

Utjecaj brzine hlađenja na mikrostrukturna i mehanička svojstva aluminijске legure EN AW-5754

Štengl, Karlo

Master's thesis / Diplomski rad

2016

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Metallurgy / Sveučilište u Zagrebu, Metalurški fakultet**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/um:nbn:hr:115:596980>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-04-25**



Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Metallurgy University of Zagreb - Repository of Faculty of Metallurgy University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
METALURŠKI FAKULTET

Karlo Štengl

DIPLOMSKI RAD

Sisak, rujan 2016.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
METALURŠKI FAKULTET

Karlo Štengl

**UTJECAJ BRZINE HLAĐENJA NA MIKROSTRUKTURNA I MEHANIČKA
SVOJSTVA ALUMINIJSKE LEGURE EN AW-5754**

DIPLOMSKI RAD

Mentor: doc. dr. sc. Natalija Dolić

Članovi Povjerenstva za ocjenu i obranu diplomskog rada:

1. izv. prof. dr. sc. Zdenka Zovko Brodarac, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet - predsjednica
2. doc. dr. sc. Natalija Dolić, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet - članica
3. doc. dr. sc. Ljerka Slokar, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet - članica
4. doc. dr. sc. Anita Begić Hadžipašić, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet - zamjenska članica

Sisak, rujan 2016.

Zahvala

Veliku zahvalnost na samom početku želim izraziti svojoj mentorici doc. dr. sc. Nataliji Dolić na svesrdnoj pomoći i stručnom vodstvu pri izradi mog diplomskog rada. Bez njezine susretljivosti, strpljenja, savjeta i podrške ovaj rad ne bi bio moguć, niti ostvaren. Zahvaljujem što nikada nije odustala od mene, što me pratila u radu kroz svo vrijeme mog studiranja, što je uvijek nastojala izvući iz mene najbolje čak i kada sam pružao otpor ili posustajao. Njezin entuzijazam, upornost i vjera u moje mogućnosti uvijek su mi bili motiv više. Kroz studiranje bila je moj mentor, u životu moj prijatelj.

Svim članovima Stručnog povjerenstva za ocjenu i obranu diplomskog rada, predsjednici izv. prof. dr. sc. Zdenki Zovko Brodarac, doc. dr. sc. Aniti Begić Hadžipasić i doc. dr. sc. Ljerki Slokar, zahvaljujem na strpljenju pri pregledavanju i analizi mog diplomskog rada i korisnim savjetima koji su mi pomogli poboljšati njegov konačni oblik, ali i svim prijateljskim riječima te prenesenom znanju tijekom svih godina studiranja.

Mr. sc. Katarini Terzić želim zahvaliti na pomoći, stručnom vodstvu te svakoj korisnoj sugestiji tijekom pripreme uzoraka i njihovih mikrostrukturnih ispitivanja na svjetlosnom mikroskopu. Najviše zahvaljujem na pruženom osjećaju dobrodošlice u svakom trenutku u kojem mi je bila potrebna njena pomoć, prijateljskom ozračju i ugodnoj atmosferi rada.

Posebno se želim zahvaliti doc. dr. sc. Željku Alaru i tehničkim suradnicima koji su za mene pronašli vrijeme, prihvatali me i ugostili na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu. Srdačno im se zahvaljujem što su mi omogućili provođenje ispitivanja u okviru Laboratorija za ispitivanje mehaničkih svojstava, bez kojeg ovaj rad ne bi bio moguć.

Iskazujem zahvalnost izv. prof. dr. sc. Tamari Holjevac-Grgurić koja mi je uvijek rado, čak i onda kada je bila u stisci s vremenom prenosila svoje znanje.

Hvala želim reći i gđi. Ljiljani Srećec, tehničkoj suradnici što je svo vrijeme koje sam proveo u Laboratoriju za kemiju bila uz mene i vodila računa da dobijem što bolje rezultate. Hvala na ljubaznosti, brizi i korisnim savjetima.

Zahvaljujem Borisu Prpiću, dipl. ing. iz tvrtke ALAS-INFO d.o.o. na izdvojenom vremenu, ljubaznosti i pomoći oko rezanja uzoraka vezanih za eksperimentalni dio mog diplomskog rada te se također zahvaljujem djelatnicima tokarske radionice Industrijsko-obrtničke škole, koji su te uzorke i obradili.

Zahvaljujem svim djelatnicima Metalurškog fakulteta kao i svim mojim dragim kolegama i studentima koji su mi na bilo koji način pomogli i omogućili da vrijeme na fakultetu bude kvalitetno provedeno.

Mojim roditeljima zahvaljujem na ljubavi, bezuvjetnoj podršci i vjeri u moj uspjeh. Bez njih sve ovo ne bi bilo moguće. Mama i tata, vi ste moj oslonac kad je najpotrebnije! Hvala vam!

I na kraju, velika hvala mojoj djevojci Matei na potpori i strpljenju, na ljubavi i vjeri, na motivaciji i razumijevanju. Ovaj diplomski rad posvećujem tebi!

SADRŽAJ

SAŽETAK	
ABSTRACT	
POPIS OZNAKA	
POPIS POKRATA	
POPIS SLIKA	
POPIS TABLICA	
1. UVOD	1
2. TEORIJSKI DIO	2
2.1. ALUMINIJSKE LEGURE	2
2.1.1. Aluminijске legure za gnječenje	2
2.1.2. Označavanje aluminijskih legura za gnječenje	4
2.2. TEHNOLOGIJA LIJEVANJA	5
2.2.1. Tehnologija lijevanja aluminijskih legura postupkom izravnog hlađenja vodom	5
2.2.2. Polukontinuirani vertikalni postupak lijevanja izravnim hlađenjem vodom	6
2.2.2.1. Primarno hlađenje	7
2.2.2.2. Sekundarno hlađenje	8
2.2.2.3. Oblik i dimenzije lijevka u bloku za vrijeme lijevanja DC postupkom	10
2.2.2.4. Utjecaj brzine skrućivanja i brzine hlađenja za vrijeme lijevanja DC postupkom	12
2.3. UTJECAJ PARAMETARA LIJEVANJA NA LIJEVANJE LEGURA DC POSTUPKOM	14
2.4. SKRUĆIVANJE I RAZVOJ PRIMARNE STRUKTURE BLOKA LIJEVANOG DC POSTUPKOM	15
2.4.1. Mikrosegregacija (segregacija u zrnu)	17
2.4.2. Makrosegregacije u bloku	19
2.5. USITNJAVANJE ZRNA ALUMINIJSKIH LEGURA ZA GNJEČENJE	21
2.6. FAZNI DIJAGRAMI SKRUĆIVANJA Al-Mg SUSTAVA	23
2.6.1. Al-Mg sustav	23
2.6.2. Al-Fe-Mg sustav	24
2.6.3. Al-Fe-Mn sustav	25
2.6.4. Al-Fe-Mg-Mn sustav	26
2.6.5. Al-Fe-Mg-Si sustav	27
2.6.6. Al-Fe-Mg-Mn-Si sustav	28
2.6.7. Skrućivanje legure EN AW-5754	29
2.7. PROCES HOMOGENIZACIJE U INDUSTRIJSKOJ PROIZVODNJI ALUMINIJSKIH LEGURA	30
2.7.1. Utjecaj procesa homogenizacije na razvoj mikrostrukture legure EN AW-5454	32
3. EKSPERIMENTALNI DIO	34
3.1. LIJEVANJE BLOKOVA DC POSTUPKOM	34
3.2. METODOLOGIJA ISPITIVANJA	39
3.2.1. Termodinamičko modeliranje ravnotežnog faznog dijagrama	

legure EN AW-5754 programskim paketom Thermo-Calc	39
3.2.2. Ispitivanje mikrostrukture na svjetlosnom i pretražnom elektronском mikroskopу	40
3.2.3. Uzimanje uzorka za određivanje veličine i broja zrna po jedinici površine	40
3.2.4. Metalografska priprema uzorka	41
3.2.5. Elektrolitičko nagrizanje uzorka	42
3.2.6. Određivanje veličine zrna pomoću svjetlosnog mikroskopa	43
3.2.7. Poluautomatska metoda mjerjenja veličine zrna mjeranjem duljine presijecanja zrna \bar{l}	43
3.3. ISPITIVANJE MEHANIČKIH SVOJSTAVA	44
4. REZULTATI I DISKUSIJA REZULTATA	47
4.1. TERMODINAMIČKO MODELIRANJE RAVNOTEŽNOG FAZNOG DIJAGRAMA LEGURE EN AW-5754 PROGRAMSKIM PAKETOM THERMO-CALC	47
4.2. REZULTATI ISPITIVANJA MIKROSTRUKTURE	49
4.3. REZULTATI ISPITIVANJA MEHANIČKIH SVOJSTAVA	53
4.3.1. Rezultati ispitivanja vlačne čvrstoće	53
4.3.2. Rezultati ispitivanja granice razvlačenja	55
4.3.3. Rezultati ispitivanja istezanja	56
4.4. KVALITATIVNA I KVANTITATIVNA ANALIZA MIKROSTRUKTURNIH KONSTITUENATA LEGURE EN AW-5754	58
5. ZAKLJUČAK	62
6. LITERATURA	64
ŽIVOTOPIS	68

SAŽETAK

U okviru ovog diplomskog rada određivan je utjecaj brzine hlađenja na veličinu tj. broj zrna po jedinici površine i mehanička svojstva (vlačnu čvrstoću, granicu razvlačenja i istezljivost) bloka legure EN AW-5754 lijevanog polukontinuiranim vertikalnim postupkom izravnog hlađenja vodom (Direct-Chill). U eksperimentalnom djelu ovoga rada, u svrhu određivanja kinetike pojedinih faza u leguri EN AW-5754, proveden je termodinamički proračun fazne ravnoteže pomoću programskog paketa Thermo-Calc (TCW 5.0) s kojim je pretpostavljen slijed izlučivanja faza: α_{Al} , Al_3Fe , Mg_2Si , Al_6Mn i Al_3Mg_2 . Prisutnost pojedinih intermetalnih faza i njihova morfologija ispitana je pretražnim elektronskim mikroskopom (SEM) opremljenim s energijskim disperzivnim spektrometrom (EDS) pomoću kojih su kvantitativnom analizom utvrđeni sljedeći mikrostrukturni konstituenti: crna intermetalna faza Mg_2Si nepravilnog razgranatog oblika i bijela intermetalna faza $\text{Al}_8(\text{Fe}, \text{Mn})\text{Mg}_3\text{Si}_6$ morfologijom vrlo sličnom kineskom pismu. Ispitivanjem mikrostrukture poprečno izrezane ploče s kraja bloka legure EN AW-5754 u lijevanom stanju i njihovom kvantifikacijom utvrđena je nejednolika raspodjela istoosnih zrna po poprečnom presjeku ispitivane ploče (bez zone stubičastih kristala) s povećanjem broja zrna po jedinici površine od sredine prema najintenzivnije hlađenim rubovima bloka. Dobivene vrijednosti vlačne čvrstoće i istezljivosti pokazuju trend povećanja od sredine prema rubu bloka, što analogno prati promjenu mikrostrukture. Vrijednosti za granicu razvlačenja ne pokazuju karakterističan trend ponašanja.

Ključne riječi: aluminijска легура EN AW-5754, VDC поступак, број зрна по јединици површине, меканичка својства, брзина хлађења

INFLUENCE OF COOLING RATE ON THE MICROSTRUCTURAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF ALUMINIUM ALLOY EN AW-5754

ABSTRACT

Within this thesis it has been determined how the cooling rate affects the size, that is, the number of grains per unit area, as well as mechanical properties (tensile strength, yield strength and elongation) of slabs of the alloy EN AW-5754 cast with the semicontinuous vertical direct water cooling process (Direct-Chill). Within the experimental part of the thesis with the purpose of determining the kinetics of certain phases within the alloy EN AW-5754, thermodynamically calculated equilibrium phases have been obtained on the basis of the software package Thermo-Calc (TCW 5.0) by which the following sequence of phase excretion was predicted: α_{Al} , Al_3Fe , Mg_2Si , Al_6Mn and Al_3Mg_2 . The presence of certain intermetallic phases and their morphology were analyzed with the scanning electron microscope (SEM) equipped with energy dispersive spectrometer (EDS) by which the following microstructural constituents were quantitatively analyzed: the black intermetallic phase Mg_2Si with an irregular branched shape and the white intermetallic phase $\text{Al}_8(\text{Fe}, \text{Mn})\text{Mg}_3\text{Si}_6$ with a morphology similar to chinese script. By examining the microstructure of the cross-sectioned plate on the end of the cast slab of the alloy EN AW-5754 in as-cast state the uneven distribution of equiaxed grains have been determined across the cross section of the examined plate (without the columnar crystal zone) with the increasement of the grain number per unit area from the middle towards the most intensely cooled slab edges. The obtained values of tensile strength and elongation show a tendency of increasement from the middle towards the edge of the slab, which analogously follows the microstructural change. The distinctive trend of behavior is not shown by the yield strength values.

