinu zrna te mangan (Mn), krom (Cr), cirkonij (Zr) koji formiraju čestice važne za reguliranje veličine zrna. Ove legure su otporne na umor i manje osjetljive na oštećenja i propagaciju pukotina. Većinom se koriste za oplatu trupa i donju oplatu krila putničkih zrakoplova. Najčešće korištena legura iz ove serije je 2024 u T3 stanju (tj. žarena, hladno oblikovana i prirodno dozrijevana). Primijenjuje se na konstrukcijskim dijelovima koji zahtijevaju dobru čvrstoću i dinamičku izdržljivost, tj. elemente trupa, visokooptrećene elemente krila i rebra. Još neke legure primijenjive u zrakoplovnim konstrukcijama su legura

2014 koja se rabi u izradi naplatka kotača te za konstrukciju booster raketa Space Shuttle-a prikazanih slikom 2.2, potom legura 2090 od koje se izrađuje ukruta podnih pregrada zrakoplova čime se značajno štedi na masi zbog dobrih svojstava koja se postižu legiranjem s litijem (Li). Legure ove serije imaju slabiju korozijsku otpornost s obzirom na ostale legure, stoga na mjestima gdje je ovaj zahtjev od visoke važnosti koriste se legure koje ne sadrže bakar ili je njegov udio u vrlo malim količinama.



Slika 2 Dijelovi zrakoplova izrađeni od Al-legura [3]

Legure serije 7XXX su materijali s najvišim vrijednostima čvrstoće među svim Al-legurama. Glavni legirni element je cink (Zn) , uz dodatak magnezija (Mg) i bakra (Cu) koji doprinose čvrstoći te kroma (Cr) koji pospješuje precipitacijsko očvrsnuće. Ove legure rabe se za izradu konstrukcijskih elemenata kod kojih je čvrstoća primarni zahtjev, primjerice za gornju oplatu krila. Međutim, legure veće čvrstoće ujedno su i niže lomne žilavosti. Tako primjerice, legure iz ove serije koje ne sadrže bakar kao legirni element su žilavije i bolje zavarljive, no treba

napomenuti da se zavarljivost kod većine materijala ne razmatra jer se u zrakoplovnoj industriji izbjegavaju takvi spojevi, te se većinom primjenjuju mehanički spojevi, primjerice zakovice. Neki od konstrukcijskih elemenata zrakoplova izrađeni od ovih legura su uzdužnice trupa, tračnice sjedala (7349), ramenjače krila (7085, 7040), glavni okviri i spojevi (7040), uzdužnice gornjake krila (7449) , rebra (7010, 7050) te mnogi drugi.



Slika 3 Dijelovi krila izrađeni od legura 7XXX [9]

Kada je riječ o zrakoplovnim konstrukcijama, bitna je i legura 6013, serije 6XXX, odnosno iz skupine pantala koja ima 12 % veću čvrstoću od legure 2024 uz podjednaku lomnu žilavost i otpornost prema širenju pukotina. Lakše je zavarljiva s obzirom na prethodno navedene legure, te se primjenjuje u donjim ljuskastim panelima [2].

Potencijalni materijali u zrakoplovnoj industriji su visokočvrste Al-Li legure. Dodatkom litija kao najlakšeg metala s vrlo malom gustoćom (534 kg/m^3) povećava se učinkovitost i krutost Al-legura. Primjenom ovih legura učinkovito se povećava korisna nosivost zrakoplova uz istu težinu te se poboljšava krutost koja jamči manje izvijanje konstrukcijskih elemenata. Međutim, zbog velike neujednačenosti mehaničkih svojstava, nedovoljne žilavosti te osjetljivosti na napetosnu koroziju ove legure nisu do danas u potpunosti realizirane. Jedna od poznatijih legura ove serije je 8090 koja se rabi za limove oplate i otkivke konstrukcije helikoptera Westland-Agusta tip EH-101 [2].

Maseni sastav najvažnijih prethodno navedenih legura aluminija predočen je tablicom 2.2.

Tablica 2.2 Maseni sastav najvažnijih Al-legura u zrakoplovnoj industriji [2]

Vrste legura	Maseni sadržaj legirnih elemenata, [%]									
	Zn	Mg	Cu	Mn	Cr	Zr	Fe	Si	Li	Ostali
2014	-	0.5	4.4	0.8	-	-	0.7	0.8	-	-
2024	-	1.5	4.4	0.6	-	-	0.5	0.5	-	-
2090	-	-	2.7	-	-	0.1	-	-	1.3	0.4 Ag
7010	6.2	2.35	1.7	-	-	0.1	0.15	0.12	-	-
7050	6.4	2.35	2.2	-	-	0.1	0.15	0.12	-	-
7075	5.6	2.5	1.6	-	0.23	-	0.4	0.4	-	-
6013	-	1.0	0.8	0.35	-	-	0.3	0.8	-	-
8090	-	0.9	1.3	-	-	0.1	0.3	0.2	2.4	-

3. Metalurgija praha

3.1. Općenito

Metalurgija praha (PM; engl. *Powder metallurgy*) je novija i izuzetno važna ekološki prihvatljiva grana moderne industrije. Predstavlja proces u kojem se čvrsti metal, legura ili keramika u obliku čestica praha vrlo malog promjera prevodi u inženjersku komponentu unaprijed određenog oblika i svojstava koja joj omogućuju upotrebu u većini slučajeva bez daljnje obrade. Proizvodi dobiveni ovom tehnologijom imaju poboljšana svojstva u odnosu na one dobivene tradicionalnim postupcima kao što su lijevanje, kovanje, skidanje strugotina. Primjenom novih prahova, izuzetne čistoće i znatno manje veličine zrna, kao i primjenom novih postupaka, omogućena je proizvodnja gotovih dijelova izuzetnih mikrostrukturnih karakteristika i mehaničkih svojstava. Ova tehnologija omogućava spajanje metala koje nije moguće miješati klasičnim ljevačkim postupcima zbog nedovoljne međusobne topljivosti, a ponekad jednostavno zbog tehnoloških karakteristika postupka omogućava oblikovanje pri nižim temperaturama pa nije potrebna proizvodnja u zaštitnoj atmosferi, što u konačnici pojednostavljuje i pojeftinjuje proizvodnju. Zbog velikog broja prednosti koje su prikazane u tablici 3.1 metalurgija praha sve više dobiva na značaju nad ostalim postupcima proizvodnje.

Tablica 3.1- Karakteristike postupaka metalurgije praha [5]

PREDNOSTI	NEDOSTACI
-poboljšanja magnetična svojstva -razvoj materijala novih mikrostruktura -proizvodnja dijelova gotovog ili skoro gotovog oblika bez naknadne obrade odvajanjem čestica -točne dimenzije gotovih proizvoda -oblikovljivost metala koje je nemoguće oblikovati drugim postupcima -proizvodnja dijelova smjese međusobno netopivih metala, smjese keramike i metala, komponenata u čistom obliku -proizvodnja dijelova željenog stupnja poroziteta -zelena tehnologija, ušteda energije i troškova proizvodnje -pouzdanost procesa i svojstava za kritične primjene -visok stupanj iskoristivosti materijala -mogućnost proizvodnje jednostavnih i složenih oblika	-visoka cijena polaznih prahova -skupa i sofisticirana oprema za oblikovanje -skupa i komplicirana izrada kalupa za oblikovanje praha tijekom kompaktiranja -stroga kontrola svih segmenata proizvodnje -otežano rukovanje prahovima -zahtjeva se skladištenje i rukovanje praha u čistoj okolini kompaktiranja -mogućnost pojave poroziteta i oksidacije, što rezultira smanjenjem mehaničkih svojstava -ograničenja oblika i dimenzija gotovih proizvoda -razlike u gustoći gotovih dijelova u slučaju jednoosnog kompaktiranja -iskoristivo i ekonomično jedino za velikoserijsku proizvodnju

Postupci metalurgije praha mogu se podijeliti u dvije osnovne skupine:

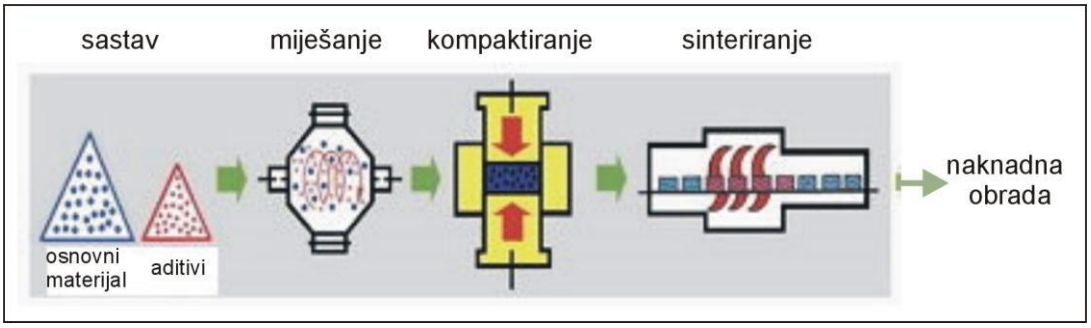
1. konvencionalni postupci (*engl. press-and-sinter methods*)
2. postupci kojima se postižu teoretske gustoće (*engl. full density processes*)

3.1.1. Konvencionalni postupci metalurgije praha

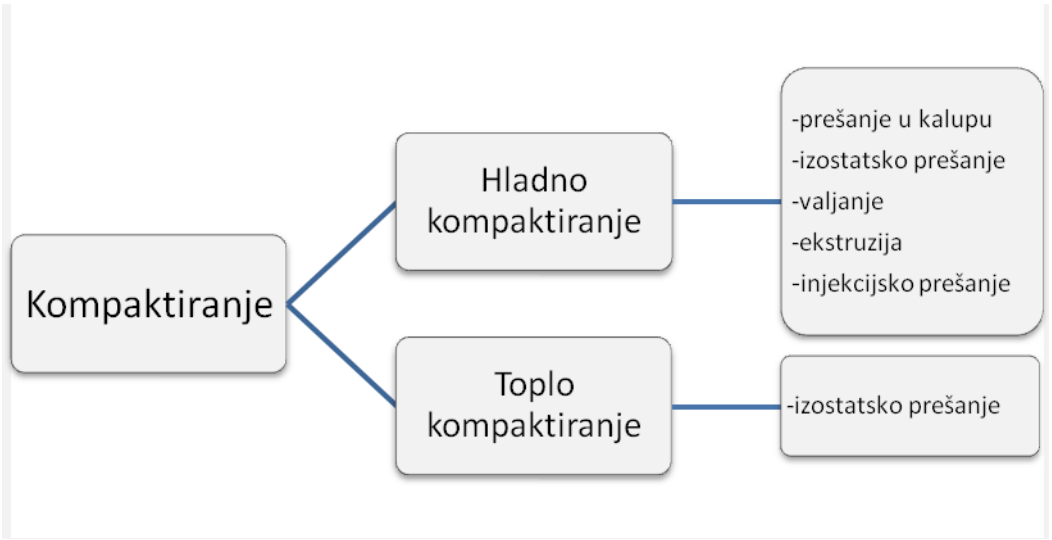
Konvencionalne postupke proizvodnje karakteriziraju 3 osnovne tehnološke operacije:

- miješanje praha,
- kompaktiranje praha i
- sinteriranje.