Key words: aluminium alloy EN AW-5754, VDC process, grain number per unit area, mechanical properties, cooling rate

POPIS OZNAKA

OZNAKA	OPIS	MJERNA JEDINICA
R_m	vlačna čvrstoća	MPa
Pe	Peclet-ov broj	
ρ	gustoća	kg/m ³
c	specifična toplina	J/kg K
V_c	brzina lijevanja	m/s
r	polumjer bloka	m
λ	toplinska provodljivost	W/mK
Bi	Biot-ov broj	
q	koeficijent prijenosa topline	W/m ² K
H	dubina lijevka	m
λ_s	toplinska provodljivost krute faze	W/mK
T_m	temperatura taljenja slitine	K
T_s	temperatura površine bloka (ili temperatura vode)	K
ΔH_f	latentna toplina skrućivanja	J/mol
ρ_s	gustoća krute tvari	kg/m ³
c_s	specifična toplina krute tvari	J/kg K
V_S	brzina skrućivanja	m/s
α_n	kut između osi bloka i normale na front skrućivanja	°
G	toplinski gradijent	
V_s^{max}	maksimalna srednja brzina skrućivanja	m/s
ΔH	razlika u entalpijama tekuće faze u točki taljenja, T_m i krute faze pri temperaturi $(T_m - T_s)/2$	J/mol
v_{hl}	brzina hlađenja	°C/s
k	ravnotežni koeficijent rasподјеле otopljenog elementa	
α_{Al}	kruta otopina aluminija	
α - faza (Al)	kruta otopina s plošno centriranom kubičnom rešetkom (fcc), s maksimalnom topljivosti Mg u α_{Al} od 17,4 %, pri eutektičkoj temperaturi od 450 °C	

δ - faza (Mg)	kruta otopina s heksagonalnim gustim slaganjem (hcp), s maksimalnom topljivosti Al u δ od 12,9 %, pri eutektičkoj temperaturi od 437 °C	
β - faza	spoј s približnim stehiometrijskim sastavom Al_8Mg_5 , s kompleksnom plošno centriranom rešetkom (fcc) - naziva se i Al_3Mg_2	
R - faza (ε)	spoј koji nastaje pri 39 % Mg	
L	talina	
a, b, c	parametri rešetke	
$\pi(h)$ - faza	$Al_8FeMg_3Si_6$	
h	debljina bloka	m
b	širina bloka	m
l	duljina bloka	m
\bar{l}	srednja duljina presijecanja	μm
N_A	broj zrna po jedinici površine	No./mm ²
<i>G-broj</i>	veličina zrna	
T_L	likvidus temperatura	°C
T_E	temperatura izlučivanja eutektika	°C
$R_{p0.2}$	granica razvlačenja	MPa
A_{50}	izduženje	%
R_k	konačno naprezanje	N/mm ²
σ	vlačno naprezanje	N/mm ²
ε	relativno produljenje	mm

POPIS POKRATA

DC	postupak izravnog hlađenja vodom
VDC	vertikalni postupak izravnog hlađenja vodom
HDC	horizontalni postupak izravnog hlađenja vodom
TEM	transmisijska elektronska mikroskopija
TCW	programski paket „Thermo-Calc“
SEM	skenirajući elektronski mikroskop
EDS	energijsko disperzivni spektrometar
EMP	elektromagnetska pumpa
ALPUR	sustav za otplinjavanje
OES	optički emisijski spektrometar

POPIS SLIKA

Slika 1.	Klasifikacija aluminijskih legura prema količini legirajućih elemenata [13, 14]	4
Slika 2.	Shematski prikaz vertikalnog DC postupka lijevanja aluminijskih blokova [20]	7
Slika 3.	Shematski prikaz procesa hlađenja kod vertikalnog DC postupka lijevanja aluminijskih blokova [20]	8
Slika 4.	Shematski prikaz različitih područja hlađenja tijekom lijevanja aluminijskih blokova vertikalnim DC postupkom [20]	9
Slika 5.	Detalji vodom hlađenog procesa skrućivanja pri DC postupku lijevanja aluminijskih blokova [20]	9
Slika 6.	Shematski prikaz područja (zona) u bloku za vrijeme DC lijevanja s naznačenim likvidus i solidus izotermama te koherencijskom izotermom koja je označena na 30 % krute faze [22]	10
Slika 7.	Shema izotermi, brzine skrućivanja i raspodjele toplinskog gradijenta za vrijeme DC lijevanja i eksperimentalno dobiven profil lijevka naglašen dodatkom sredstva za usitnjavanje [23]	13
Slika 8.	Ponašanje atoma za vrijeme skrućivanja taline aluminija [2]	15
Slika 9.	Nastanak primarne (lijevane) strukture [2]	16
Slika 10.	Tipična strukturalna područja u bloku ovisno o pothlađenju [28]	16
Slika 11.	Segregacija u zrnu [2]	18
Slika 12.	Aluminijeva strana binarnog dijagrama Al-Mg [24, 26]	19
Slika 13.	Obrnuta ili makrosegregacija (krivulje 1 i 2) te površinska segregacija u odljevku (shema makrostrukture 1 i 2), tj. znakoviti porast legirajućih elemenata u rubnoj zoni i na površini bloka [24, 26]	20
Slika 14.	Poprečni presjek lijevanog aluminijskog bloka [33]	22
Slika 15.	Binarni dijagram stanja Al-Mg sustava [40]	23
Slika 16.	Rasporedjenost faznih područja u Al-Fe-Mg sustava pri 452, 427 i 377 °C [44]	25
Slika 17.	Projekcije područja skrućivanja Al-Fe-Mn sustava [44]	26
Slika 18.	Projekcije aluminijskog kuta Al-Fe-Mg-Mn sustava [44]	27
Slika 19.	Projekcije aluminijskog kuta Al-Fe-Mg-Si sustava [44]	28
Slika 20.	Raspodjela faznih područja Al-Mg legura u krutom stanju u Al-Fe-Mg-Mn-Si sustavu [44]	29
Slika 21.	Termodinamički izračun neravnotežnog faznog dijagrama legure EN AW-5754 [46]	29
Slika 22.	Poprečni presjek blokova legure EN AW-5754 [46]	30
Slika 23.	Prikaz mikrostrukture sredine bloka literaturno obrađene legure EN AW-5754 [46]	30
Slika 24.	Prikaz mikrostrukture bloka aluminijске legure EN AW-5454 u lijevanom stanju [48]	32
Slika 25.	Prikaz dviju različitih intermetalnih faza u lijevanoj strukturi bloka aluminijске legure EN AW-5454, 1000x [48]	33
Slika 26.	Snimke mikrostrukture uzoraka aluminijске legure EN AW-5454 nakon provedene homogenizacije pri različitim temperaturama držanja, 1000x [48]	33
Slika 27.	Shematski prikaz moderniziranog postupka izrade blokova polukontinuiranim vertikalnim postupkom lijevanja	34
Slika 28.	Talionička peć	35
Slika 29.	Postupak lijevanja	36

Slika 30. Lijevani blok legure EN AW-5754 izliven na rekonstruiranoj i moderniziranoj liniji za lijevanje blokova s naznačenim mjestom uzimanja ploče (s kraja lijevanja)	38
Slika 31. Uređaji za mikrostrukturnu analizu	40
Slika 32. Poprečno izrezana ploča bloka legure EN AW-5754, šarže 3714, podijeljena na 12 segmenata	41
Slika 33. Shema poprečno izrezane ploče bloka legure EN AW-5754, šarže 3714, podijeljene na 12 segmenata s označenim mjestima uzimanja uzoraka za mikrostrukturna ispitivanja	41
Slika 34. Uređaj za automatsku pripremu uzorka Vector LC (Buehler)	42
Slika 35. Elektrolitičko nagrizanje uzorka (aparatura)	43
Slika 36. Primjer određivanja veličine zrna poluautomatskom metodom mjerjenja duljine presijecanja zrna na uzorku 1 nagriženom Barker-ovim reagensom promatran pod polarizacijskim svjetlom uz dodatak tintnog filtra	44
Slika 37. Shema poprečno izrezane ploče bloka legure EN AW-5754, šarže 3714, podijeljene na 12 segmenata s označenim mjestima uzimanja uzoraka za statička vlačna ispitivanja	44
Slika 38. Shema epruveta za vlačna ispitivanja	45
Slika 39. Okrugle epruvete za vlačna ispitivanja	45
Slika 40. Epruvete nakon statičkog vlačnog ispitivanja	45
Slika 41. Kidalica EU 40mod	46
Slika 42. Električni ekstenzimetar na prednapregnutoj aluminijskoj epruveti	47
Slika 43. Termodinamički izračun ravnotežnog faznog dijagrama ispitane legure EN AW-5754, šarže 3714	48
Slika 44. Prikaz intervala temperaturne stabilnosti pojedinih faza pri ravnotežnom skrućivanju u ispitanoj leguri EN AW-5754, šarže 3714	49
Slika 45. Snimke mikrostrukture uzorka uzetih s ruba bloka, 100x	50
Slika 46. Snimke mikrostrukture uzorka uzetih iz sredine bloka, 100x	51
Slika 47. Grafički prikaz raspodjele broja zrna unutar poprečno izrezane ploče za uzorke uzete s ruba (uzorci 13, 14, 15, 16, 5, 6, 7, 8) i iz sredine ploče (9, 10, 11, 12, 1, 2, 3, 4)	53
Slika 48. Raspored srednjih vrijednosti za vlačnu čvrstoću u uzorcima uzetih s ruba (uzorci 13, 15, 16, 5, 7, 8) i iz sredine ispitanih bloka (uzorci 9, 11, 12, 1, 3, 4)	54
Slika 49. Raspored srednjih vrijednosti za granicu razvlačenja u uzorcima uzetih s ruba (uzorci 13, 15, 16, 5, 7, 8) i iz sredine ispitanih bloka (uzorci 9, 11, 12, 1, 3, 4)	56
Slika 50. Reprezentativni primjer $\sigma-\varepsilon$ dijagrama uzorka 1A	56
Slika 51. Raspored srednjih vrijednosti istezanja u uzorcima uzetih s ruba (uzorci 13, 15, 16, 5, 7, 8) i iz sredine ispitanih bloka (uzorci 9, 11, 12, 1, 3, 4)	57
Slika 52. Snimka mikrostrukture uzorka 9A uzetog sa lijevanog bloka legure EN AW-5754, snimljena na SEM-u s naznačenim mjestima provođenja kvalitativne analize	58
Slika 53. Snimka mikrostrukture uzorka 9A uzetog sa lijevanog bloka legure EN AW-5754, snimljena na SEM-u s naznačenim mjestima provođenja kvalitativne analize pojedinih faza putem EDS-a, njihovim pripadajućim spektrima i kvantitativnim analizama za faze na osnovi magnezija i silicija	59
Slika 54. Snimka mikrostrukture uzorka 9A uzetog sa lijevanog bloka legure EN AW-5754, snimljena na SEM-u s naznačenim mjestima provođenja kvalitativne analize pojedinih faza putem EDS-a, njihovim pripadajućim spektrima i kvantitativnim analizama za faze na osnovi željeza	60

- Slika 55** Snimka mikrostrukture uzorka 9A uzetog s lijevanog bloka legure EN AW-5754 snimljena na SEM-u s pripadajućim slikama distribucije elemenata na određenoj površini (maping analiza) 61

POPIS TABLICA

Tablica 1.	Podjela i osnovne značajke gnječivih aluminijskih legura [13, 15]	3
Tablica 2.	Označavanje glavnih skupina Al legura [8]	5
Tablica 3.	Najčešće pojavljivane čestice skupine 5xxx pri povišenim temperaturama homogenizacije	31
Tablica 4.	Promjene u mikrostrukturi za vrijeme homogenizacije Al legura skupine 5xxx [39]	32
Tablica 5.	Struktura uloška za ispitivanu leguru EN AW-5754, šarža 3714	35
Tablica 6.	Parametri lijevanja	38
Tablica 7.	Kemijski sastav taline ispitivane legure EN AW-5754, šarže 3714 te normom propisan sastav [11]	39
Tablica 8.	Vrijeme nagrizanja uzoraka	42
Tablica 9.	Karakteristike kidalice EU 40mod	46
Tablica 10.	Karakteristike ekstenzimetra	47
Tablica 11.	Redoslijed ravnotežnog skrućivanja izračunat pomoću programskog paketa Thermo-Calc	49
Tablica 12.	Rezultati mjerjenja veličine zrna dobiveni poluautomatskom metodom određivanja veličine zrna mjerenjem srednje duljine presijecanja zrna za uzorke uzete s ruba i iz sredine poprečno izrezane ploče s kraja bloka legure EN AW-5754	52
Tablica 13.	Vrijednosti vlačne čvrstoće R_m za uzorke uzete s ruba i iz sredine ispitivanog bloka aluminijске legure EN AW-5754	54
Tablica 14.	Vrijednosti granice razvlačenja $R_{p0.2}$ za uzorke uzete s ruba i iz sredine ispitivanog bloka aluminijске legure EN AW-5754	55
Tablica 15.	Vrijednosti istezanja A50 za uzorke uzete s ruba i iz sredine ispitivanog bloka aluminijске legure EN AW-5754	57

1. UVOD

Globalno društvo suočava se s velikim izazovima u promjenama ljudskih gospodarskih djelatnosti i načina života, a sve iz razloga da se omogući održiv put kroz 21. stoljeće [1]. Navedene izazove dijele svi narodi, industrija i zajednica, a jedni od najvažnijih su poboljšanje kvalitete života, očuvanje prirodne okoline i ekološki razvitak. Proizvodi ljudske genijalnosti, uključujući industrijsku kreaciju poput svestranog metala aluminija, imaju vitalnu ulogu za uspješno rješavanje navedenih izazova.

Mnogi su razlozi ubrzanog i održivog rasta uporabe aluminija i njegovih legura [2]. Aluminij i njegove legure odlikuju se izvrsnim svojstvima: mala gustoća, otpornost na koroziju, dobra električna i toplinska vodljivost, visoka reflektivnost na svjetlost i zračenje itd [3]. Mnogobrojni su primjeri uporabe aluminija i njegovih legura, kao što su izrada industrijske ambalaže u obliku folija, zatvarača, spremnika hrane, u građevinarstvu, elektrotehnici, strojogradnji, industriji transportnih sredstava (od automobila i željezničkog prijevoza do brodova i zrakoplova). Sve navedeno su dovoljni razlozi zašto je aluminij za kratko vrijeme po svjetskoj godišnjoj proizvodnji (koja je u 2015. godini iznosila 58 mil. t) stigao na drugo mjesto među metalima, odmah iza čelika [4].

Aluminij i njegove legure upotrebljavaju se i za lijevanje i za gnječenje, a mogu se lako obrađivati i odvajanjem čestica [5]. Budući da je aluminij relativno mekan i ima nisku vlačnu čvrstoću, za tehničku primjenu obično se upotrebljava legiran. Legiranjem se poboljšavaju mehanička svojstva, prvenstveno vlačna čvrstoća i tvrdoća te žilavost i livljivost.

Postupak lijevanja igra bitnu ulogu u kontroli kvalitete gotovog proizvoda. Polukontinuirani postupak lijevanja direktnim hlađenjem vodom (Direct-Chill - DC) je trenutno najrašireniji postupak lijevanja u proizvodnji aluminijskih legura, u kojem vodom hlađeni kalup inicira prvi dio skrućivanja, dok se drugi dio skrućivanja ostvaruje izravnim hlađenjem bloka vodom pri njegovom pojavljivanju na donjem djelu kokile [6, 7]. Ovim se postupkom lijevanja obično proizvode ingoti namijenjeni naknadnoj obradi plastičnom deformacijom. U prosjeku, oko 85 % aluminija koristi se za proizvode dobivene plastičnom deformacijom, npr. valjana ploča (> 6 mm debljine), lim (0,2 - 6 mm), folija ($< 0,2$ mm), cijev, šipka, gredica, žica [8]. Ingoti pravokutnog poprečnog presjeka se postupkom valjanja oblikuju u folije, limove i ploče, dok se ingoti kružnog poprečnog presjeka postupcima istiskivanja oblikuju u cijevi, šipke i žice [3].

Poznato je da su svojstva lijevanih proizvoda prvenstveno određena razvojem mikrostrukture tijekom procesa skrućivanja [9, 10]. Struktura zrna aluminijskih legura namijenjenih gnječenju u lijevanom (primarnom, *engl. as-cast*) stanju ima direktan utjecaj na kasniju obradu i svojstva konačnog proizvoda, stoga je specifična kontrola nuklearacije dodatkom kemijskih sredstava tj. cjepiva namijenjenih usitnjavanju zrna od najveće važnosti za industriju aluminija. Pri lijevanju aluminijskih legura namijenjenih gnječenju dodatak cjepiva suzbija rast grubih stubičastih zrna te omogućuje nastanak sitne i ujednačene istosne strukture zrna. Najčešće upotrebljavana komercijalna cjepiva su ona na bazi Al-Ti-B. Usitnjavanje zrna znatno olakšava (potpomaže) lijevanje blokova DC postupkom i pritom omogućuje veće brzine lijevanja smanjujući sklonost nastajanju pukotina u te samim time i bolja svojstva lijevanog bloka što poboljšava naknadnu mehaničku obradu.