Tijekom svake od navedenih operacija čitav niz čimbenika treba uzeti u obzir kako bi se u konačnici dobio proizvod odgovarajućih karakteristika.



Slika 4 Osnovne tehnološke operacije konvencionalnih postupaka metalurgije praha [5]



Slika 5 Vrste kompaktiranja [6]

3.1.2. Postupci kojima se postižu teoretske gustoće

Primarni cilj ovih postupaka je upravo postizanje teoretske gustoće, za razliku od konvencionalnih postupaka sinteriranja. Navedeni postupci uključuju:

- kovanje praha (*engl. powder forging*)
- injekcijsko prešanje praha (*engl. metal injection molding, MIM*)
- toplo izostatičko prešanje (*engl. hot isostatic pressing, HIP*)
- sinteriranje + toplo izostatičko prešanje (*engl. sinter HIP*)
- toplo prešanje (*engl. hot pressing*)
- kompaktiranje valjanjem (*engl. roll compaction*)
- ekstrudiranje (*engl. extrusion*)

Razlog primjene ovih postupaka jest eliminacija poroziteta koja se zahtijeva za pojedina područja primjene, kao i za primjene pri većim opterećenjima gdje pore predstavljaju koncentratore naprezanja. Karakteristika većine postupaka je primjena tlaka i temperature istovremeno. Danas se sve više u znanstveno-istraživačke svrhe kombiniraju različiti postupci kako bi se postiglo poboljšanje svojstava [4].

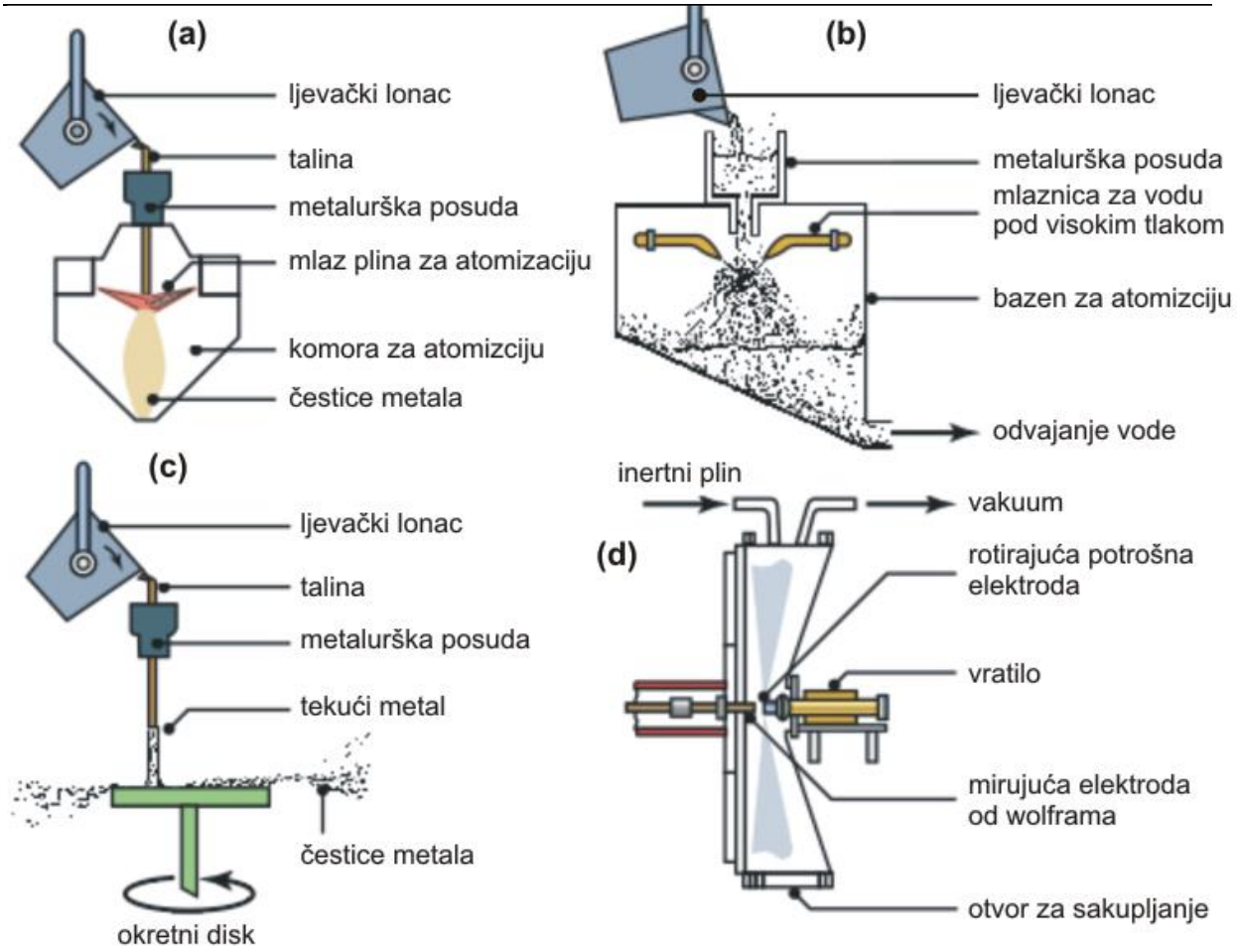
3.2. Proizvodnja metalnih prahova

Prvi korak u procesu metalurgije praha obuhvaća proizvodnju metalnih prahova. Ovo je ujedno i jedna od najvažnijih osnova za cijelo područje ove metalurgije jer za dobivanje sinteriranih proizvoda željenih karakteristika polazna sirovina, odnosno prah metala ili legure često ima presudan značaj.

Postoji mnogo načina za dobivanje metalnih prahova, ali se mogu svesti na četiri vrste procesa proizvodnje:

- mehanički,
- elektrolitički,
- kemijski i
- atomizacija.

Mehaničkim postupcima, prahovi se dobivaju usitnjavanjem polaznog materijala djelovanjem vanjskih sila. Čestice ovako dobivenih prahova obično su nepravilnog oblika, a neki od načina mehaničkog usitnjavanja su udarnim djelovanjem, atritiranjem, sječenjem te tlačenjem. Udarno djelovanje sastoji se iz brzog drobljenja materijala, dok se u procesu atritiranja materijal usitnjava trenjem. Sječenje odnosno smicanje je zastupljeno kod materijala ekstremnih tvrdoća, a tlačenjem se materijal usitnjava pomoću sila tlakova. Obično se ova četiri načina međusobno kombiniraju radi postizanja što bolje kvalitete i mikrostrukture. Elektrolitička tehnika je fizikalna metoda dobivanja prahova. Prahovi metala se mogu dobiti taloženjem prahova na katodi nekog metala u procesu elektrolize. Prilagodbom kemijskih i fizikalnih uvjeta tijekom galvanizacije omogućuje se taloženje metala u obliku laganih grudica ili pahuljica koji se vrlo lako mogu usitniti u prah. Glavne prednosti ovoga načina dobivanja prahova su čistoća i veličina čestica. Međutim, elektrolizom se mogu dobiti samo elementarni prahovi koji su vrlo reaktivni i krhki što predstavlja ograničenje ovoga postupka te je zbog potrebe kontrole i usklađivanja mnogih varijabli ovaj postupak znatno skuplji od ostalih. Kemijskim postupcima mogu se dobiti prahovi od gotovo svih metala, veličina i oblika čestica koji se reguliraju kontrolom promjenjivih parametara pri samom procesu proizvodnje. Glavni kemijski procesi u metalurgiji praha uključuju redukciju metalnih smjesa kao što su oksidi, karbonati, nitrati ili halogenida s plinovima (najčešće vodikom) ili krutinama. Najvažnija metoda proizvodnje prahova metala je atomizacija, proces koji je neovisan o fizikalnim i mehaničkim svojstvima čvrstog materijala. Ima dominantnu ulogu u proizvodnji prahova metala i predlegiranih prahova od aluminija, željeza, bronce i mnogih drugih. Razlog široke primjene je što se ovim postupkom omogućava dobivanje prahova metala izrazito visoke čistoće izravno iz taline. Ovaj proces obuhvaća taljenje, atomizaciju, tj. dezintegraciju taline u kapljice te skrućivanje i hlađenje. Proces atomizacije prikazan je slikom 3.3. Koja će se od navedenih metoda proizvodnje praha odabrati, ovisi o dostupnosti sirovina te o konačnoj primjeni proizvoda. Odabir postupka prema konačnoj primjeni ovisi prvenstveno o karakteristikama praha [5].



Slika 6 Postupak atomizacije: a) plinom, b) vodom, c) centrifugalna s rotirajućim diskom, d) rotirajućom potrošnom elektrodom[5]

3.3. Karakteristike praha

Uspjeh daljnjih etapa tehnoloških procesa dobivanja gotovog sinteriranog proizvoda uvelike ovisi o karakteristikama praha. Karakterizacija prahova obuhvaća sljedeća svojstva:

- kemijska (sastav i čistoća),
- fizikalna (dimenzije i oblik čestica),
- metalurška (nasipna gustoća, stlačivost i brzina tečenja).