U teorijskom dijelu rada opisan je sustav označavanja aluminijskih legura namijenjenih gnječenju, postupak polukontinuiranog lijevanja izravnim hlađenjem vodom, objašnjeno je skrućivanje i razvoj primarne strukture lijevanog bloka te načini usitnjavanja

zrna aluminijskih legura za gnječenje uporabom sredstva za usitnjavanje zrna. Također su objašnjeni dijagrami skrućivanja sustava vezanih za legure serije 5xxx, kao i naknadni postupak obrade lijevanih blokova postupkom homogenizacije te njegove prednosti.

Područje istraživanja ovoga rada je određivanje utjecaja brzine hlađenja, ovisno o mjestu uzimanja uzorka u bloku, na veličinu tj. broj zrna po jedinici površine i mehanička svojstva (vlačnu čvrstoću, granicu razvlačenja i istezljivost) bloka aluminijске legure EN AW-5754, proizведенog na moderniziranoj liniji za lijevanje polukontinuiranim vertikalnim postupkom lijevanja izravnim hlađenjem vodom (VDC) u ljevaonici TLM-a d.d. u Šibeniku. Sukladno normi EN 573-3 [11] navedena legura EN AW-5754, kemijskog simbola AlMg3, spada u teško gnječive, toplinski neočvrstive aluminijске legure legirane s magnezijem koje se odlikuju malom specifičnom masom, visokim mehaničkim svojstvima i otpornošću prema koroziji u uvjetima obične i morske atmosfere [12].

2. TEORIJSKI DIO

2.1. ALUMINIJSKE LEGURE

2.1.1. Aluminijске legure za gnječenje

Danas je na tržištu moguće naći tri vrste aluminijskih materijala [13, 14]: elektrolitički najčišći aluminij (99,99 % Al), tehnički čisti aluminij (99,00 - 99,80 % Al) i aluminijске legure, a uglavnom se temelje na tehnički čistom metalurškom aluminiju ili pretaljenom aluminijskom otpadu.

S obzirom na način prerade aluminija (proizvodnja poluproizvoda i gotovih proizvoda) razlikujemo legure za lijevanje i legure za gnječenje.

Najčešći postupci za obradu deformacijom bilo u hladnom ili topлом stanju legura namijenjenih gnječenju su: valjanje, istiskivanje, kovanje, provlačenje, savijanje i duboko vučenje. Postupak lijevanja kojim se izrađuju blokovi i trupci uvijek prethodi postupcima valjanja i istiskivanja. Najviše aluminijskih legura količinski se preradi postupcima valjanja i istiskivanja. Najčešći valjani poluproizvodi su limovi, trake i folije, a poluproizvodi dobiveni istiskivanjem su profili, cijevi, šipke i žica.

Na mogućnost očvršćavanja toplinskom obradom pojedinih legura iz navedenih osnovnih skupina [13, 14] utječe njihov kemijski sastav, pa se ovisno o kemijskom sastavu može smatrati da postoje dvije osnovne skupine aluminijskih legura: toplinski neočvrstive (očvršćavanje deformiranjem u hladnom stanju) i toplinski očvrstive legure (očvršćavanje precipitacijom), tablica 1.

Kod aluminijskih legura namijenjenih gnječenju ukupni sadržaj legirajućih elemenata kreće se između 0,5 - 6,0 % [13, 14]. Prema osnovnoj podjeli aluminijskih legura za gnječenje (prema kemijskom sastavu i mogućnostima očvršćavanja), Al-Mg legure su one koje očvršćavaju deformacijom u hladnom stanju i od njih se traži dovoljna čvrstoća u hladnom stanju, kao i dobra korozionska postojanost, tablica 1 [13, 15].

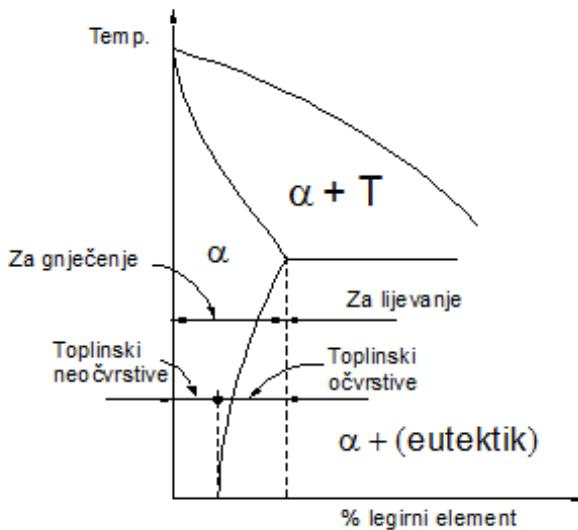
Tablica 1. Podjela i osnovne značajke gnječivih aluminijskih legura [13, 15]

Vrsta legure	Način očvršćavanja	Vlačna čvrstoća R_m [MPa]
Al-Mn	Deformiranjem u hladnom stanju (Toplinski neočvrstive legure)	200-350
Al-Mg		
Al-Mg-Mn		
Al-Mg-Si	Precipitacijom (Toplinski očvrstive legure)	~ 330
Al-Cu-Mg		~ 450
Al-Zn-Mg		~ 400
Al-Zn-Mg-Cu		~ 550
Al-Li-Cu-Mg		~ 500

Legure, većina njih, koje *očvršćavaju deformiranjem u hladnom stanju* imaju mikrostrukturu koja se sva sastoji od krute otopine, što je dodatni faktor u prilog njihovoj visokoj plastičnosti i koroziskoj postojanosti [13, 15]. Legure koje se koriste za brodsku nadgradnju su legure s većim sadržajem magnezija i imaju odličnu postojanost u morskoj vodi i morskoj atmosferi. Legure se zbog željenih mehaničkih svojstava, koja se postižu stupnjem deformacije primijenjenim u zadnjoj fazi hladnog oblikovanja deformiranjem, obično isporučuju u mekom stanju ili nakon određenog stupnja hladne deformacije. Glavni nedostatak im leži u činjenici da se mehanička svojstva materijala, proizvedenog na konačne dimenzije ne mogu više mijenjati osim mekšanjem postupkom žarenja.

Kada se traži povoljan odnos čvrstoće prema masi prednost imaju *precipitacijski očvrstive legure* čiju osnovu čine legirajući elementi bakar, magnezij, cink i silicij, koji s aluminijem (bakrom) ili međusobno (magnezijem, cinkom i silicijem) stvaraju intermetalne spojeve. Precipitacijsko očvršćavanje osnovni je postupak za povećanje čvrstoće i tvrdoće prethodno gnječenih legura, jer je očvrsnuće postignuto precipitacijom veće od onoga hladnim oblikovanjem. Drugi elementi koji se dodaju ovim legurama a služe za poboljšavanje određenih svojstava su: predlegura Ti-B koja usitnjuje zrno, olovo i bizmut poboljšavaju rezljivost, a krom pospješuje precipitacijsko očvršćivanje.

Granica topljivosti legirajućih elemenata ili intermetalnih spojeva pri sobnoj temperaturi predstavlja teorijsku granicu između toplinski neočvrstivih i toplinski očvrstivih legura aluminija za gnječenje, slika 1. Iz toga slijedi da se toplinski neočvrstive legure nalaze u dijagramu stanja u homogenom području, a toplinski očvrstive u heterogenom području. Granicu podjele legura na one za gnječenje i one za lijevanje ujedno predstavlja granica maksimalne topljivosti legirajućih elemenata u rešetci aluminija.



Slika 1. Klasifikacija aluminijskih legura prema količini legirajućih elemenata [13, 14]

Izborom legirajućih elemenata i hladnom plastičnom deformacijom postiže se kod toplinski neočvrstivih legura promjena metalurškog stanja, od mekog do tvrdog. Toplinskom obradom žarenjem [13, 14] postiže se suprotan efekt. U ovu skupinu spada čisti aluminij (serija 1xxx) te legure na bazi mangana (serija 3xxx), silicija (serija 4xxx) i magnezija (serija 5xxx).

Skupinu kod kojih se promjena metalurškog stanja postiže toplinskim očvršćavanjem čine skupine legura kojima je glavni legirajući element bakar (serija 2xxx), magnezij zajedno sa silicijem (serija 6xxx) te cink (serija 7xxx). Pojam toplinsko (strukturno) očvršćavanje ovdje treba biti shvaćen kao ciklička operacija kontroliranog grijanja i hlađenja metala koje se izvodi po preciznim pravilima, što je u osnovi toplinska obrada koja se provodi u tri faze (otapajuće žarenje, gašenje i dozrijevanje) u kombinaciji s hladnom ili toploplastičnom deformacijom, koja obično rezultira poboljšanjem mehaničkih svojstava (povećanje čvrstoće i tvrdoće).

2.1.2. Označavanje aluminijskih legura za gnječenje

Pedesetih godina prošlog stoljeća industrija aluminija usvojila je sustav označavanja aluminijskih legura za gnječenje koji koristimo i danas, naspram sustava za označavanje aluminijskih legura namijenjenih lijevanju koji je uveden i usvojen nešto kasnije [16].

Aluminijске legure za gnječenje označavaju se sukladno normama EN 573-1 [17] i EN 573-2 [18], čiji sustav označavanja omogućuje korisnicima identifikaciju i pruža bitne informacije o kemijskom sastavu i svojstvima aluminijskih legura.

Prema normama [17] i [18] označavanje legura za gnječenje sastoji se od:

- prefiksa EN, koji nam govori da se radi o europskoj normi (*engl. European Norm ili European Standard*) i iza kojeg slijedi prazno mjesto,
- slova AW, koja označavaju aluminijске legure za gnječenje (*engl. Aluminium Wrought*),
- crtice,
- četveroznamenkastog broja koji predstavlja kemijski sastav legure.

Npr. EN AW-5754.

Prva od četiri znamenke definira glavne legirajuće elemente i seriju legura, tablica 2. Drugi broj označava modifikacije na leguri (tip kontrole proizvođača) ili granicu nečistoća (čistoću aluminija). Ako je drugi broj 0 to označava da nema kontrole, brojevi od 1 do 9 označavaju različite kontrole nečistoća ili legirajućih elemenata u tvornici. Posljednja dva broja (treći i četvrti) imaju dva značenja. Ako je riječ o seriji *Ixxx*, označavaju postotak aluminija iznad 99,00 % (npr. 1045 označava nelegirani aluminij s 99,45 % čistoćom i preostalim 0,55 % nekontroliranim nečistoćama). U ostalim skupinama nemaju veću važnost, pa mogu označavati jednostavno serijski broj tj. identificirati aluminijsku leguru.

Tablica 2. Označavanje glavnih skupina Al legura [8]

Brojčana oznaka legure	Glavni legirajući elementi
<i>Ixxx</i>	Aluminij, minimalno 99,00 %
<i>2xxx</i>	Bakar
<i>3xxx</i>	Mangan
<i>4xxx</i>	Silicij
<i>5xxx</i>	Magnezij
<i>6xxx</i>	Magnezij i silicij
<i>7xxx</i>	Cink
<i>8xxx</i>	Ostali elementi (npr. željezo, kositar)
<i>9xxx</i>	Neupotrijebljene skupine

2.2. TEHNOLOGIJA LIJEVANJA

Postoje tri osnovne grupe procesa industrijskog lijevanja [13]:

- lijevanje blokova za pretaljivanje,
- lijevanje blokova, trupaca, šipki i traka za daljnju preradu deformiranjem postupcima istiskivanja, kovanja, valjanja i drugih,
- lijevanje različitim procesima u oblike prikladne za konačnu upotrebu bez daljne deformacije.

Nelegirani pretaljeni blok lijeva se odmah nakon taljenja primarnog aluminija u talionici. Primarni metal može se lijevati direktno iz lonca ili ide na legiranje u peć za držanje, a zatim se lijeva na liniji za lijevanje blokova. Umjesto primarnog metala, često se upotrebljava sekundarni aluminij kao uložak za procese i za dobivanje odgovarajućih produkata.

2.2.1. Tehnologija lijevanja aluminijskih legura postupkom izravnog hlađenja vodom

Ranih 30-ih godina prošlog stoljeća DC postupak lijevanja izumile su u Njemačkoj tvrtka VLW (*Vereinigte Leichtmetall-Werke*), danas Norsk Hydro te u Sjedinjenim Američkim Državama tvrtka ALCOA (*Aluminum Company of America*) neovisno jedna o drugoj [19]. Brzi razvoj i upotreba ovog načina lijevanja bila je potpomognuta zahtjevima

vojne industrije za lakis metalima za vrijeme Drugog svjetskog rata, kako u Sjevernoj Americi tako i u Europi. Taj je trend nastavljen i do danas kada se gotovo svi aluminijski blokovi i trupci lijevaju DC postupkom lijevanja. Osim aluminija ovim se postupkom mogu lijevati bakar, cink i magnezij [6].

Lijevanje blokova izravnim hlađenjem vodom je polukontinuirani postupak lijevanja u kojem vodom hlađena kokila inicira prvi dio skrućivanja [2]. Odmah zatim, vodom se prska kora koja okružuje još tekuću jezgru. Razlikuju se vertikalno (VDC) i horizontalno DC lijevanje (HDC).

Vertikalni DC postupak lijevanja (VDC), koji se još naziva i bezdano lijevanje, odvija se lijevanjem gravitacijski prema dolje u ljevačku jamu [2]. Ovaj se postupak primjenjuje za lijevanje velikog broja aluminijskih legura i može proizvesti najširi raspon (poprečnih) presjeka. Horizontalni DC postupak lijevanja (HDC) nudi više kontinuiranih operacija, olakšava procese, koristi automatizaciju, smanjuje otpad na krajevima i ne zahtjeva duboke temelje ili visoke građevine kao VDC postupak. U Europi, gdje ljevaonice koriste širok raspon legura za izradu blokova različitih veličina, u manjim šaržama, prevladava VDC postupak, dok je u Sjedinjenim Američkim Državama HDC postupak dominantan kod lijevanja blokova za valjanje zbog veće isplativosti.