Ova svojstva utječu na ponašanje praha tijekom kompaktiranja i sinteriranja, te na sastav, strukturu i svojstva sinteriranog elementa.

Tablica 3.2 – Osnovne karakteristike praha Al i Al-legura [5]

Prah	Proces	Oblik	D_{50}, μm	O_2, ppm	Nasipna gustoća, g/cm^3
Al	IGA	sferni	30	6000	1.3
Al-legure	AA	zaobljeni	65	11000	0.9

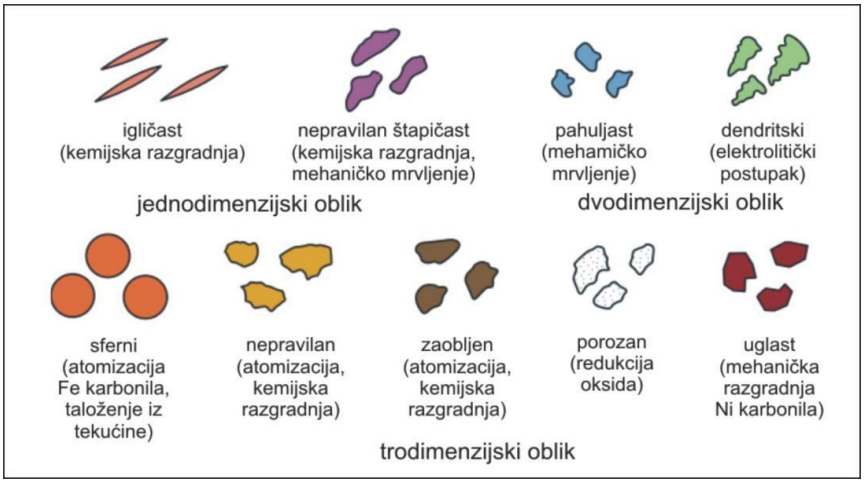
*IGA- *Insert Gas Atomization* - atomizacija pomoću inertnog plina, AA- *Air Atomization* – atomizacija u struju zraka

3.3.1. Kemijska svojstva praha

Kemijski sastav predstavlja vrlo bitan čimbenik u daljnjim tehnološkim postupcima metalurgije praha. Utječe na temperaturu sinteriranja, izbor vrste atmosfere, kao i na svojstva gotovog sinteriranog proizvoda. Može se analizirati raznim kemijskim metodama, a njegova analiza uključuje procjenu, tj. određivanje nečistoća plinova, kao što su vodik, kisik, sumpor, dušik te ostali netopivi elementi, primjerice silicij [4].

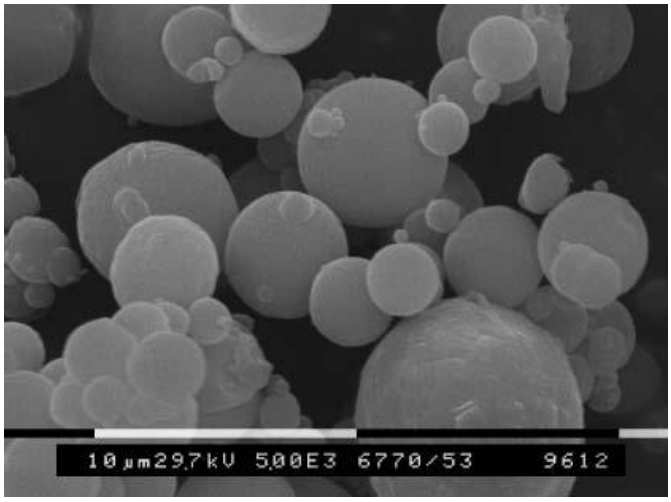
3.3.2. Fizikalna svojstva praha

Osnovna fizikalna svojstva čestica praha jesu oblik prikazan slikom 3.4, veličina čestica te specifična površina. Ona utječu na brzinu tečenja, nasipnu gustoću, stlačivost i mogućnost sinteriranja. Postoje razni oblici čestica praha koji ovise o sirovini i načinu dobivanja praha. Kategoriziraju se u tri osnovne skupine sukladno normi ISO 3252 [4].



Slika 7 Oblici čestica praha i metode njihova dobivanja [5]

Sferične čestice oblikom su najjednostavnije. Posjeduju više vrijednosti nasipne gustoće i brzine tečenja, ali s druge strane lošije karakteristike stlačivosti i sinteriranja. Unatoč njihovim lošim karakteristikama predstavljaju idealan oblik čestica praha. Analiza slike distribucije veličine čestica praha vrlo je precizna kvantitativna metoda, dok je karakterizacija oblika kvalitativna metoda. Te metode temelje se na primjenama visokokvalitetnih elektronskih mikroskopa, primjerice SEM.



Slika 8 Aluminijski prah promatran SEM [7]

3.3.3. Metalurška svojstva praha

Metalurška svojstva praha utječu na ponašanje praha prilikom tehnoloških operacija mljevenja, granuliranja te ponajviše kompaktiranja. Neka najznačajnija svojstva su nasipna gustoća, nabojna gustoća, brzina tečenja, stlačivost te brzina i gustoća sirovca.

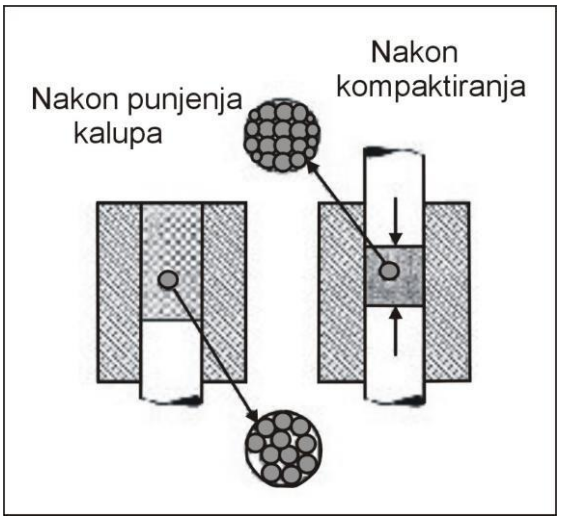
3.4. Kompaktiranje praha i postupci konsolidacije

Nakon miješanja kojim se postiže ravnomjerna raspodjela veličine čestica te samim time i bolje sjedinjenja praha te dodavanja lubrikanata koje bitno smanjuje trenje između čestica praha i kalupa, dolazi do postupka kompaktiranja. Osnovna zadaća ovoga postupka jest povezivanje čestica praha u željeni oblik, a to se ostvaruje uz primjenu visokog pritiska, što vodi ka deformaciji čestica praha i međusobnog metalurškog navarivanja čestica i reduciranja poroziteta. Primjena tlaka može biti u jednom smjeru tj. jednoosno za jednostavnije dijelove, dvoosno ili čak iz više smjerova.

Kompaktiranje predstavlja kritičnu operaciju u procesu jer se prahovi ne ponašaju kao tekućine pa se tlak ne prenosi jednoliko i stoga je protok materijala u kalupu vrlo mali. Iz tog razloga, pravilan odabir i konstrukcija alata za tlačenje igraju ključnu ulogu u postizanju zadovoljavajuće gustoće. Bitno je i da konstrukcija kalupa osigurava željenu čvrstoću sirovca, kao i točnost dimenzija. Glavni problem samog postupka kompaktiranja predstavlja nehomogena raspodjela gustoća materijala, što u konačnici dovodi do razlika u dimenzijama gotovoga sinteriranog dijela. Navedeno je posljedica nejednolikog prijenosa naprezanja kroz smjesu čestica praha, čak i kod postupaka izostatskog prešanja, a posebno je izraženo kod kompaktiranja u krutom alatu.

Naposljetku, osnovni ciljevi ovoga procesa su:

- konsolidacija praha u željeni oblik,
- postizanje željenih konačnih dimenzija,
- postizanje željenog stupnja i vrste poroziteta i
- postizanje daljnje čvrstoće za daljnje rukovanja [4].

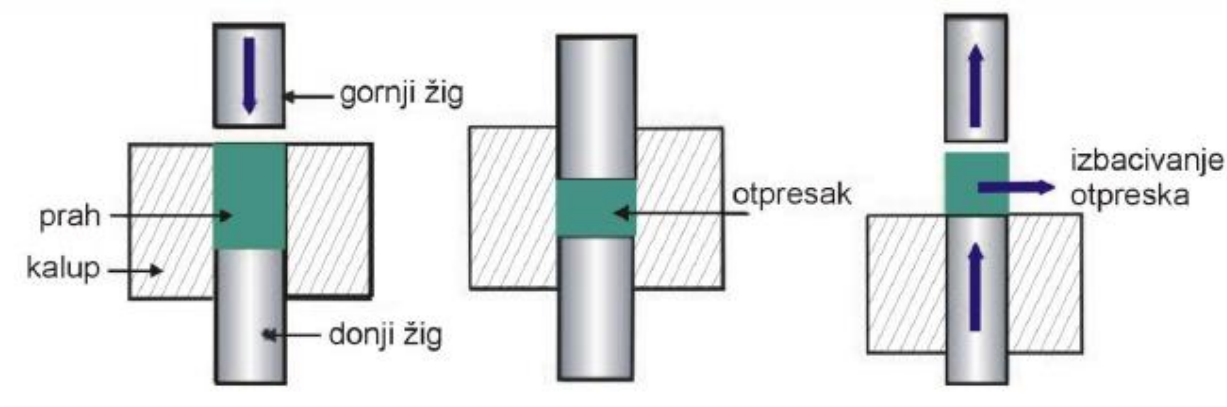


Slika 9 Promjena u rasporedu čestica i obliku tijekom kompaktiranja [5]

3.4.1. Jednoosno kompaktiranje

Postupak jednoosnog kompaktiranja u kalupu prikazan slikom 3.7 je najčešće upotrebljavan postupak konsolidacije praha. Uključuje sljedeće procese :

- popunjavanje kalupa česticama praha,
- primjenu tlaka putem žiga,
- rasterećenje povlačenjem žiga te
- izbacivanje zelenoga sirovca.