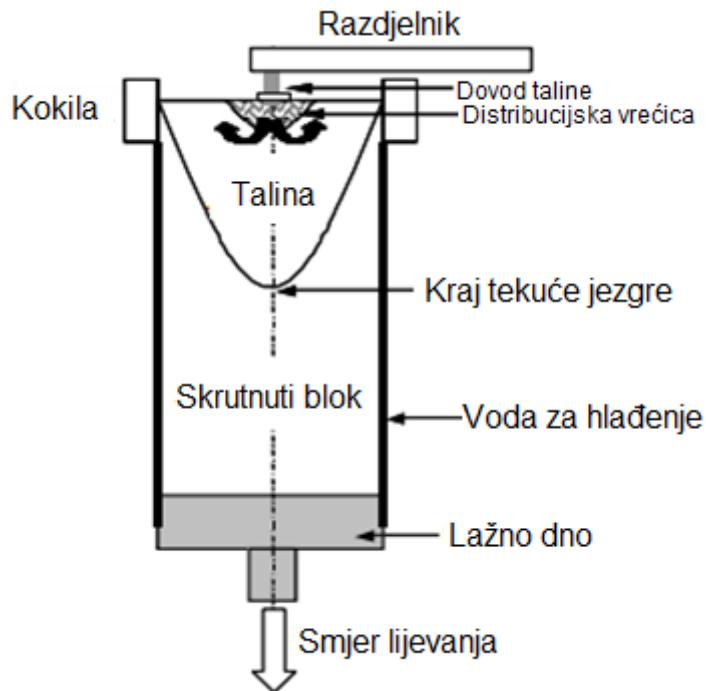
Oblici lijevanih proizvoda uključuju: trupce (kvadratnih poprečnih presjeka debljine manje od 150 - 175 mm za čelike), deblje blokove/ingote (širokih pravokutnih poprečnih presjeka debljine 50 - 300 mm za čelike i 500 - 750 mm za legure aluminija), tanje blokove (debljine 50 - 75 mm za čelike), trake (debljine 1 - 12 mm i za čelike i legure aluminija) i okrugle trupce namijenjene istiskivanju (promjera 100 - 500 mm za čelike i legure aluminija) [20].

2.2.2. Polukontinuirani vertikalni postupak lijevanja izravnim hlađenjem vodom

Vertikalni DC postupak lijevanja (VDC) aluminijskih blokova direktnim hlađenjem vodom prikazan je shematski na slici 2 [20]. Za razliku od postupka kontinuiranog lijevanja, vertikalni DC postupak lijevanja je polukontinuirani postupak iz razloga što se „žila“ tekućeg metala kod DC lijevanja ne nastavlja beskonačno već se lijevanje prekida kad se dobije odgovarajuća duljina bloka. Kod vertikalnog DC postupka smjer lijevanja bloka je vertikalno prema dolje u ljevačku jamu, slika 2. Da bi postupak lijevanja započeo potrebno je postaviti lažno dno u podnožje otvorene kokile pravokutnog poprečnog presjeka (visina kokile iznosi približno 100 do 150 mm). Pregrijani tekući aluminij dovodi se kroz sustav uljevnih kanala i protječe kroz distribucijsku vrećicu u kokilu. Kada tekući metal dosegne određenu razinu unutar kokile, lažno dno se počinje spuštati u ljevačku jamu. Skrućivanje bloka aluminija postiže se prijenosom topline na vodom hlađenu kokilu i kontaktom rashladne vode sa skrutnutom korom aluminija nakon što se lijevani blok pojavi ispod donje razine kokile. U konačnici, na kraju lijevanja, lažno dno se zaustavlja i blok se ostavlja hladiti u bazenu ispunjenom vodom.

Tijekom godina, postupci lijevanja proizvoda od aluminijskih legura razvili su karakteristične značajke u pogledu prakse lijevanja i metodologije kontrole kvalitete [3, 20]. Produktivnost vertikalnog DC postupka lijevanja kontrolirana je brzinom hlađenja i iz tog razloga uvijek se nastoji postići što veća brzina hlađenja. Međutim, brzina lijevanja ne može se povećavati proizvoljno iz nekoliko razloga. Povećanje razine taline u kokili i površinske temperature bloka koji se skrućuje, prvenstveno produljuje proces skrućivanja te povećava zahtjeve hlađenja. U ekstremnim slučajevima, struktorno slaba skrunuta kora može puknuti što dovodi do „bijega“ tekućeg metala ispod razine kokile. Također treba voditi računa da

veće brzine lijevanja često utječu na pojavu pukotina uzrokovanih velikim toplinskim naprezanjima. Na brzinu lijevanja u praksi najviše utječu kemijski sastav legure i dimenzije proizvoda ili poluproizvoda koji se lijeva. Blokovi i trupci iz aluminijskih legura se, zbog mogućnosti nastajanja pukotina, u početku lijevanja lijevaju manjom brzinom (od 0,00075 do 0,001 m/s) koja se za vrijeme lijevanja povećava (od 0,001 do 0,003 m/s) i održava konstantnom.



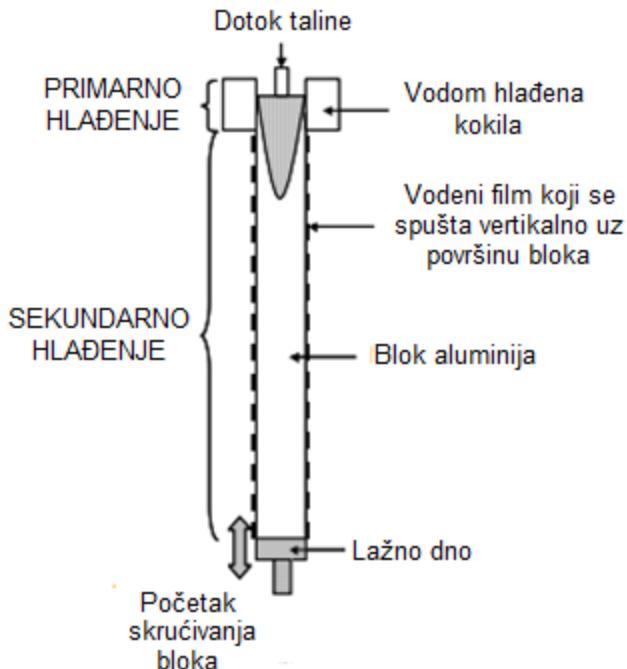
Slika 2. Shematski prikaz vertikalnog DC postupka lijevanja aluminijskih blokova [20]

2.2.2.1. Primarno hlađenje

Tehnologija i praksa lijevanja aluminijskih legura polukontinuiranim vertikalnim DC postupkom kao primarni cilj ima odvođenje topline od metala koji skrućuje [20]. Različiti fenomeni prijenosa topline koji se odvijaju na površini bloka tijekom VDC postupka lijevanja aluminijskih legura shematski su prikazani na slici 3. Navedeni mehanizmi prijenosa topline imaju direktni utjecaj na veličinu toplinskih naprezanja unutar bloka uzrokovanih toplinskim stezanjem metala tijekom skrućivanja.

Kod vertikalnog DC postupka lijevanja toplina se odvodi kroz vodom hlađenu kokilu [20]. Prijenos topline u talini koja se nalazi unutar kokile na granici metal/kokila utječe na početno skrućivanje u meniskusu i na razvoj skrunutne kore uz rubove i zid kokile. Prilikom vertikalnog DC postupka lijevanja prijenos topline na granici metal/kokila naziva se primarno hlađenje koje ovisi o vremenu tj. visini taline koja se nalazi unutar kokile i može se podijeliti na dva područja: područje izravne veze metal/kokila i područje ponovnog zagrijavanja tekuće jezgre metala uzrokovano zračnim zazorom. U početku unutar meniskusa, metal koji skrućuje nalazi se u dodiru sa zidom kokile gdje je brzina prijenosa topline veoma visoka. Vrhunac toplinskih tokova može premašiti 1 MW/m^2 prilikom vertikalnog DC postupka lijevanja aluminijskih legura. Prva faza primarnog hlađenja završava formiranjem značajnog praznog međuprostora, tzv. zračnog zazora, između metala i kokile u trenutku kada se skrunuta kora odvaja od zida kokile uslijed stezanja. Kod vertikalnog DC postupka lijevanja, stezanje skrunute kore uzrokovano odvođenjem topline kroz kokilu i njeno odvajanje od zidova

kokile stvara zračni zazor oko cijelog obujma kokile. Nakon što se stvori zračni zazor, prijenos topline kroz kokilu se počinje naglo smanjivati te se tekuća jezgra metala unutar skruntnute kore bloka može početi ponovno zagrijavati.

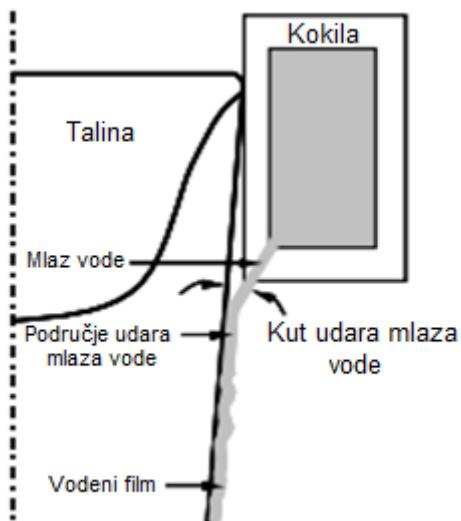


Slika 3. Shematski prikaz procesa hlađenja kod vertikalnog DC postupka lijevanja aluminijskih blokova [20]

Kod vertikalnog DC postupka lijevanja aluminijskih legura primarnim se hlađenjem odvodi 20 % topline [20]. Maksimalna vrijednost koeficijenta prijenosa topline aluminija pri kontaktu s hlađenom kokilom iznosi $2000 - 4000 \text{ W/m}^2\text{K}$. Za usporedbu, u području zračnog zazora, koeficijent prijenosa topline može iznositi i $150 \text{ W/m}^2\text{K}$.

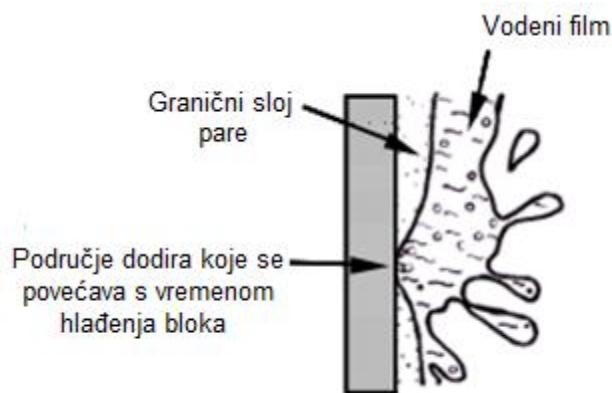
2.2.2.2. Sekundarno hlađenje

Nakon što se pojavi pri dnu kokile, blok lijevan vertikalnim DC postupkom se hlađi izravnim kontaktom vode s površinom vrućeg bloka [20]. Ovakav oblik hlađenja naziva se sekundarno hlađenje i njime se uklanja preostalih 80 % topline. Kod lijevanja aluminijskih legura DC postupkom, mlaz vode usmjerava se na površinu skruntnute kore bloka putem otvora koji se nalaze pri dnu vodom hlađene kokile, kako je prikazano na slici 4. Mlaz vode stvara film koji kontinuirano teče niz vertikalno lijevani blok. Na površini vodom hlađenog bloka razlikujemo dva područja: (1) područje udara mlaza vode u kojem se hlađenje odvija direktnim kontaktom vode sa skrunutom korom bloka i (2) područje smanjenog odvoda topline koje je uzrokovano udaljavanjem vodenog filma, od područja direktnog udara mlaza vode za vrijeme lijevanja.



Slika 4. Shematski prikaz različitih područja hlađenja tijekom lijevanja aluminijskih blokova vertikalnim DC postupkom [20]

Karakteristike mehanizma sekundarnog hlađenja putem prskanja skrtnute kore bloka mlazom vode i vodenog filma koji se stvara na njegovoj površini pri vertikalnom DC postupku lijevanja prikazane su na slici 5 [20].



Slika 5. Detalji vodom hlađenog procesa skrućivanja pri DC postupku lijevanja aluminijskih blokova [20]

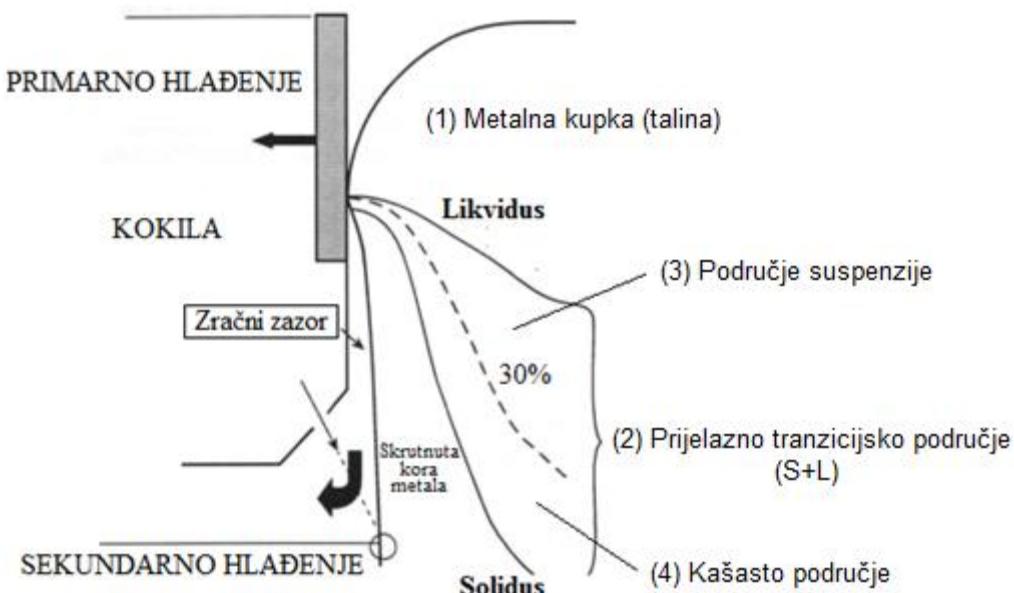
Kod DC postupka lijevanja aluminijskih blokova skrućivanje se ostvaruje protokom vode uzduž površine bloka ujednačenom brzinom tj. nastajanjem vodenog filma, slika 5 [20]. Granični sloj pare između vodenog filma i površine metala teži da bude što deblji. Međutim, kako se površina metala skrućuje, s vremenom sloj pare nestane i vodenim film dolazi u dodir s površinom bloka. Područje dodira raste smanjenjem temperature površine lijevanog bloka što je popraćeno iznenadnim porastom prijenosa topline.

Sekundarno hlađenje igra bitnu ulogu i u početnoj fazi DC postupka lijevanja [20]. Prilikom prodiranja tekućeg metala u kokilu, metal prvo dolazi u doticaj s lažnim dnom. Početna brzina prijenosa topline od taline prema lažnom dnu je ekstremno velika. Nakon vrlo kratkog vremena, na granici talina/lažno dno formira se praznina uslijed stezanja uzrokovanih skrućivanjem te se brzina hlađenja počinje smanjivati. Navedena praznina ostaje relativno mala sve do trenutka kada se lijevani blok pojavi na donjem djelu kokile gdje nastupa

sekundarno hlađenje vodom. U tom trenutku, dio bloka koji prvi skrućuje (početak bloka), dolazi pod utjecaj velikih makroskopskih toplinskih naprezanja. Ona uzrokuju sporo hlađenje početka bloka u kombinaciji s povišenim toplinskim stezanjem vertikalnih rubova bloka, koji se nalaze u izravnom kontaktu sa stabilnim vodenim filmom.