Slika 10 Postupak jednoosnog kompaktiranja u kalupu [4]

Postupkom jednoosnog kompaktiranja žig se pomiče samo po jednoj osi, tj. u vertikalnom smjeru, što stavlja ograničenja na proizvodnju određenih dijelova. Posljedica tečenja praha u samo jednom smjeru jest razlika u vrijednostima zelene gustoće dijelova različite debljine ako se kompaktiranje izvodi samo pomoću jednoga žiga. Kako bi se navedeni problem izbjegao, neophodna je primjena dvostrukih žigova. Uporabom gornjeg i donjeg žiga razlike u gustoći kompaktiranih dijelova mogu se znatno smanjiti.

Općenito, postupci kompaktiranja u kalupu mogu se podijeliti na postupke hladnog kompaktiranja i postupke toplog kompaktiranja.

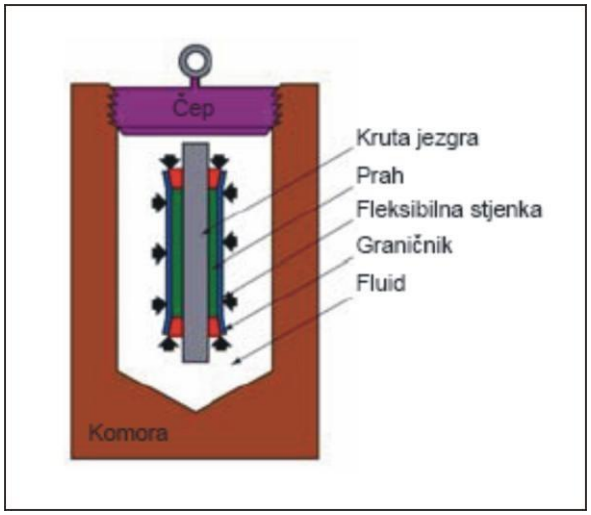
Hladno kompaktiranje odnosno prešanje predstavlja najčešće upotrebljavanu metodu kompaktiranja. Vrijednosti gustoće sirovca kompaktiranog dijela kreću se u rasponu od 75 % do 85 % vrijednosti teoretske gustoće. Vrijednosti gustoće sirovca signifikantno ovise o visini primijenjenog opterećenja, na način da kod niskih gustoća mali porasti opterećenja uzrokuju veliki porast gustoće i obrnuto. Primjenjivani tlak ovisi obliku i kemijskim svojstvima čestica praha, veličini i razdiobi čestica te načinu podmazivanja kao i konstrukciji kalupa. Prednosti ovoga procesa su: kontrola dimenzija zahvaljujući dobro definiranim kalupima i visokim tlakovima prešanja, zatim visoka pouzdanost procesa kao posljedica mehanizacije i automatizacije procesa, kao i visoka razina proizvodnje.

Naravno, kao i svaki proces, i ovaj proces ima nekoliko nedostataka a neki od njih su ograničenja dimenzija ovisno o kapacitetu preše, problemi pucanja kompaktiranih komada prilikom vađenja iz kalupa te ograničenja oblika kompaktiranih komada. Temperature praha i alata iznose približno 15ºC, a tlakovi oko 700 Mpa [4].

Toplo kompaktiranje je relativno nov postupak kojim se postiže znatno poboljšanje mehaničkih i fizikalnih svojstava te više vrijednosti gustoće kompaktiranih dijelova. Osnovni cilj ovoga postupka je smanjiti zahtijevani pritisak za postizanje zadovoljavajuće gustoće. Moguće je postići vrijednosti gustoće čak do 92% vrijednosti teoretske gustoće, što omogućuje obradu sirovca. Temperatura predstavlja ključan parametar . Metalni prahovi su skloni oksidaciji pri povišenim temperaturama pa je za svaki metal potrebno prethodno definirati temperaturu pri kojoj neće doći do oksidacije koja bi narušila metalurško povezivanje čestica praha [5].

3.4.2. Hladno izostatsko prešanje

Poznati francuski znanstvenik Blaise Pascal postavio je temeljni zakon hidrostatike koji govori da se tlak u fluidu, koji se nalazi u zatvorenoj posudi, širi jednoliko na sve strane, tj. čestice fluida prenose tlak u svim pravcima jednako. Primjena ovog zakona omogućava konsolidaciju prahova koji su zatvoreni u fleksibilne komore, pod djelovanjem zraka koji se prenosi kroz odgovarajući medij. To je bit izostatskog prešanja na sobnoj temperaturi (CIP; *engl. Cold Isostatic Pressing*), postupka koji predstavlja najvažniju metodu u kompaktiranju u metalurgiji praha, a uključuje kompaktiranje primjenom tlaka jednolično iz svih smjerova kako bi se dobili proizvodi što veće i jednolikije gustoće. Danas se izostatsko prešanje na sobnoj temperaturi primjenjuje za kompaktiranje prahova tvrdih metala, legura aluminija, teških metala, čistog volframa te njegovih legura, materijala za električne kontakte, brzoreznih čelika i legura na bazi željeza te superlegura.



Slika 11 Shematski prikaz uređaja za prešanje praha CIP postupkom [5]

Za ovaj postupak se koriste fleksibilne membrane kako bi se izolirao prah od tekućine koja se koristi kao medij za tlačenje. Tijekom procesa konsolidacije kalup se pomiče zajedno s prahom, što ima za posljedicu smjanjenje utjecaja trenja. Upravo zbog smanjenja toga utjecaja postižu se znatno jednoličnije gustoće u usporedbi s klasičnim kompaktiranjem u kalupu. Vrijednosti tlaka koji se primjenjuje mogu biti i do 1400 MPa, ali u praksi nisu veće od 350 MPa, ovisno o dimenzijama i vrsti prahova. Vrijeme izloženosti tlaku ovisno je o materijalu, a obično iznosi nekoliko minuta. Prijenosni mediji za tlak mogu biti različiti materijali, a najčešće primjenjivi su tekućine (voda, ulje), inertni plinovi, guma, plastika te metali. Osnovni zahtjevi za njihov izbor uključuju kompatibilnost s materijalom posude i brtve (čepa), kompresibilnost te osjetljivost na koroziju.

Kako bi CIP postupak bio što učinkovitiji, komore u kojima se nalazi prah moraju zadovoljiti neke osnovne zahtjeve, kao što su:

- dovoljna fleksibilnost za omogućavanje velike promjene volumena pri kompaktiranju prahova,
- dovoljna čvrstoća, odnosno da ne prodiru u masu praha tijekom kompaktiranja,
- dobro brtvljenje,
- mogućnost podnošenja visokih tlakova.

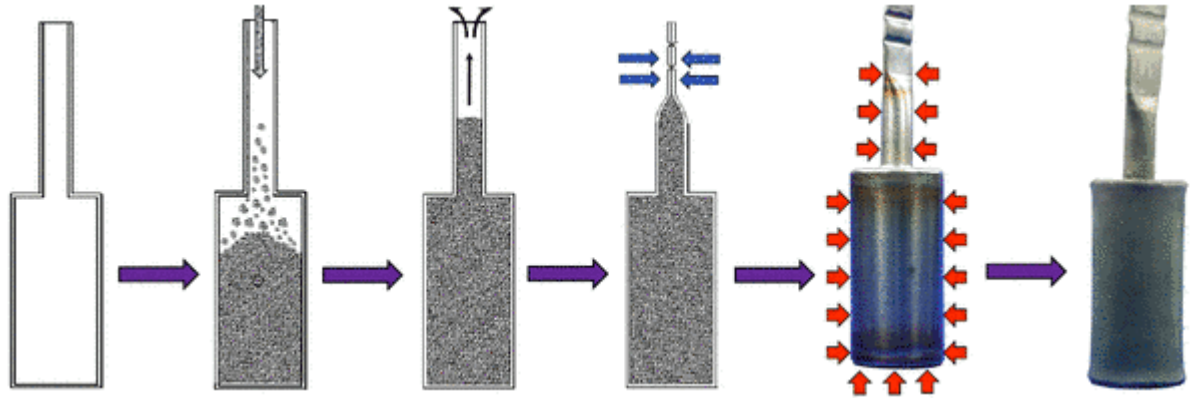
Najvažniji čimbenici koji utječu na konsolidaciju prahova pri hladnom izostatskom prešanju su učinci slaganja čestica praha, trenje među česticama, načini prenošenja sila kroz masu praha, intenzitet međusobnog vezivanja čestica te mehanizam kompaktiranja. Bitno je napomenuti, neovisno o vrsti praha, ključni parametar koji određuje gustoću otpreska je tlak.

Tablica 3.3 Prednosti i nedostaci CIP-a u odnosu na druge konvencionalne postupke miješanja

✓ *PREDNOSTI*	x *NEDOSTACI*
• *više vrijednosti gustoće te jednoličnost* • *više čvrstoće prešanih komada (za 10-15%)* • *smanjenje unutarnjih naprezanja* • *u većini slučajeva nema potrebe za vezivnim sredstvom* • *pravilna struktura, ne dolazi do raslojavanja* • *ne dolazi do deformiranja i pucanja materijala u fazi sinteriranja* • *bolja mehanička svojstva konačnog proizvoda* • *nema ograničenje s gledišta dimenzija i oblika komada* • *niski troškovi alata kod uporabe kalupa od gume ili plastike* • *niski troškovi materijala i obrade*	• *dimenzije otpresaka su manje precizne nego kod prešanja u krutom kalupu* • *površine izostatski prešanih kompakata su manje glatke* • *produktivnost znatno niža*

3.4.3. Toplo izostatsko prešanje

Daljnje povećanje gustoće otpreska može se postići toplim izostatskim prešanjem (*engl. Hot Istostatic Pressing*). To je postupak primjene izostatskog tlaka na komad pri povišenoj temperaturi u posebno konstruiranom spremniku. Tlak se primjenjuje iz svih smjerova jednako uz pomoć inertnog plina, najčešće argona iako se koriste i helij i dušik. Pod navedenim uvjetima povišene temperature i tlaka, nepravilnosti i unutarnje pore raspadaju se te se javlja difuzijsko povezivanje na granicama zrna. Plastično tečenje se javlja na mikroskopskoj razini, što uzrokuje nastanak izoliranih pora, koje se potom raspadaju te omogućuju kontakt između dvije površine. Posljedica plastične deformacije je eliminacija poroziteta te postizanje 100%-tne teoretske gustoće komada. Primijenjivane temperature za legure aluminija su oko 480°C, a za prahove volframa do 1700°C. Tlak se kreće u rasponu od 20 MPa do 300 MPa, dok je najčešće upotrebljavan oko 100 MPa. Ovaj postupak omogućuje konsolidaciju u krutoj fazi, a sastoji se od nekoliko karakterističnih faza prikazanih na slici 3.9 [4].