2.2.2.3. Oblik i dimenzije lijevka u bloku za vrijeme lijevanja DC postupkom

Blok se prilikom lijevanja DC postupkom može podijeliti na nekoliko područja (zona) koje se odlikuju različitim karakteristikama [21]. Na slici 6 dan je shematski prikaz poprečnog presjeka lijevanog bloka s istaknutim likvidus i solidus izotermama te koherencijskom izotermom koja predstavlja front skrućivanja.



Slika 6. Shematski prikaz područja (zona) u bloku za vrijeme DC lijevanja s naznačenim likvidus i solidus izotermama te koherencijskom izotermom koja je označena na 30 % krute faze [22]

- 1 = metalna kupka (talina)
- 2 = prijelazno (tranzicijsko) područje
- 1 + 2 = sabirna jama (lijevak, krater)
- 3 = područje suspenzije
- 4 = kašasto područje

Toplinske uvjete lijevanja određuju procesne varijable, a prema tome i samu temperaturnu raspodjelu u različitim dijelovima bloka (trupca), što zajedno sa sastavom legure određuje dimenzije i geometriju prijelaza između tekućeg i krutog područja u bloku [23]. Prema slici 6, lijevak se sastoji od metalne kupke (1) i prijelaznog (tranzicijskog) područja (2). Prijelazno područje ograničeno je likvidus i solidus izotermama i dodatno se može podijeliti na suspenzijsko (3) i kašasto područje (4). Granicu između njih predstavlja koherencijska izoterma kod 30 % udjela krute faze. Stanje koherencije možemo definirati kao trenutak (ili temperaturu) kada se kruta zrna (obično dendriti) počnu sudarati jedni s drugima, formirajući makroskopski koherentnu strukturu. Područje ispod koherencijske izoterme naziva se kašasto područje, dok se područje između likvidusa i koherencijske izoterme naziva suspenzijsko područje. Za komercijalne aluminijске legure namijenjene gnječenju koje se

koriste u DC lijevanju, udio krute faze pri kojoj se događa taj prijelaz (tranzicija) nalazi se između 0,2 i 0,33 [23]. Koherencijska izoterma u većini slučajeva daje obrise fronte skrućivanja.

Dimenzije i geometrija ovih područja utvrđene su raspodjelom temperaturna koje su rezultat prijenosa topline unutar i izvan sustava [21]. Ulazna toplina je energija uvedena u sustav taljenjem (temperatura i specifična toplina taline) i ona izazvana tijekom procesa skrućivanja (latentna toplina skrućivanja i specifična toplina krute faze). Prijenos topline odvija se konvekcijom topline taline u lijevak, kondukcijom topline kroz tekući, poluskrutnuti i skrtnuti dio bloka i konvekcijom topline vode za hlađenje unutar kokile i na površini bloka.

Prenošenje topline obično se opisuje pomoću sljedeća dva bezdimenzijska broja: Peclet-ovog i Biot-ovog broja.

Peclet-ov broj opisan je jednadžbom (1):

$$Pe = \frac{\rho c V_c r}{\lambda} \quad (1)$$

gdje ρ predstavlja gustoću [kg/m^3], c je specifična toplina [J/kgK], V_c je brzina lijevanja [m/s], r je polumjer trupca [m], a λ toplinska provodljivost [W/mK]. Peclet-ov broj prikazuje odnos između prijenosa (konvekcije) i provođenja (kondukcije) topline [21].

Biot-ov broj prikazan je jednadžbom (2):

$$Bi = \frac{qr}{\lambda} \quad (2)$$

gdje q predstavlja koeficijent prijenosa topline [$\text{W/m}^2\text{K}$]. Biot-ov broj prikazuje odnos između prijenosa (konvekcije) topline na površinu i provođenja topline (kondukcije) unutar trupca (bloka). Uobičajene vrijednosti za DC lijevanje aluminija iznose $1,8 < Pe < 4,8$ i $1 < Bi < 25$ [23].

Temperaturna distribucija u lijevku bloka (trupca) ovisi o temperaturi i protoku taline te uvjetima hlađenja unutar kokile i na površini bloka (trupca). Iz tih razloga temperaturna distribucija u lijevku bloka (trupca) je funkcija procesnih parametara lijevanja, kao što su brzina hlađenja, protok rashladne vode, temperatura taline i sustav za distribuciju taline [21]. Na formiranje strukture i nastanak grešaka prilikom skrućivanja također utječu i dimenzije i geometrija navedenih područja (zona) u bloku (trupcu).

U praksi lijevanja DC postupkom vidljivo je da postoji direktna veza između brzine hlađenja i dubine lijevka, isto kao i između brzine hlađenja i brzine skrućivanja [21]. Međusobni odnosi između brzine lijevanja, oblika i dimenzija lijevka te prijelaznog (tranzicijskog) područja (između likvidus i solidus izotermi) određeni su preko fizikalnih svojstava lijevane legure, dimenzija bloka (trupca) i procesnih parametara.

Jedna od karakterističnih odlika postojećeg profila skrućivanja pri DC lijevanju [21, 23] je dubina lijevka H , koja uglavnom ovisi o brzini hlađenja, vrsti legure i veličini bloka (trupca) i obično iznosi 0,7 polumjera trupca (bloka). Dubina lijevka kod trupaca povećava se s kvadratom polumjera r , proporcionalna je brzini lijevanja V_c i obrnuto proporcionalna toplinskom provođenju (kondukciji) legure kako je prikazano jednadžbom (3):

$$H = \frac{Ar^2 V_c}{4\lambda_s(T_m - T_s)} \quad (3)$$

gdje je H dubina lijevka [m], λ_s toplinska provodljivost krute tvari [W/mK], T_m temperatura taljenja legure [K], T_s temperatura površine bloka (trupca) ili temperatura rashladnog medija (vode) [K], a A koeficijent koji se određuje prema jednadžbi (4):

$$A = \Delta H_f \rho_s + \frac{c_s \rho_s (T_m - T_s)}{2} \quad (4)$$

gdje je ΔH_f latentna toplina skrućivanja [J/mol], ρ_s gustoća krute tvari [kg/m³], c_s specifična toplina krute tvari [J/kgK]. Koeficijent A ovisi o vrsti legure i određuje temperaturu skrućivanja legure [23].

Direktna posljedica jednadžbe (3) je pravilo koje nam govori da je odnos između dubine lijevka i polumjera trupca konstantan ako vrijedi zakonitost prikazana jednadžbom (5):

$$V_c r = \text{konst.} \quad (5)$$

Brzina lijevanja se u praksi smanjuje povećanjem promjera (ili debljine) trupca (bloka).

Sve navedene zakonitosti opisane jednadžbama (1), (2), (3), (4) i (5) vrijede kako za trupce tako i za blokove ako se u istim jednadžbama polumjer trupca zamijeni s debljinom bloka. Ove jednadžbe izvedene su na temelju pretpostavke o stalnoj temperaturi i konusnom obliku lijevka, dakle bazirane su na trupcima, ali je u praksi dokazano da vrijede i za blokove [21, 23].

Dimenzije prijelaznog (tranzicijskog) područja se, međutim, ne mijenjaju jednako uzduž poprečnog presjeka bloka. Postoji opća tendencija proširenja prijelaznog područja prema središnjem području bloka.

2.2.2.4. Utjecaj brzine skrućivanja i brzine hlađenja za vrijeme lijevanja DC postupkom

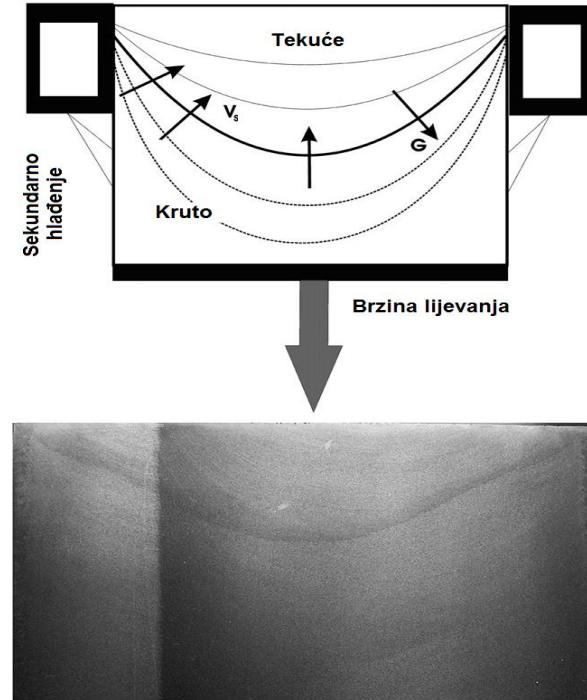
Jedna od najistaknutijih karakteristika lijevanja DC postupkom je ta da lijevak ne mijenja oblik i položaj tijekom stacionarne faze lijevanja DC postupkom [21]. Dmitry G. Eskin i suradnici [21, 23] opisuju ovisnost brzine skrućivanja (brzine fronta skrućivanja) o brzini lijevanja koja ujedno predstavlja i stabilnost oblika lijevka, prema jednadžbi (6):

$$V_s = V_c \cos \alpha_n \quad (6)$$

gdje je V_s brzina skrućivanja [m/s], V_c brzina lijevanja [m/s] i α_n kut između osi bloka i normale na front skrućivanja [$^\circ$].

Iako se pretpostavlja da su brzina lijevanja i uvjeti hlađenja konstantni tijekom stacionarnog lijevanja, lokalna brzina skrućivanja i toplinski gradijent G mijenjaju se s položajem uzduž fronte skrućivanja, slika 7 [21, 23]. Brzina skrućivanja je maksimalna u

centru i na rubu bloka, gdje je kut α_n jednak nuli, odnosno gdje je fronta skrućivanja ravna. Minimalna brzina postiže se u sredini radikalne pozicije, gdje je fronta skrućivanja najstrmija.



Slika 7. Shema izotermi, brzine skrućivanja i raspodjele toplinskog gradijenta za vrijeme DC lijevanja i eksperimentalno dobiven profil lijevka naglašen dodatkom sredstva za usitnjavanje [23]

Srednja brzina skrućivanja cijele fronte skrućivanja kroz blok ima granicu preko koje ne može narasti [21]. Maksimalna srednja brzina skrućivanja je funkcija polumjera trupca i termofizikalnih svojstava legure i prikazana je jednadžbom (7):

$$V_s^{max} = \frac{4\lambda_s(T_m - T_s)}{\Delta H \rho r} \quad (7)$$

gdje je V_s^{max} maksimalna srednja brzina skrućivanja [m/s], ΔH razlika u entalpijama tekuće faze u točki taljenja T_m i krute faze pri temperaturi $(T_m - T_s)/2$ [J/mol], T_s temperatura površine bloka [K], ρ gustoća [kg/m³] i r polumjer trupca [m].

Važna karakteristika koja u velikoj mjeri određuje strukturu i razvoj naprezanja materijala u lijevanom (primarnom) stanju je brzina skrućivanja, koja je mjera prijenosa topline i varira kroz cijelo prijelazno (tranzicijsko) područje, kako u vertikalnom tako i u horizontalnom smjeru. Brzine hlađenja koje susrećemo pri lijevanju blokova DC postupkom općenito variraju iznosom od 0,4 do 10 K/s [23].

U literaturnim navodima [24, 25] istraživan je utjecaj lokalnih brzina hlađenja na mikrostrukturna, mehanička, fizikalna i kemijska svojstva aluminijskih blokova legure EN AW-5083 u lijevanom i homogeniziranom stanju. U svrhu određivanja lokalne brzine hlađenja provedena je numerička simulacija DC postupka lijevanja i skrućivanja aluminijске legure EN AW-5083 uz pomoć simulacijskog programa ProCast. Na temelju provedene simulacije dobivene su krivulje hlađenja, a iz njih i vremena skrućivanja pomoću kojih su utvrđene lokalne brzine hlađenja uzoraka uzetih s rubova i sredine industrijski lijevanog bloka

aluminijске legure EN AW-5083. Dokazano je da su najveće brzine hlađenja imali uzorci uz rubove blokova. Najveća dobivena vrijednost lokalne brzine hlađenja za uzorke uzete s rubova blokova iznosila je $v_{hl} = 11,50 \text{ } ^\circ\text{C}$. Također je primijećeno da se lokalne brzine hlađenja smanjuju od rubova prema sredini blokova gdje je dobivena najmanja lokalna brzina hlađenja $v_{hl} = 0,01 \text{ } ^\circ\text{C}$.

Sukladno povećanju brzine hlađenja od $v_{hl} = 0,01 \text{ } ^\circ\text{C}$ do $v_{hl} = 11,50 \text{ } ^\circ\text{C}$ [24] uočeno je i smanjenje veličine zrna tj. povećanje broja zrna po jedinici površine od sredine prema rubu blokova aluminijске legure EN AW-5083. Također se pokazalo da vrijednosti vlačne čvrstoće i istezanja pokazuju trend povišenja uz rubove blokova, odnosno prate promjenu mikrostrukture. Vrijednosti granice razvlačenja nemaju karakterističan trend ponašanja.

2.3. UTJECAJ PARAMETARA LIJEVANJA NA LIJEVANJE LEGURA DC POSTUPKOM

Parametre lijevanja moguće je podijeliti na: ulazne, konstantne, slučajne i izlazne [24, 26].

Konstantni parametri tijekom lijevanja DC postupkom su oni koji se ne mogu mijenjati, a to su: dimenzije kokile, duljine blokova, temperatura okoliša i sl.

Parametri koje nije moguće predvidjeti te koji djeluju slučajno i imaju utjecaj na izlazne veličine su *slučajni parametri*: začepljenje filtra, nestanak vode za hlađenje, začepljenje dijela rupica na sustavu za hlađenje, puknuće hidrauličnih cijevi za kontrolirano spuštanje ohlađenog bloka i dr.

Izlazni parametri kontroliraju se veličinama kao što su ravnost bloka, mikrostruktura, (veličina tj. broj zrna po jedinici površine), pukotine te segregacije. Brojnim istraživanjima pokazano je da ukoliko se tijekom lijevanja ne postigne zadovoljavajuća kvaliteta ovih izlaznih veličina, ne može se osigurati uspješnost provođenja sljedećih faza tehnološke vertikale, a time i osigurati tražena kvaliteta konačnog proizvoda.

Ulagani parametri lijevanja su oni kojima je moguće upravljati procesom i kojima se direktno utječe na navedene izlazne veličine DC procesa lijevanja: *temperatura lijevanja, brzina lijevanja, visina metala u kokili* (tzv. *meniskus*) te *protok i temperatura rashladne vode* [26].