Slika 12 Shematski prikaz postupka toplog izostatskog prešanja [5]

Tablica 3.4 Prednosti i nedostaci HIP postupka

✓ *PREDNOSTI*	x *NEDOSTACI*
• *postizanje teoretske gustoće, eliminacija poroziteta* • *mogućnost proizvodnje gotovih oblika* • *poboljšana mehanička i tehnološka svojstva* • *produljen vijek trajanja proizvoda* • *homogena mikrostruktura* • *izotropna fizikalna i mehanička svojstva* • *povećana iskoristivost materijala*	• *mali zarez na površini zbog konsolidacije hidrostatskim naprezanjem* • *visoki troškovi održavanja* • *visoki troškovi rada* • *poteškoće pri održavanju visokog tlaka i temperature istovremeno* • *ponekad se zahtijeva naknadna obrada gotovog komada*

3.5. Sinteriranje

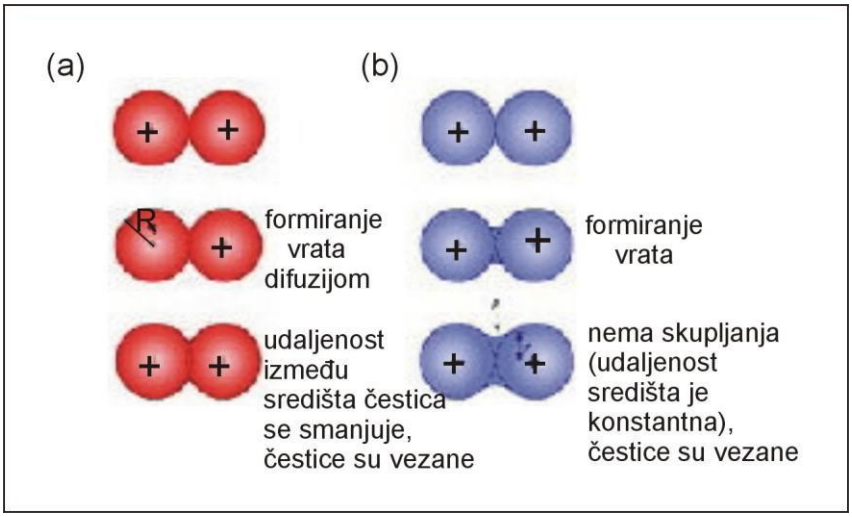
Sinteriranje je značajna tehnološka operacija postupka metalurgije praha. Definira se kao postupak konsolidacije praha ili kompaktiranog sirovca željenog sastava pod kontroliranim uvjetima temperature i vremena. Čestice praha povezuju se zagrijavanjem na dovoljno visoku temperaturu, pri čemu dolazi do ubrzanih difuzijskih procesa između čestica praha, njihovog međusobnog povezivanja, te , u konačnici, nastanka čvrstoga otpreska. Temperature se obično kreću u rasponu od 0,7 Tt do 0,9 Tt, gdje je Tt temperatura taljenja glavnog konstituenta metala ili legure. Međutim, za smjese prahova temperatura sinteriranja može biti iznad temperature taljenja konstituenta s nižim talištem, kao npr. kod legura Cu-Sn, Fe-Cu, WC/Co karbida [5]. Proces sinteriranja je vrlo složen i uključuje nekoliko mehanizama prijenosa materijala, tj. skupljanje, konsolidaciju, nastanak čvrste otopine te nastanak konačne mikrostrukture. U većini slučajeva postupak sinteriranja imat će za posljedicu eliminaciju poroziteta, postizanje gotovo teoretske gustoće i željenih svojstava.

Mnogo čimbenika utječe na svojstva gotovog proizvoda, a najznačajniji su atmosfera sinteriranja, temperatura i vrijeme sinteriranja, brzina zagrijavanja i hlađenja te nečistoće [4].

Postupak sinteriranja može se podijeliti na:

1.) sinteriranje u krutom stanju (*engl. solid state sintering*)
2.) sinteriranje u prisustvu tekuće faze (*engl. liquid phase sintering*) [5].

Procjenjuje se da je više od 70 % sinteriranih proizvoda dobiveno postupkom sinteriranja u tekućoj fazi, i to zbog prednosti kao što su niski troškovi proizvodnje i produktivnost [4].



Slika 13 Shematski prikaz dva tipa sinteriranja metalnog praha: a) u čvrstom stanju, b) u prisustvu tekuće faze [4]

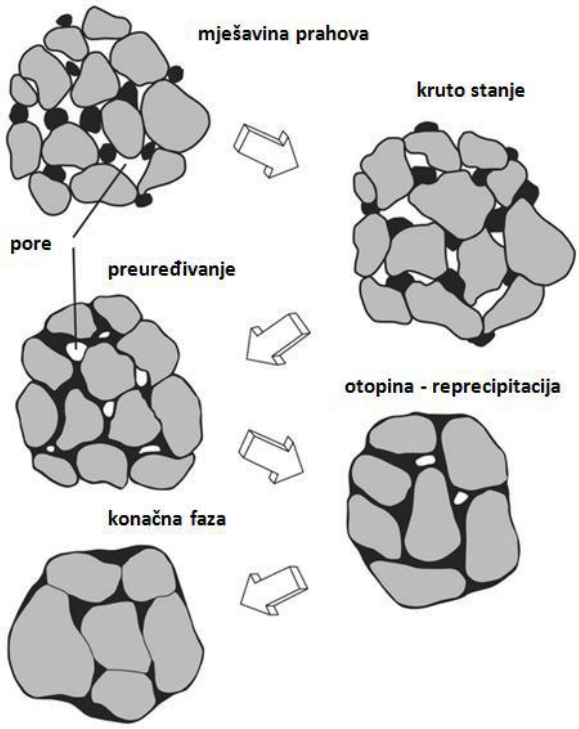
3.5.1. Sinteriranje u krutom stanju

Sinteriranje u krutom stanju javlja se u mnogim binarnim sustavima koji su prethodno pripremljeni za postupak sinteriranja u tekućoj fazi - neposredno prije nastanka tekuće faze. Pokretačka sila sinteriranja u čvrstom stanju je višak slobodne površinske energije. Za ovaj postupak karakteristična je jaka difuzija u čvrstom stanju koja daje svoj doprinos sveukupnom postupku konsolidacije [10].

3.5.2. Sinteriranje u tekućoj fazi

Sinteriranje u tekućoj fazi je najraširenij postupak sinteriranja zahvaljujući svojim osnovnim značajkama – brzog sinteriranja kao posljedica ubrzane difuzije atoma u prisutnosti tekuće faze, koja je odgovorna za prijenosa materijala, te potpune konsolidacije bez uporabe vanjskog pritiska. Kako je već navedeno, značajka sinteriranja u tekućoj fazi je nastanak tekuće faze koja donosi veće brzine konsolidacije te snižava temperature sinteriranja.
Konsolidacija tijekom sinteriranja odvija se u u tri faze:

- preuređivanje
- otopine - reprecipitacija
- konačna faza [4].



Slika 14 Faze konsolidacije tijekom sinteriranja u tekućoj fazi [4]

3.6. Sinterirani materijali u zrakoplovstvu

3.6.1. Sinterirane superlegure

Razvijeni su različiti sastavi legura na bazi nikla i kobalta otpornih na visoke temperature i oksidaciju, s različitim svojstvima. One se često nazivaju superlegure. Preduvjet za postizanje prihvatljivih svojstava je uporaba prahova s niskim sadržajem kisika (50 ppm –100 ppm). Prisutnost kisika u većim količinama može oksidirati reaktivne elemente te na taj način učiniti ih nedjelotvornim. Oksidni uključci mogu prouzrokovati nastanak pukotina pod djelovanjem mehaničkog naprezanja. Optimizacija mikrostrukture te minimizacija sadržaja kiska predstavljaju osnovne korake u proizvodnji superlegura postupcima metalurgije praha.

Sinterirane legure na bazi nikla i kobalta najvišu primjenu imaju u zrakoplovnoj industriji, potom kemijskoj i naftnoj industriji, brodogradnji, elektronici i drugima gdje nehrđajući čelici ne mogu zadovoljiti određene zahtjeve [5].



Slika 15 Motor zrakoplova izrađen od sinterirane superlegure [5]

3.6.2. Sinterirane legure aluminija

Najznačajniji učinak procesa brzog očvršćivanja pri proizvodnji legura aluminija očituju se u:

- smanjenju veličine zrna,
- povećanju granice topljivosti u krutom stanju,
- dobivanju sitnih (submikronskih) čestica intermetalnih faza te
- povećanju kemijske homogenosti materijala [5].

Najpoznatije konstrukcijske legure aluminija proizvedene postupcima metalurgije praha dijele se u tri skupine:

a) sinterirane legure aluminija male gustoće (Al-Li legure)
b) visokočvrste sinterirane legure aluminija(Al-Zn-Mg-Cu)
c) visokotemperaturne sinterirane legure aluminija (Al-Fe-X) [5].

Zbog sloja Al_2O_3 na česticama praha aluminija nije moguće sinterirati kompakte praha čistog aluminija do visokih gustoća. Temperatura sinteriranja je ograničena na približno 630 °C radi niske temperature tališta aluminija. Na ovoj temperaturi nema pokretljivosti atoma te se stoga koriste legirani prahovi koji formiraju tekuću fazu koja penetrira u oksidni film. Legure vrlo velike čvrstoće, poput Al-Li, Al-Mg-Co, Al-Fe-Ce pokazuju vrijednosti vlačne čvrstoće od 450 MPa do 600 MPa na sobnoj temperaturi, te se upotrebljavaju u svemirskoj i zrakoplovnoj industriji. Općenito, dijelovi od aluminija i njegovih legura nalazi sve veću primjenu, jer se primjenom sinteriranja postiže povećanje čvrstoće pri višim temperaturama u odnosu na lijevane proizvode [5].

3.6.3. Sinterirane legure titana

Titan i njegove legure uglavnom se proizvode taljenjem i lijevanjem. Međutim, složeniji dijelovi, čiji konačni oblici zahtijevaju puno strojne obrade proizvode se postupcima metalurgije praha. Glavna prednost postupaka metalurgije praha za proizvodnju dijelova od legura na bazi titana je realna mogućnost postizanja homogenog sastava, posebice u velikim komadima kao što su npr. diskovi turbina. Pored toga, dijelovi izrađeni metalurgijom praha ne pokazuju značajnu kristalografsku teksturu ili anizotropiju oblika zrna, te su stoga izotropni s gledišta mehaničkih svojstava. Legure titana posjeduju vrlo visoki omjer čvrstoće i gustoće, što je od velikoga značaja u zrakoplovnoj te svemirskoj industriji. TiAl6V4 legura proizvedena miješanjem elementarnih prahova rabi se u zrakoplovnoj industriji, za dijelove letjelica kao što su aksijalni rotor i lopatice kompresora [5].



Slika 16 Dijelovi turbine od sinterirane legure titana [5]

3.6.4. Sinterirani kompozitni materijali

Kompozitni materijali su materijali kod kojih dva ili više materijala različitih kemijskih sastava (metali, keramike, polimeri) i/ili oblika (zrna, vlakna, lamele) formiraju jedinstvenu strukturu. Kombiniranjem komponenata kompozita postižu se specifične kombinacije svojstava (čvrstoća, gustoća, krutost, tvrdoća, toplinska i električna vodljivost), koja ne posjeduje niti jedna komponenta sama za sebe. Svojstva kompozita ovise o svojstvima komponenata, njihovim kemijskim i konstitucijskim sastavima. Kompoziti s keramičkom matricom proizvode se postupcima metalurgije praha, koji uključuju: toplo prešanje, vruće izostatsko prešanje, te sinteriranje u prisustvu tekuće faze. Zbog velike otpornosti na nagle promjene temperature i na puzanje, primjenjuju se u uvjetima velikih mehaničkih i toplinskih opterećenja, zbog čega imaju veliku primjenu upravo u zrakoplovnoj industriji [5].

4. Eksperimentalni dio

4.1. Izrada uzoraka

U eksperimentalnom dijelu ovog rada pomoću metalurgije praha su konsolidirani aluminijski uzorci uz variranje parametara prešanja, točnije tlaka, ključnog parametra koji određuje gustoću otpreska. Za proizvodnju uzoraka korišten je Al prah 97,7% Al < 400 μm proizvođača Baoji Lyfengyuan Titanium Co., Itd.

Najprije je prah aluminija postavljen u ovitke od Al folije istih, točno određenih dimenzija kako bi se postigao željeni oblik uzoraka.



Slika 17 Prah aluminija



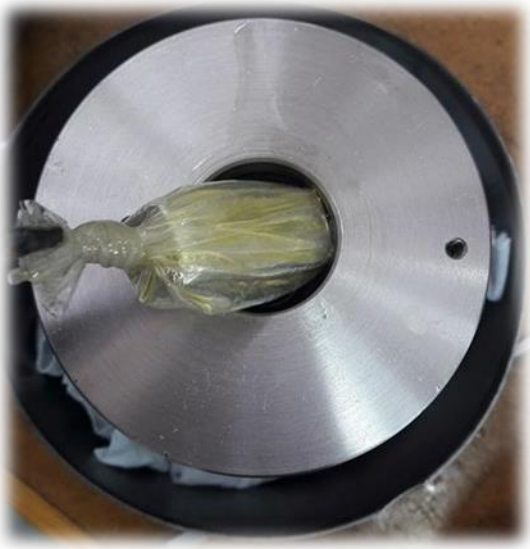
Slika 18 Prah aluminija u Al foliji

Povezivanje čestica praha u željeni oblik se ostvaruje primjenom visokog pritiska. Kako bi se utvrdio utjecaj primijenjenog tlaka na svojstva i strukturu otpresaka primijenjena su tri različita tlaka. Primijenjeni tlakovi prikazani su u tablici 4.1. Svaka skupina sadrži po 3 uzorka.

Tablica 4.1 Primijenjeni tlakovi na uzorke

Skupina 1	Skupina 2	Skupina 3
2000 bar	1500 bar	1000 bar

Pravilan odabir alata bitno utječe na postizanje željenog oblika te gustoće. Tijekom samog procesa konsolidiranja kalup se pomiče zajedno s prahom što ima za posljedicu smanjenje utjecaja trenja. Vrijeme izloženosti tlaku je 5 sekundi. Za ovaj postupak su korištene fleksibilne membrane kako bi se izolirao prah od ulja koji se koristi kao medij za tlačenje. Odgovarajućim alatom odstranjen je višak ulja i zraka. Kombinirajući sve navedeno, dobiva se sljedeći oblik prikazan na slici 4.6.



Slika 19 Prikaz fleksibilne membrane



Slika 20 Alat za odstranjivanje viška zraka i ulja



Slika 21 Uređaj za CIP



Slika 22 Dobiveni uzorak

4.2. Metalografska priprema uzoraka

Dobiveni uzorci su potom izrezani, a tijekom rezanja vodeno hlađeni kako se uzorak ne bi zagrijavao. Nakon toga prethodno označeni uzorci na koje je stavljen polimerni prah su grijani na 150 °C u vremenu od 15 minuta u uređaju za zalijevanje uzoraka te su potom stavljeni na sobnu temperaturu kako bi se ohladili. Nakon toga su uzorci brušeni brzinom vrtnje od 300 okr/min. Prilikom ovoga procesa radni medij za hlađenja je voda. Najprije je korišten brusni papir P320, koji je najgrublji, zatim P500, P1000, P2000 te naposljetku najfiniji P4000. Potom je uslijedilo poliranje na uređaju proizvođača Struers, brzinom vrtnje od 150 okr/min. Radni medij za hlađenja tijekom ovog postupka je mješavina vode i alkohola. Poliranje je izvršeno u dva koraka koristeći tkanine i dijamantne paste. U prvom koraku vrijeme poliranja je bilo 3 minute s dijamantnom pastom veličine čestica od 3 μm, a u drugom koraku 1 μm u trajanju od 2 minute. Nakon svih navedenih postupaka potrebno je odstraniti sve nečistoće kako bi se uzorci pripremili za daljnja ispitivanja.

Čišćenje uzoraka je provedeno u ultrazvučnoj kadi u trajanju od 3 minute. Uzorci su stavljeni u čašu s alkoholom, a čaša u kadu s destiliranom vodom.



Slika 23 Otklanjanje nečistoća u ultrazvučnoj kadi



Slika 24 Pripremljeni uzorci za ispitivanje

Pripremljenim uzorcima je ispitivana gustoća, mikrotvrdoća, mikrostruktura te udio poroziteta kako bi se mogao optimizirati odgovarajući tlak, odnosno sila kojom treba djelovati na prah.

4.3. Gustoća

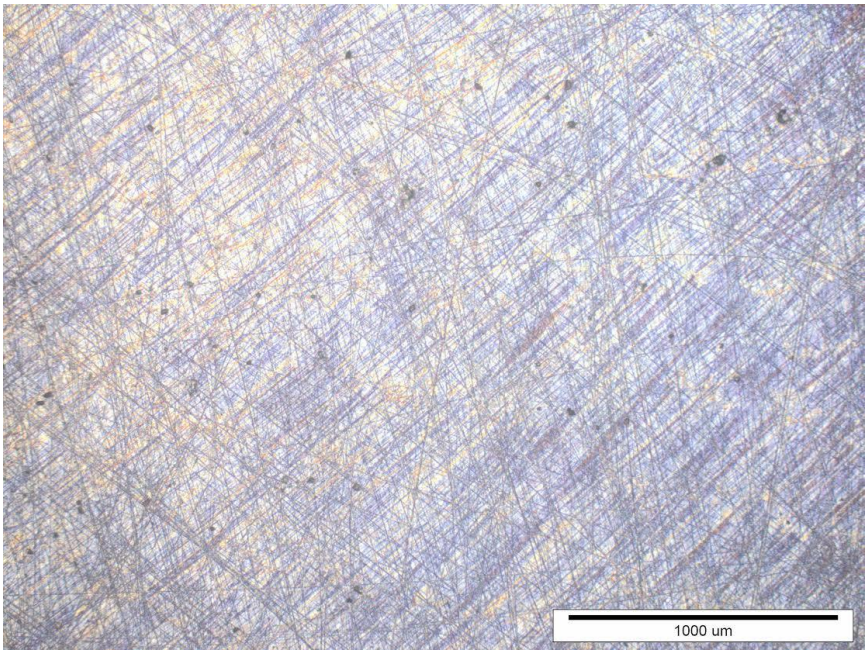
Gustoća uzraka određena je prema Archimedovom zakonu. Uzorci su najprije izvagani na preciznoj vagi te im je nakon toga određen volumen. Primjenom formule za gustoću, koja predstavlja omjer mase i volumena dobivaju se sljedeće vrijednosti prikazane tablicom 4.2.