Temperatura lijevanja, koja zapravo predstavlja temperaturu taline, treba iznositi 15 - 20 °C iznad likvidus linije (u dijagramu stanja) legure koja se lijeva. Taj temperaturni interval također ovisi o udaljenosti ljevačke peći od ljevalice. Što je ta udaljenost veća veći je i pad temperature. Tjekom cijelog postupka lijevanja temperatura se održava konstantnom.

Brzina lijevanja je u funkciji brzine spuštanja pokretnog stola i trebala bi biti što je moguće niža. U početnoj fazi lijevanja preporuča se da bude oko 2,0 - 3,0 cm/min te da se konstantno ubrzava. U stacionarnoj fazi je konstantna te se preporuča da bude 5,0 - 10 cm/min (u TLM-u iznosi oko 6,0 cm/min) [26].

Visina metala u kokili predstavlja jedan od najvažnijih parametara pri lijevanju blokova u kokile. U ljevačkoj praksi ova se veličina naziva *meniskus*. U početnoj fazi meniskus kontinuirano raste za 15 - 20 mm [26]. U stacionarnoj fazi preporuča se konstantna vrijednost. Odvojeni dio metala na rubu kokile, koji nastaje kod visokog meniskusa, općenito se smatra štetnim jer utječe na niz nepoželjnih pojava, a prije svega uzrokuje gubitak pravilne geometrije lijevka te izaziva pojavu iznojanja na površini bloka. Zbog tih razloga se pri-

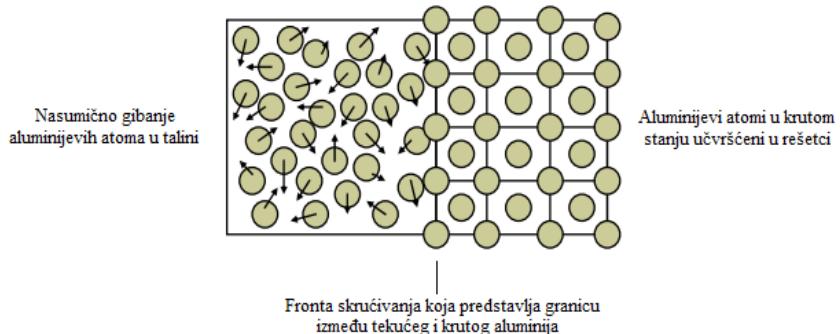
lijevanju teži postići lijevak sa što je moguće nižim meniskusom, čime se taj odvojeni dio metala izbacuje iz kokile i sprečava se iznojavanje i segregacije.

Protok rashladne vode ne smije biti premali jer se metal mora početi skrućivati još dok je u kokili, ali ni preveliki jer može uzrokovati nekontrolirano miješanje vode i tekućeg metala što može rezultirati eksplozijom. Zato se preporuča u početnoj fazi da protok rashladne vode bude $80 \text{ m}^3/\text{h}$ te tijekom lijevanja da kontinuirano raste, dok je u stacionarnoj fazi oko $120 \text{ m}^3/\text{h}$ [26].

2.4. SKRUĆIVANJE I RAZVOJ PRIMARNE STRUKTURE BLOKA LIJEVANOG DC POSTUPKOM

Skrućivanje u principu podrazumijeva procese nukleacije i rasta kristalnih zrna iz taline te razvoj primarne strukture uključujući pretvorbe od solidus temperature do sobne temperature [22].

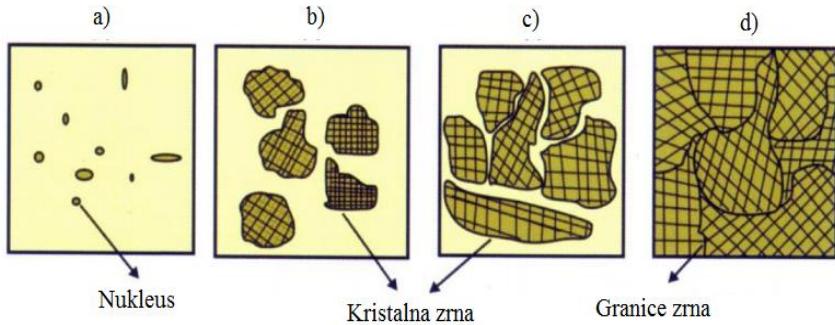
Aluminij gubi svoju kristalnu strukturu kada se zagrije na temperaturu iznad temperature taljenja [2]. U talini su atomi u potpunom neredu. Ako se, međutim, talina ohladi do temperature skrućivanja, atomi ponovno poprimaju svoje pozicije u kristalnoj rešetci kao što je prikazano na slici 8.



Slika 8. Ponašanje atoma za vrijeme skrućivanja taline aluminija [2]

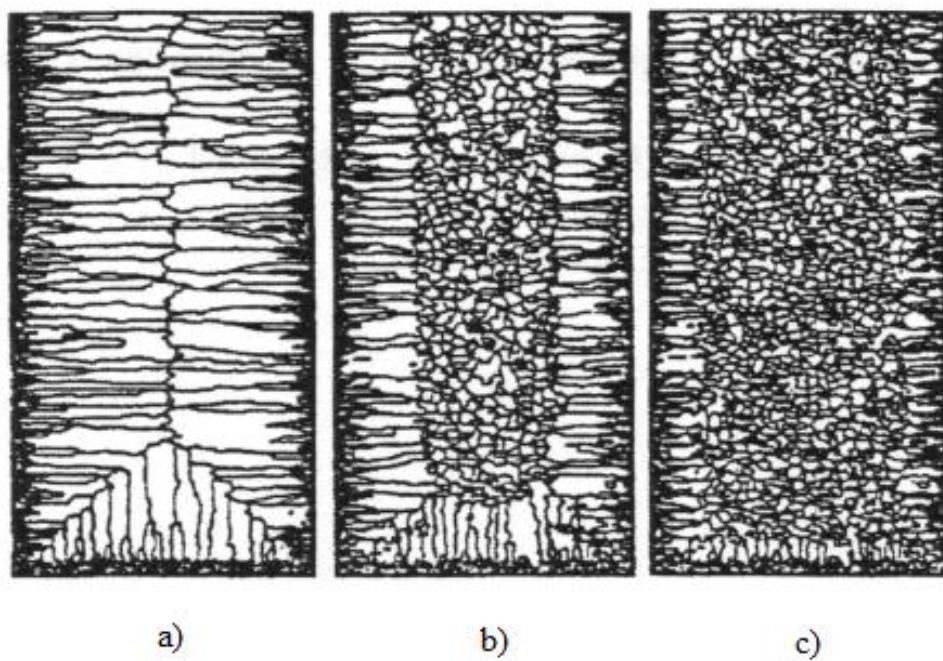
Prijelazom iz tekućeg u kruto stanje, metal skrućuje na način da se atomi međusobno razmjestite što bliže jedni drugima [2]. Proces skrućivanja nastupa formiranjem kristalnih klica, tzv. nukleusa. Čim se talina ohladi na $660 \text{ }^\circ\text{C}$ na pojedinim mjestima u talini počinju se formirati nukleusi kristalizacije. Ti mali nukleusi rastu vrlo brzo pri čemu se atomi aluminija nastavljaju međusobno razmještati oko svakog nukleusa. Pri komercijalnoj proizvodnji odljevaka osigurano je kontinuirano odvođenje topline tako da nukleusi kristalizacije rastu vrlo brzo sve dok se ne sudare i zaustave na susjednim kristalima.

Nukleaciju i rast susjednih zrna tijekom skrućivanja [2] prikazuje shematski slika 9 na kojoj se vidi početak skrućivanja. Na slici 9a formirani su kristalizacijski nukleusi od kojih je njih nekoliko počelo rasti. Slike 9b i 9c prikazuju rast kristalnih zrna s vremenom, dok konačno nije potrošena cijela talina tako da se nastali kristali (primarna zrna) spoje na granicama zrna, slika 9d. Rešetka pojedinih primarnih kristala slagana je prema različitim kutovima u prostoru.



Slika 9. Nastanak primarne (lijevane) strukture [2]

Metali u lijevanom ili primarnom stanju općenito pokazuju tri različite zone strukturnih zrna: zona zamrznutih kristala, zona dugačkih, tankih stubičastih kristala koji leže u smjeru toka topline i koji se pružaju od zamrznute zone i zona istoosnih kristala u središtu odljevka [27]. Sve tri spomenute zone ne moraju biti uvijek prisutne u bloku [28]. Porast pothlađenja mijenja strukturu bloka od potpuno stubičaste do miješane stubičasto istoosne strukture kako je prikazano na slici 10. Prema tome, prijelaz od stubičastog u istoosno skrućivanje pojavljuje se s porastom pothlađenja.



Slika 10. Tipična strukturalna područja u bloku ovisno o pothlađenju [28]

a) $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, b) $80\text{ }^{\circ}\text{C}$, c) $150\text{ }^{\circ}\text{C}$

Vrlo je važno razumijevanje mehanizama razvijanja mikrostrukture za vrijeme skrućivanja iz razloga što struktura zrna utječe na svojstva bloka i oblikovani metal posjeduje naslijedene karakteristike primarnog (lijevanog) stanja [28].

Odljevak će se u potpunosti sastojati od stubičaste zone u odsustvu istoosne zone. Istoosna zrna rastu ispred stubičastih dendrita [28]. U trenutku kada istoosna zrna postanu dovoljno velika i brojna da spriječe napredovanje stubičastog fronta doći će do prijelaza iz stubičastog u istoosni rast. Bitni faktori koji određuju navedeni ishod su stupanj i veličina konstitucijskog pothlađenja u talini te brzina stubičastog fronta. Moguće je da istoosni nukleusi egzistiraju ispred stubičastog fronta, a da se još uvijek ne razviju u istoosnu zonu iz

razloga što su uvjeti nepovoljni za njihov rast. Ako je istoosni rast spor u odnosu na stubičasti ili ako je on ograničen na usko pothlađeno područje ispred stubičastog fronta, tada će, premda su istoosni nukleusi prisutni, stubičasti rast još uvijek dominirati makrostrukturom jer će jednostavno pri svom napredovanju apsorbirati mala istoosna zrna. Dakle, istoosna zona formira se kad postoji dovoljan broj istoosnih zrna u osnovnoj masi taline koja rastu dovoljnom brzinom da spriječe napredovanje stubičastog fronta.

Istoosna zona potaknuta je blagim temperaturnim gradijentom u osnovnoj masi taline. Istoosna zona se može smanjiti ili spriječiti održavanjem visokih temperatura u talini i smanjenjem prirodne konvekcije [29, 30].

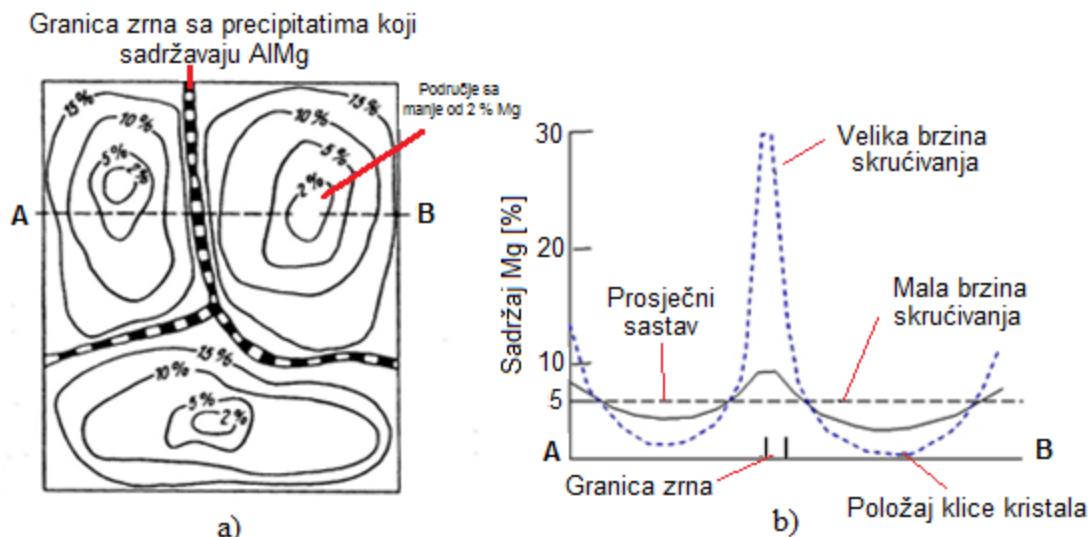
Najuspješnija metoda kontrole veličine zrna je uvođenje u talinu čestica koje nukleiraju nove kristale tijekom skrućivanja. Nukleanti se najčešće dodaju u obliku aluminijskih predlegura [2].

2.4.1. Mikrosegregacija (segregacija u zrnu)

Mikrosegregacija podrazumijeva nehomogenost u kemijskom sastavu u skali pojedinog zrna. Sve fazne transformacije za vrijeme skrućivanja odvijaju se difuzijom i radi toga zahtijevaju određeno vrijeme za svoje odvijanje. Stupanj tog odvijanja kontroliran je putem sljedećih procesa [22]:

- difuzija legirajućih elemenata u preostalu masu taline prema i od granične površine kruto - tekuće kako bi nastala ravnotežna razlika koncentracija prema razlici u koncentracijama u tekućoj i krutoj fazi, što se odražava likvidus i solidus krivuljama u ravnotežnom faznom dijagramu;
- difuzijom u talini od granične površine u cilju smanjenja koncentracije otopljene tvari (koeficijent raspoljive $k < 1$);
- difuzija u krutoj fazi u cilju uravnoteženja koncentracije otopljene tvari unutar skrunutog zrna.

Ravnotežni dijagrami vrijede za ravnotežne uvjete skrućivanja i hlađenja tj. za kristale koji imaju jednoliki sastav kroz cijeli poprečni presjek [2]. Takvo idealno nastajanje kristala ne postiže se komercijalnom tehnikom lijevanja budući da gibanje atoma nije dovoljno da, u kratkom vremenu koje je na raspolaganju, oblikuje kristale koji imaju jednoliku koncentraciju stranih atoma preko cijelog poprečnog presjeka. To vodi do pojave i pojma „segregacije u zrnu“, slika 11. Stupanj segregacija u zrnu većinom ovisi o brzini skrućivanja. Što se legura sporije skrućuje, to su segregacije manje.



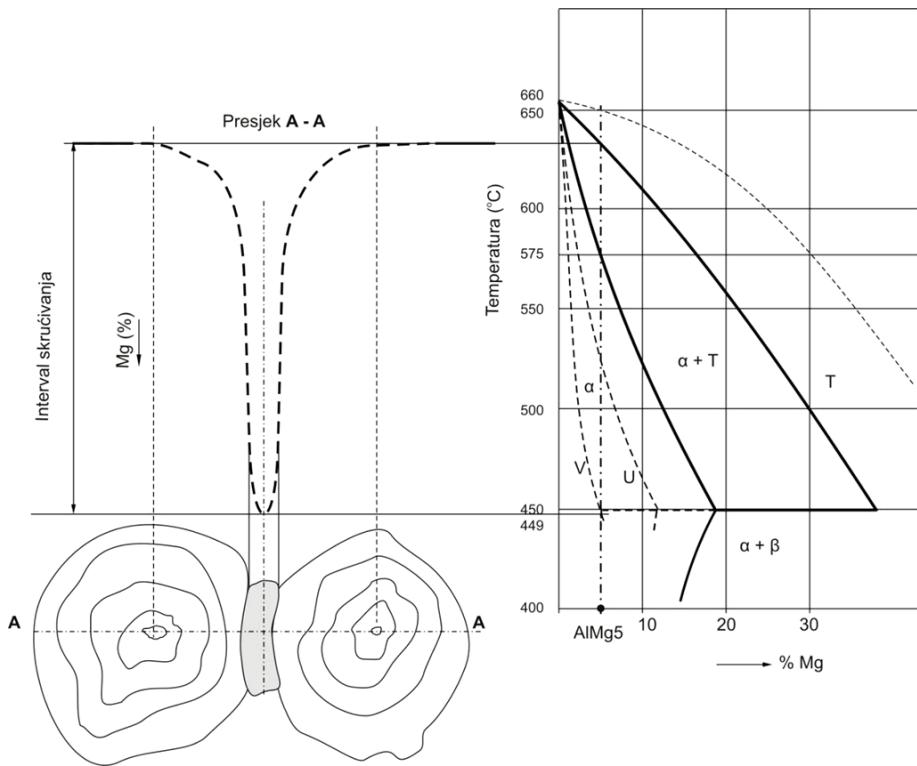
Slika 11. Segregacija u zrnu [2]

- a) Presjek preko lijevane strukture legure aluminija s 5 % magnezija sa segregacijom unutar zrna. Prsteni pokazuju područja jednake koncentracije magnezija. Centar kristalizacije leži u sredini unutrašnje zone (shematski);
- b) Utjecaj brzine hlađenja ili homogenizacije na segregaciju unutar zrna. Isprekidana linija = A-B na slici 11a. Puna linija = raspodjela magnezija u istoj leguri kada je brzina skrućivanja niža (primjer: lijevanje u permanentne kalupe ili pješčane kalupe) ili nakon što se brzo skrunuta struktura homogenizira radi izjednačavanja raspodjele stranih atoma.

Na povišenim temperaturama, čak i u krutom stanju, atomi imaju dosta veliku pokretljivost što znači da na dovoljno visokim temperaturama atomi mogu mijenjati mjesta u čvrstoj strukturi (rešetci) i taj proces je poznat kao difuzija [2]. To znači da se segregacija u zrnu može eliminirati i s tim ostvariti jednoliku (homogenu) distribuciju stranih atoma u strukturi. Varijacije u sadržaju stranih atoma unutar zrna mogu se potpuno eliminirati ako se svježe skrunuta struktura hlađi vrlo sporo. Taj se postupak naziva homogenizacijsko žarenje. DC lijevani materijal je često prerađivan bez homogenizacije. Zato se zbog razvoja lijevane strukture, mora očekivati „neravnotežno stanje“ u poluproizvodu zbog segregacija unutar zrna, prezasićenja ili precipitacije legirajućih elemenata.

Pri neravnotežnom skrućivanju dolazi do znakovitog pada solidus temperature zaostale taline, kako obogaćene legirnim elementom i iz koje se na kraju skrućivanja formira granica kristalnog zrna, slika 12 (isprekidano izvučena solidus krivulja: za unutrašnje dijelove bloka (U), odnosno, za vanjske dijelove bloka (V)) [26]. Lijeva strana slike predstavlja orijentacijsku shemu zavisnosti između mikro ili kristalne segregacije i intervala skrućivanja iz čega proizlazi da veći interval skrućivanja prouzrokuje veće mikrosegregacije.

Dakle, neravnotežno skrućivanje pomiče solidus krivulju prema lijevo, spušta solidus temperaturu i povećava interval skrućivanja [26]. Posljedica ovog je kristalna segregacija i pojava tzv. supstance na granicama zrna. Ovaj proces je intenzivniji s porastom brzine skrućivanja (U i V pozicije bloka), većim brojem legirajućih elemenata i porastom njihovog sadržaja kao i nepovoljnim odnosom sadržaja pratećih elemenata ($\text{Fe}/\text{Si} < 1$).



Slika 12. Aluminijeva strana binarnog dijagrama Al-Mg [24, 26]

Desna strana slike: pune linije - približno ravnotežno skrućivanje; isprekidane linije - brzo skrućivanje, za unutrašnje (U), odnosno, za vanjske (V) dijelove bloka;

Lijeva strana slike: orijentacijska shema zavisnosti između mikrosegregacije i intervala skrućivanja.

2.4.2. Makrosegregacije u bloku

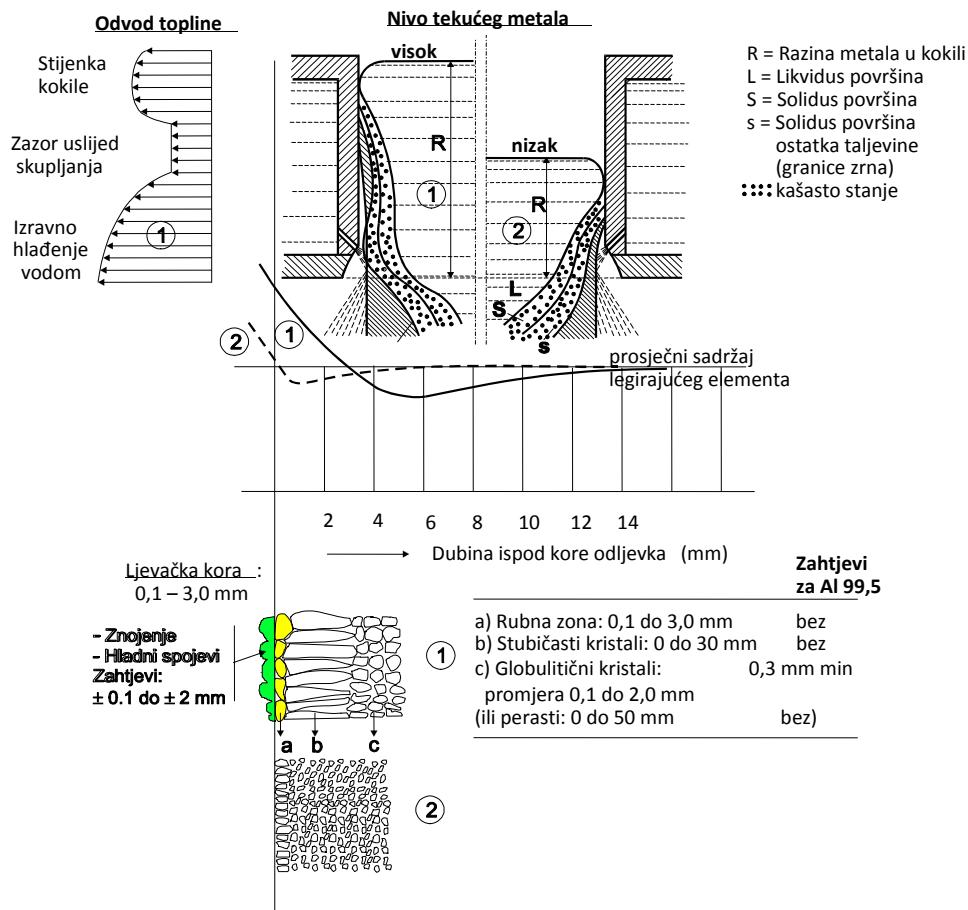
Makrosegregacija predstavlja nehomogenu raspodjelu legirajućih elemenata na razini lijevanog bloka [31] što može dovesti do neujednačenih mehaničkih svojstava koje utječu na ponašanje metala prilikom naknadne obrade i pogoršava kvalitetu konačnog proizvoda.

Obrnuta ili makrosegregacija je područje povećane koncentracije legirajućih elemenata uz rub bloka (do približno 10 mm ispod kore bloka), slika 13, pri čemu krivulje (1) i (2) prikazuju prosječni sadržaj legirajućih elemenata [26].

Ranije se smatralo da obrnuta makro-blokovska segregacija, poznata greška pri lijevanju DC postupkom, nastaje pod utjecajem skupljanja materijala za vrijeme skrućivanja (pri skrućivanju talina se skuplja u svojem volumenu za 6-7 %, što odgovara linearnom skupljanju $\approx 2\%$), pri čemu se ostatak jako obogaćene taline usisava u rubnu zonu bloka [26]. Prema novijim spoznajama, ova pojava nastaje pri lijevanju blokova velikih formata, uz visok nivo taline i povećanu brzinu lijevanja, kada za vrijeme skrućivanja nastaje dubok V-krater taline [2]. Veličina ove obrnute makrosegregacije može se reducirati sa sporijim lijevanjem jer ono izravnava krater taline.

Površinska segregacija ili znojenje nastaje zbog visoke razine taline pri lijevanju, odnosno, zbog zazora koji je nastao kao posljedica stezanja materijala pri skrućivanju materijala [26]. Naime, ovaj zračni zazor znakovito smanjuje odvođenje topline te pod metalostatičkim tlakom taline može procuriti kroz djelomično skrunutu koru bloka, slika 13 - shema makrostrukture (1) i (2). Znojenje je moguće potisnuti s nižom razinom taline u kokili,

kada pri lijevanju nestaje zazor uslijed stezanja materijala, slika 13 (desna strana sheme presjeka kalupa).



2.5. USITNJAVA VJEĆENJE ZRNA ALUMINIJSKIH LEGURA ZA GNJEĆENJE

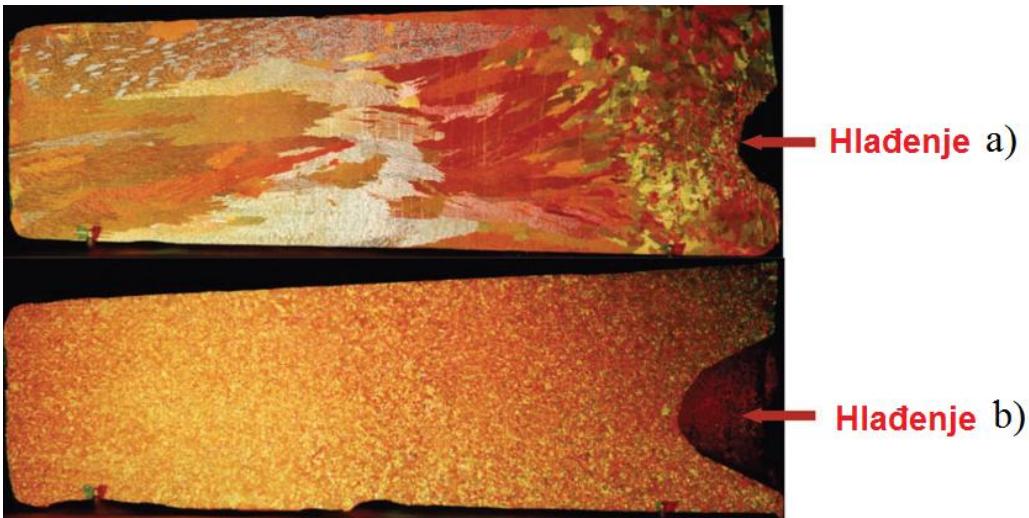
Kontrola lijevane strukture neophodna je za proizvodnju visokokvalitetnih aluminijskih legura namijenjenih gnjećenju. Putem sitne (fine) i istoosne strukture zrna postiže se nekoliko tehnoloških i ekonomskih prednosti, kako slijedi [32]:

- poboljšana mehanička svojstva (čvrstoća i granica razvlačenja),
- povećana sposobnost oblikovanja tijekom kasnije prerade, poput valjanja i istiskivanja,
- smanjenje površinskih grešaka u legurama namijenjenih valjanju i istiskivanju,
- smanjena sklonost k toplim pukotinama u rubnoj zoni blokova lijevanih DC postupkom,
- brzina lijevanja može se povećati bez opasnosti od nastanka pukotina,
- reducirana potreba/vrijeme za postupak homogenizacije i
- poboljšana svojstva anodizacije konačnog proizvoda.

Kemijski dodaci u talinu, tj. cjepiva (predlegure, inokulanti) upotrebljavaju se radi promicanja skrućivanja sitnom, istoosnom strukturu s promjerima zrna 0,2 - 1,0 mm, što je važan kvalitativni zahtjev za DC blok [2, 10]. Cijepljenjem se dodaju u talinu čestice koje mogu djelovati kao centri nukleacije zrna, koji blokiraju rast stubičastih kristala od stjenki kalupa. Poželjno je sprečavanje stubičastog rasta uz minimalne troškove i maksimalnu ponovljivost. Upotrebljava se između 0,2 kg i 10,0 kg sredstva za usitnjavanje zrna (cjepiva) po toni aluminija [10].

Usitnjavanje zrna ima izrazit utjecaj na mehanička svojstva lijevanog proizvoda, prvenstveno zato što se mijenja raspodjela sekundarnih čestica u materijalu [33]. Na slici 14a prikazan je presjek lijevane strukture aluminijskog bloka bez dodataka sredstva za usitnjavanje gdje samo mali dio strukture ima formirana istoosna zrna, dok su se u ostatku materijala formirala nepoželjna izdužena, perjasta zrna. Sve krte intermetalne faze i bilo kakva poroznost pojavit će se na mjestima između tih zrna što uvelike pogoršava sve bitne karakteristike lijevanih aluminijskih proizvoda. Lijevani blok na slici 14b posjeduje potpuno prihvatljivu ujednačenu strukturu finih, sitnih, istoosnih kristala po cijelom poprečnom presjeku i iz tog razloga mehanička i ostala svojstva materijala biti će višestruko poboljšana.

Sredstva za usitnjavanje zrna izrađuju se u obliku polugica, kvadratnih pločica, zrna, tableta, palica i variraju obzirom na performanse i cijenu [34]. Postoje 3 osnovne grupe komercijalnih cjepiva: AlTi, AlTiC i najčešće upotrebljavano cjepivo AlTiB. AlTiB cjepiva u obliku žice dominirala su tijekom posljednjih 20 godina i pokrivaju širok raspon kemijskog sastava pri čemu su AlTi5B, AlTi3B, AlTi50.2, AlTi5B0.6, AlTi1.2B0.5, AlTi3B0.2 (brojevi označavaju masene postotke) najčešće upotrebljavani [32]. Svi oni karakterizirani su velikim odnosom Ti:B (barem veći od stehiometrijskog odnosa TiB₂ od 2,22) i sadrže topljive TiAl₃ i netopljive TiB₂ čestice.