Tablica 4.2 Gustoće uzoraka

Uzorak 1	Uzorak 2	Uzorak 3
ρ = 2.383 g/cm^3	ρ = 2.253 g/cm^3	ρ = 1.460 g/cm^3

4.4. Mikrostruktura konsolidiranih uzoraka

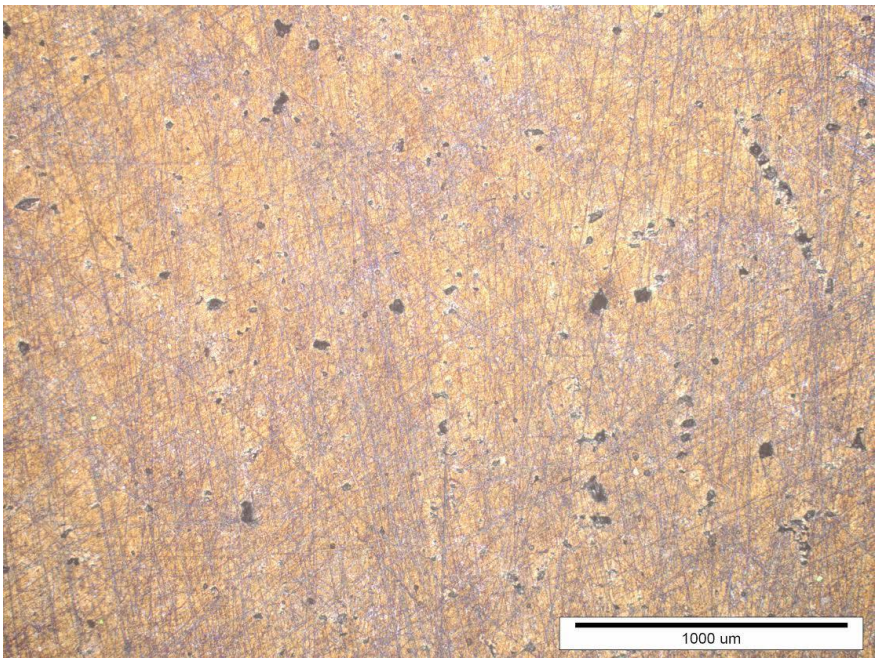
Nakon ispitivanja gustoće promatrana je mikrostruktura uzoraka na svjetlosnom mikroskopu Olympus GX51 te analiziran udio pora pomoću računalnog paketa Image J. Ovim programom moguće je na osnovu dvodimenzionalnog prikaza slike odrediti volumni udio pora te njihovu prosječnu veličinu.



Slika 25 Mikrostruktura uzorka 1

Tablica 4.3 Rezultati analize uzorka 1 u Image J računalnom programu

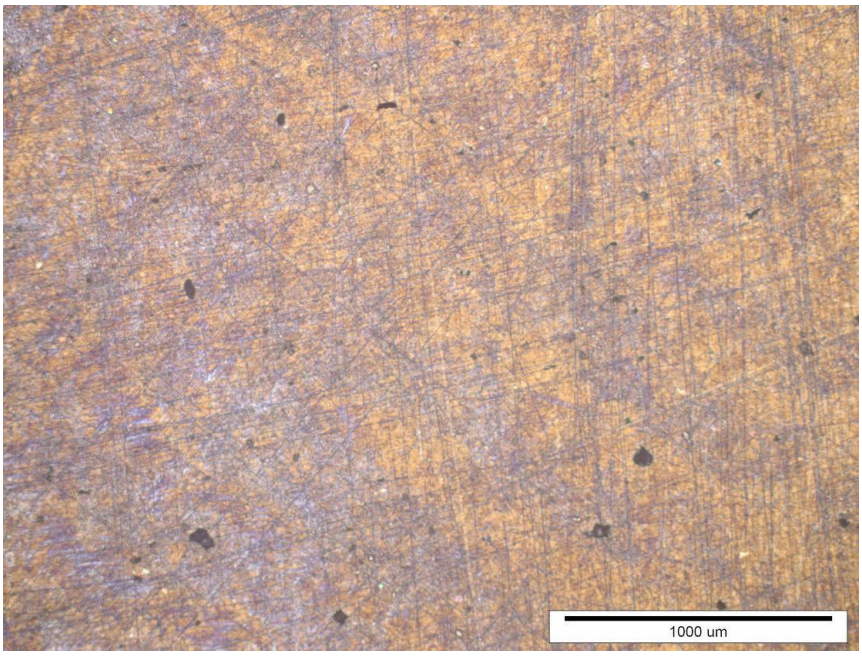
Uzorak 1	
Volumni udio pora	0,191 %
Prosječna veličina pore	21,46 μm
Standardna devijacija	6,29 μm



Slika 26 Mikrostruktura uzorka 2

Tablica 4.4 Rezultati analize uzorka 2 u Image J računalnom programu

Uzorak 2	
Volumni udio pora	0,317 %
Prosječna veličine pora	47,98 μm
Standardna devijacija	19,75 μm

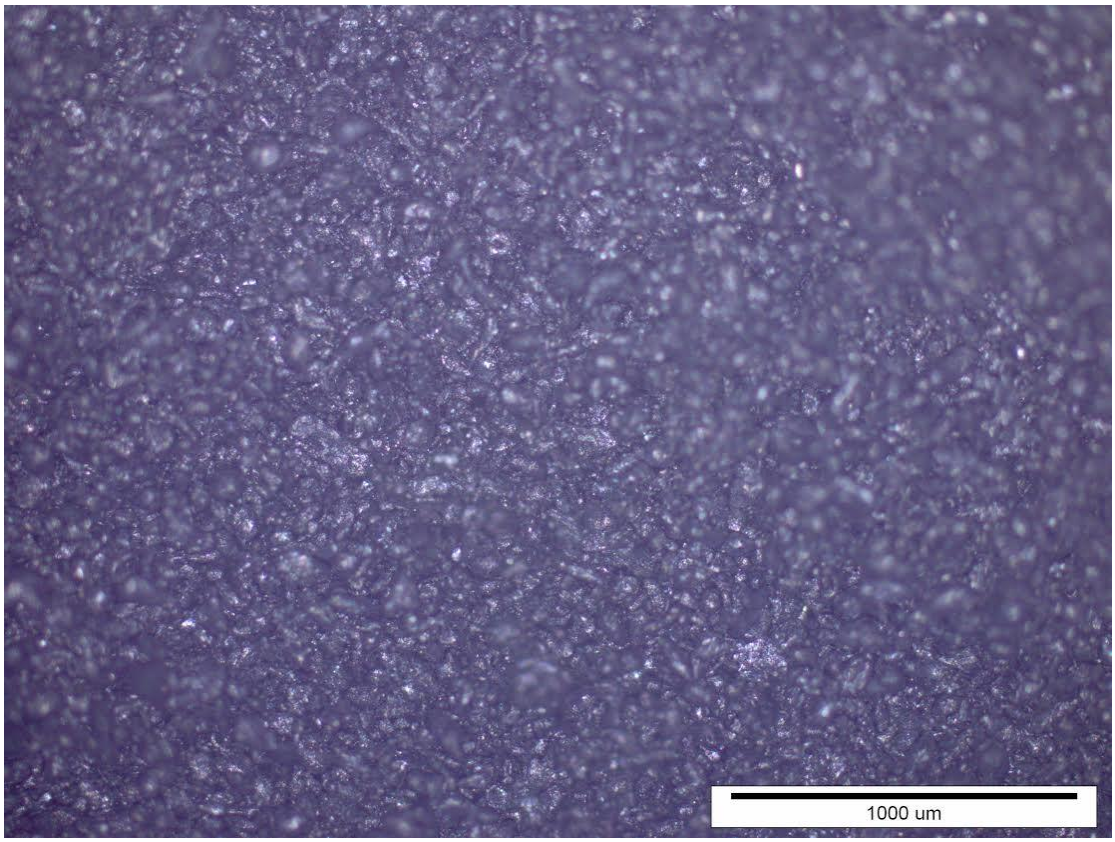


Slika 27 Mikrostruktura uzorka 3

Tablica 4.5 Rezultati analize uzorka 3 u Image J računalnom programu

Uzorak 3	
Volumni udio pora	0,477%
Prosječna veličine pora	51,66 μm
Standardna devijacija	16,88 μm

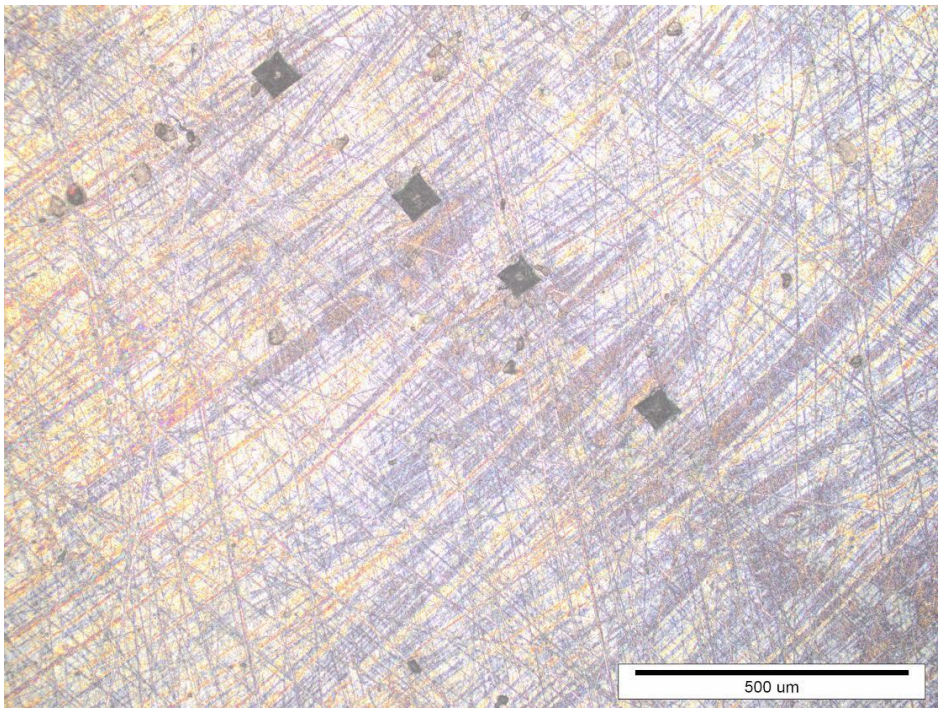
U ekperimentalnom dijelu je dobiven još jedan dodatni uzorak hladnim izostatskim prešanjem primjenom tlaka od 430 bar, ujedno i najniži tlak na uređaja za CIP PHM-63-a. Ovaj uzorak je tehnološki oblikovan kao i ostali uzorci, dakle, podvrgnut je rezanju, brušenju, poliranju te naposljetku očišćen u ultrazvučnoj kadi. Međutim, moglo se primijetiti nedovoljno konsolidiranje prilikom primjene niskoga tlaka, odnosno sile. Na ovako dobivenom uzorku nije se mogla ispitati tvrdoća zbog praha koji se odvajao. Na svjetlosnom mikroskopu je također promatrana mikrostruktura ovako dobivenoga uzorka, koja je prikazana ja slici 4.15 gdje se također vidi utjecaj nedovoljnog konsolidiranja uzorka kroz veliki porozitet.



Slika 28 Mikrostruktura nedovoljno konsolidiranog uzorka

4.5. Mikrotvrdoća

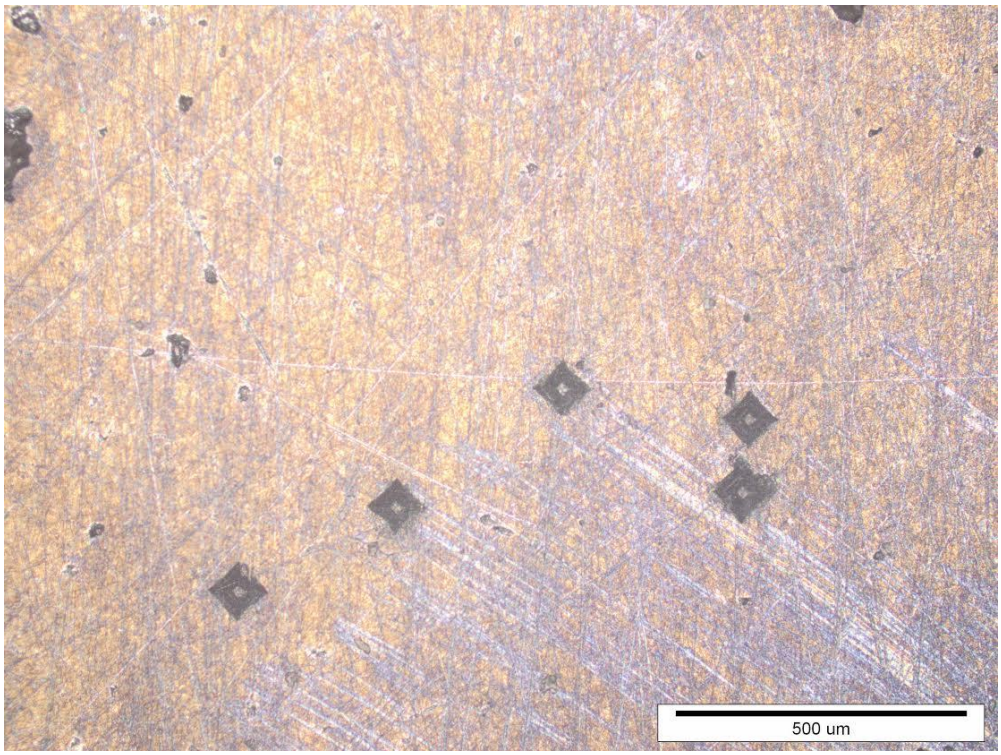
Ispitivanje mikrotvrdoće je provedeno na tvrdomjeru PMT 3 metodom prema Vickersu. Indentor je utiskivan utegom mase 100 grama, tj. određivana je HV 0,1. Faktor uvećanja tvrdomjera je 0.302, a vrijeme opterećenja je 10 sekundi. Za svaki uzorak mjerenje je provedeno 5 puta, a rezultati mjerenja su prikazani tablicama i odgovarajućim slikama snimljenih na svjetlosnom mikroskopu Olympus GX51.



Slika 29 Prikaz otisaka utega na uzorku 1

Tablica 4.6 Prikaz rezultata mjerenja tvrdoće na uzorku 1

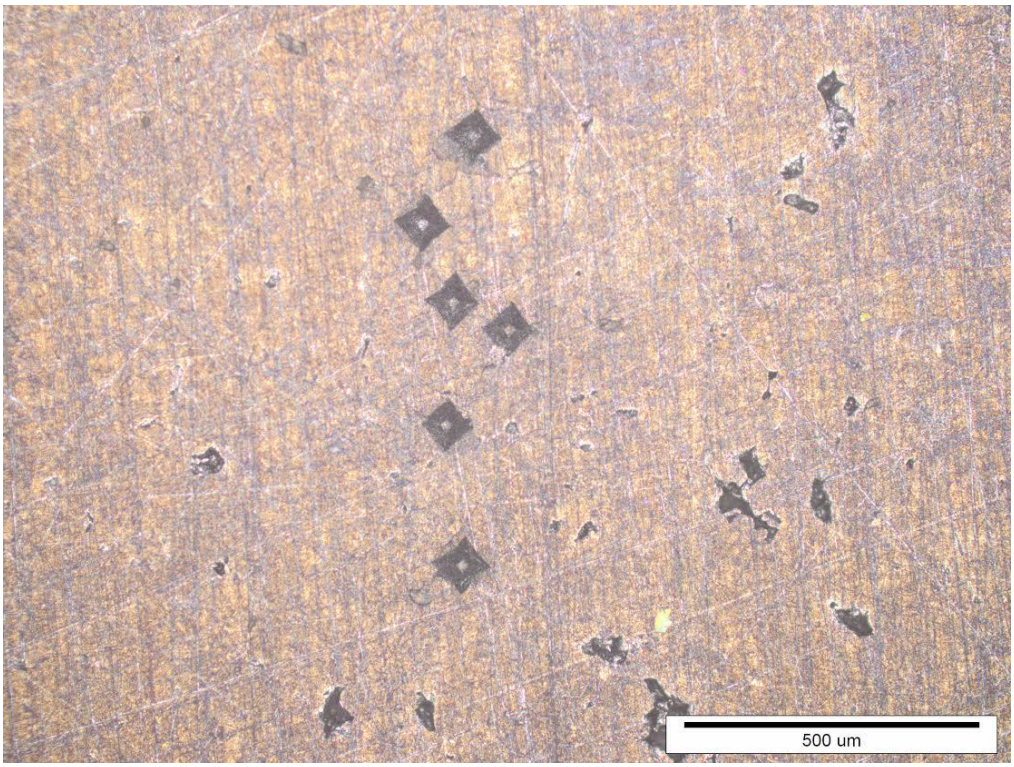
Broj mjerenja	L (μm)	D (μm)	Δ=D-L (μm)	m	m·Δ (μm)	tvrdoća
1.	248	544	296	0,302	89,4	23,2 HV 0,1
2.	250	537	287	0,302	86,7	24,7 HV 0,1
3.	241	547	306	0,302	92,4	21,7 HV 0,1
4.	238	541	303	0,302	91,5	22,1 HV 0,1
5.	239	546	307	0,302	92,7	21,6 HV 0,1
Srednja vrijednost						22,3 HV 0,1



Slika 30 Prikaz otisaka utega na uzorku 2

Tablica 4.7 Prikaz rezultata mjerenja tvrdoće na uzorku 2

Broj mjeranja	L (μm)	D (μm)	Δ=D-L (μm)	m	m·Δ (μm)	tvrdoća
1.	221	569	348	0,302	105,1	16,8 HV 0,1
2.	219	564	345	0,302	104,2	17,1 HV 0,1
3.	228	567	339	0,302	102,4	17,7 HV 0,1
4.	224	557	333	0,302	100,6	18,3 HV 0,1
5.	219	567	348	0,302	105,1	16,8 HV 0,1
Srednja vrijednost						17,3 HV 0,1



Slika 31 Prikaz otisaka utega na uzorku 3

Tablica 4.8 Prikaz rezultata mjerenja tvrdoće na uzorku 3

Broj mjeranja	L (μm)	D (μm)	Δ=D-L (μm)	m	m·Δ (μm)	tvrdoća
1.	234	548	314	0,302	94,8	20,6 HV 0,1
2.	233	542	309	0,302	93,3	21,3 HV 0,1
3.	253	553	300	0,302	90,6	22,6 HV 0,1
4.	249	551	302	0,302	91,2	22,5 HV 0,1
5.	248	549	301	0,302	90,9	22,4 HV 0,1
Srednja vrijednost						21,9 HV 0,1

5. Zaključak

U eksperimentalnom dijelu rada je dokazano da tlak predstavlja ključni parametar u određivanju svojstava materijala dobivenih metalurgijom praha, točnije, hladnim izostatskim prešanjem. Tvrdoća je odabrana kao svojstvo čijom se usporedbom za različite parametre tlaka korištene tijekom konsolidacije, ostvaruju različita svojstva materijala Utvrđena je proporcionalna ovisnost između tlaka pri prešanju i dobivene mikrotvrdoće uzoraka što upućuje na postizanje većeg stupnja konsolidacije.

Također, tlak utječe i na mikrostrukturu konstrukcijskih dijelova na način da primjenom višega tlaka dobivamo manji volumni udio pora manjih dimenzija što je izrazito bitno na zrakoplovnim konstrukcijama gdje bi svaka prisutna pora u uvjetima dinamičkog opterećenja potencijalno predstavljala koncentrator naprezanja i optimalno mjesto za inicijaciju pukotine. Dakle, varirajući parametre tlaka dolazi se do bitnoga zaključka da je za bolja mehanička svojstva konstrukcijskih dijelova potrebno djelovati višom silom.

Buduća ispitivanja trebalo bi usmjeriti na dodatnom smanjenju udjela pora, bilo prešanjem na povišenim temperaturama ili dodavanjem praha nekog drugog elementa u smjesu koji bi osigurao bolje metalurško povezivanje čestica tijekom konsolidacije.

LITERATURA

[1] http://hr.wikipedia.org/wiki/Aluminij

[2] Danko Ćorić; Tomislav Filetin, Materijali u zrakoplovstvu, 2012.

[3] http://www.intechopen.com/books/fracture-mechanics-properties-patterns-and-behaviours/fracture-behavior-evaluation-of-high-strength-7050-and-7075-aluminum-alloys-using-v-notched-specimen

[4] Tamara Aleksandrov Fabijanić, Razvoj referentnih pločica tvrdoća po Vickersu postupkom metalurgije praha, Doktorski rad, 2014.

[5] Ljerka Slokar, Metalurgija praha i sinter materijali, 2015.

[6] „Metalurgija praha", prof.dr.sc. Božidar Matijević, Fakultet strojarstva i brodogradnji, www.fsb.unizg.hr, 2011

[7] Joel Fredrick Flumerflert, Aluminum powder metallurgy processing, 1998.

[8] Gopal S. Upadhyaya: Cemented Tungsten Carbide: Production, Properties and Testing, Noyes Publications, 1998.

[9] http://www.aeropro.sk/en/eurofox-technickeudaje.html

[10] ASM Handbook Volume 7: Powder Metal Technologies and Applications, ASM International, 1998.