Slika 14. Poprečni presjek lijevanog aluminijskog bloka [33]

- a) bez dodatka sredstva za usitnjavanje
- b) s dodatkom sredstva za usitnjavanje

Pri proizvodnji legura za gnječenje, većina dodataka je na nivoima koji rezultiraju viškom sadržaju titana ispod peritektičkog sastava (tj. manje od 0,15 % Ti). Dok je jasno da je Al_3Ti nukleant pri nadperitektičkim koncentracijama titana, mehanizam ili mehanizmi koji se pojavljuju pri podperitektičkim sastavima nisu u potpunosti poznati i još uvijek su stvar znanstvenih rasprava.

U većini starije literature obrađuje se postanak zrna, da li je ono nastalo zbog nukleacije na supstratu ili preko peritektičke reakcije na peritektičkoj Al_3Ti fazi, izražavajući princip da veći broj nukleacijskih mesta rezultira sitnjim zrnima. Međutim, nedavno se ovo poimanje promijenilo, te najnovija literatura naglašava da su otopljeni elementi vitalno važni za proces usitnjavanja zrna. Već davno je prepoznato [35, 36, 37] da otopljeni elementi, posebno titan, ograničavaju rast rastuće površine kruto-tekuće, vodeći do značajnog usitnjavanja zrna. Međutim, činjenica da je koncentracija otopljenog elementa osnovni dio mehanizma usitnjavanja zrna do sada nije bila uključena u postavljene teorije.

Poznate su sljedeće teorije: boridno/karbidna, teorija peritektičke nukleacije, teorija hipernukleacije te najnovija teorija dupleks nukleacije.

Boridno/karbidnu teoriju prvi je predložio Cibula 1949 godine [38]. Prema ovoj teoriji, TiC i/ili TiB_2 kristali nukleiraju kruti aluminij pomoću heterogene nukleacije nakon dodatka $\text{Al}-\text{Ti}-\text{B}$ predlegure. Smatra se da se TiC formira dodatkom Ti i ugljika koji je kao nečistoća uvijek prisutan u talini. Nakon dodatka predlegure, čestice Al_3Ti se počinju ubrzano otapati, stvarajući konstitucijski povoljnije uvjete za rast α_{Al} na TiB_2 i TiC česticama.

Peritektička teorija nukleacije prepostavlja da do usitnjavanja zrna dolazi peritektičkom reakcijom određenih prijelaznih elemenata kao što su Ti, Zr, Cr, Mo i W s aluminijem. U talini koja sadrži Ti (najčešći element za usitnjavanje zrna), reakcija do koje dolazi može se prikazati Al-Ti faznim dijagramom [38] kako slijedi: $\text{L} + \text{Al}_3\text{Ti} \rightarrow \alpha_{\text{Al}}$. Do peritektičke reakcije dolazi kod približno 665°C i pri minimalnoj koncentraciji Ti od 0,15 mas. %. α_{Al} nukleira na otapajućim Al_3Ti česticama. Tada se formira sloj α_{Al} koji u potpunosti obuhvati površinu Al_3Ti čestice. Ova se teorija suočava s velikim problemom. Prema binarnom faznom dijagramu Al-Ti, rastaljeni aluminij trebao bi sadržavati 0,15 mas. % Ti pri peritektičkoj temperaturi. S obzirom da količina titana koji se dodaje u talinu obično iznosi

0,01 mas. % pokazano je da dodatkom Al-Ti-B predlegure tijekom usitnjavanja zrna aluminija bor pomiče peritektičku reakciju na sastav ispod 0,15 mas.% Ti.

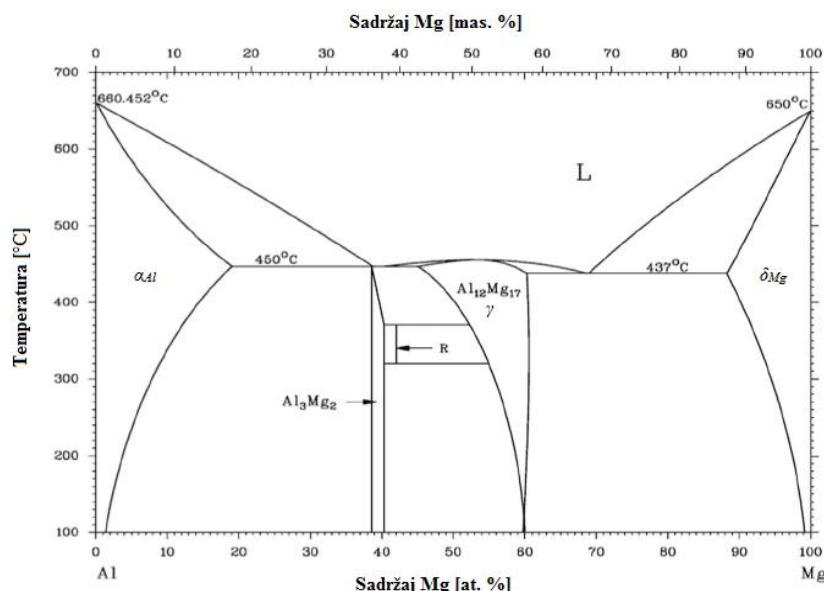
Teorija hipernukleacije predložena je i imenovana kao takva zbog nesrazmjernog utjecaja veoma malih količina titana i bora na veličinu zrna aluminija. Teorija hipernukleacije pretpostavlja da do nukleacije dolazi na česticama borida. Titan snižava aktivacijski gradijent boridnih čestica TiB_2 čime dolazi do formiranja granične površine pogodne za nukleaciju α_{Al} . Otopljene čestice u talini sličnih atomskih radiusa aluminiju dovode do hipernukleacije. Otopljeni titan ima visok afinitet prema graničnoj površini borid - talina i sličnost atomskih radiusa titana i aluminija može olakšati hipernukleaciju. Ne postoje eksperimentalni dokazi koji bi potvrdili ovu teoriju.

Teorija dupleks nukleacije pretpostavlja da se nukleacija odvija na Al_3Ti česticama koje okružuju TiB_2 čestice [38]. U odsutnosti suviška titana, ne dolazi do usitnjavanja zrna [39]. Rast je stubičast, a klasteri borida pronađeni su na granicama zrna. Za sve dodatke titana (najmanji dodatak Ti je 0,01 mas. %), pronađene su boridne čestice unutar istoosnih zrna. Čestice su okružene Al_3Ti slojem u legurama koje sadrže manje od 0,15 mas.% Ti. U legurama koje sadrže više od 0,15 mas.% Ti, pojavljuju se veće Al_3Ti čestice koje nukleiraju na boridnoj fazi.

2.6. FAZNI DIJAGRAMI SKRUĆIVANJA Al-Mg SUSTAVA

2.6.1. Al-Mg sustav

Magnezij je najviše korišteni legirajući element u legurama aluminija. To proizlazi iz činjenice da je topljivost magnezija u aluminiju znatna, što omogućava dobivanje niza legura skupine 5xxx, različitih po mehaničkim i fizikalnim svojstvima, što se vidi iz binarnog dijagrama stanja na slici 15.



Slika 15. Binarni dijagram stanja Al-Mg sustava [40]

Ravnotežne krute faze u binarnom Al-Mg dijagramu su [41]:

- α_{Al} - kruta otopina s plošno centriranom kubičnom rešetkom (fcc), s maksimalnom topljivosti Mg u α_{Al} od 17,4 % pri eutektičkoj temperaturi od 450 °C;

- δ_{Mg} - kruta otopina s heksagonalnim gustim slaganjem (hcp), s maksimalnom topljivosti Al u δ od 12,9 %, pri eutektičkoj temperaturi od 437 °C;
- β - faza - spoj s približnim stehiometrijskim sastavom Al_8Mg_5 , s kompleksnom plošno centriranom rešetkom (fcc), naziva se i Al_3Mg_2 ;
- R - faza - spoj nastaje pri 39 % Mg;
- γ - faza - spoj nastaje pri 450 °C ima najširi interval sastava od približno 42 - 58 % Mg. Idealna kristalna struktura ima stehiometrijski sastav $Al_{12}Mg_{17}$ kod 58,6 % Mg.

Sukladno s povećanjem temperature i sadržaja magnezija u aluminijskim legurama rastu i njihova mehanička svojstva. Međutim, treba voditi računa da se pri povećanju sadržaja magnezija smanjuje stabilnost legure i sposobnost oblikovanja deformiranjem, stoga aluminijске legure serije 5xxx za industrijsku primjenu sadrže do 5 % magnezija [42].

Osim magnezija, legure skupine 5xxx mogu sadržavati i druge elemente, npr. mangan, titan i krom, čija je uloga povećanje vlačne čvrstoće i poboljšanje posebnih svojstava poput otpornosti na koroziju i zavarljivosti. Nečistoće su u manjim količinama prisutne u obliku intermetalnih faza željeza i silicija [43].

2.6.2. Al-Fe-Mg sustav

Eutektička reakcija, $L \rightarrow \alpha_{Al} + Al_3Mg_2$, javlja se u aluminijskom kutu Al-Mg dijagrama pri 450 °C i 35 % Mg [44]. Posljedica toga je da se Al_3Mg_2 faza nalazi u ravnoteži s α_{Al} . Područje homogenosti ove faze ograničeno je sadržajem magnezija 34,8 - 37,1 %. Stohiometrijski sastav faze Al_3Mg_2 (37,3 % Mg) odgovara homogenom području i većini podataka o kristalnoj strukturi.

Magnezij je izrazito topiv u krutoj otopini aluminija i topivost mu se smanjuje s povećanjem temperature [44].

Niti jedan ternarni spoj nije primijećen u ternarnom Al-Fe-Mg sustavu. Samo su binarne faze, Al_3Fe i Al_3Mg_2 , u ravnoteži s krutom otopinom aluminija. Do invarijantne eutektičke transformacije, $L \rightarrow \alpha_{Al} + Al_3Fe + Al_3Mg_2$, dolazi pri temperaturi 451 °C odnosno pri temperaturi 445 °C za eutektički sastav: 33 % magnezija i 0,15 % željeza ili 0,3 % željeza [44]. Ovaj eutektik posjeduje potpuno nepravilnu strukturu.

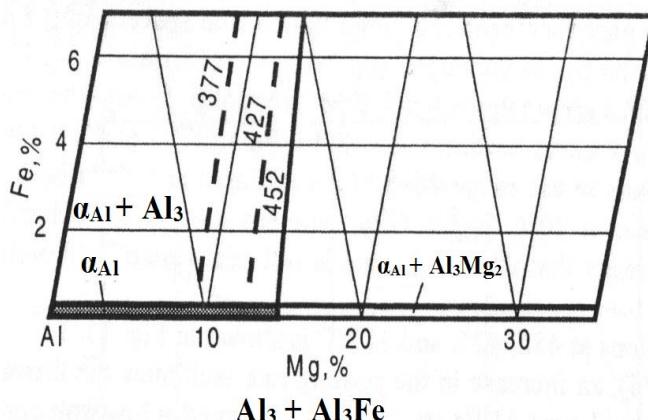
Topivost magnezija u Al_3Fe i topivost željeza u Al_3Mg_2 je zanemarivo mala. Unos magnezija neznatno smanjuje topivost željeza u krutoj otopini aluminija. S druge strane, željezo značajno smanjuje topivost magnezija u krutoj otopini aluminija.

Porast sadržaja magnezija u krutoj otopini aluminija od 0,1 % vodi do povećanja parametra rešetke α_{Al} za 0,0005 nm; parametar rešetke iznosi 0,41294 nm na granici ravnotežne topivosti magnezija. Gustoća krute aluminijске otopine povećava se za 0,47 % za svaki 1 % magnezija [44].

Faza Al_3Mg_2 posjeduje složenu plošno centriranu kubičnu rešetku s parametrom rešetke $a = 2,8239$ nm: 2,82 nm na strani bogatoj aluminijem i 28,6 nm na strani bogatoj magnezijem [44]. Gustoća ove faze iznosi $2,23 \text{ g/cm}^3$. Tvrdoća po Vickers-u iznosi 2 - 3,4 GPa pri temperaturi 27 °C i 1,6 GPa pri 327 °C. Young-ov modul elastičnosti se nalazi u intervalu 46 - 52 GPa. Mikrotvrdoća ove faze pri 20 °C iznosi 2,8 GPa, dok mikrotvrdoća na 300 °C iznosi 0,65 GPa što znači da promatrana faza nije toplinski postojana.

Raspoređenost faznih područja pri 452, 427 i 377 °C prikazana je na slici 16.

Povećanje brzine hlađenja olakšava stvaranje nepravilnih ternarnih eutektika. Veliki kristali Al_3Fe počinju se formirati pri nižim koncentracijama željeza, dok se Al_3Mg_2 spoj skrućeće čak i pri 2 - 3 % magnezija. Velike brzine hlađenja binarnih legura mogu dovesti do produljenja vrhunca topivosti magnezija u aluminiju do 37 %. Pod ovakvim je okolnostima moguće je da će neki spojevi biti potisnuti te će na njihovim mjestima početi skrućivanje metastabilnih faza.



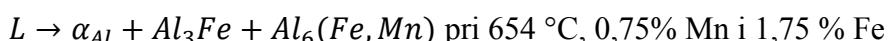
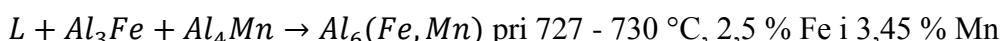
Slika 16. Rasporedenost faznih područja u Al-Fe-Mg sustava pri 452, 427 i 377 °C [44]

2.6.3. Al-Fe-Mn sustav

U aluminijskom kutu binarnog Al-Mn sustava, dolazi do eutektičke reakcije $L \rightarrow \alpha_{\text{Al}} + \text{Al}_6\text{Fe}$ pri temperaturi 657 °C [44]. Pri malim brzinama hlađenja, ovaj eutektik ima nepravilnu strukturu sa spojem Al_6Fe kao glavnom fazom. Topivost mangana u krutoj otopini aluminija iznosi 1,8 % pri 657 °C, 1 % pri 627 °C, 0,42 % pri 527 °C i 0,2 % pri 427 °C.

U aluminijskom kutu ternarnog Al-Fe-Mn sustava, formiraju se samo binarne faze od kojih su dvije od njih, Al_3Fe i $\text{Al}_6(\text{Fe}, \text{Mn})$, u ravnoteži s aluminijskom krutom otopinom. Željezo može zamijeniti mangan u Al_6Mn fazi rezultirajući sastavom $\text{Al}_{12}\text{FeMn}$ (12,85 % Fe, 12,46 % Mn) [44]. Ograničena topivost mangana u Al_3Fe je konzistentna s formulom $\text{Mn}_{0,12}\text{Fe}_{0,88}\text{Al}_3$, odnosno 4 - 5 % mangana. Mangan također stabilizira metastabilnu fazu Al_6Fe koja u ternarnim sustavima formira kontinuirane serije krutih otopina s fazom Al_6Mn .

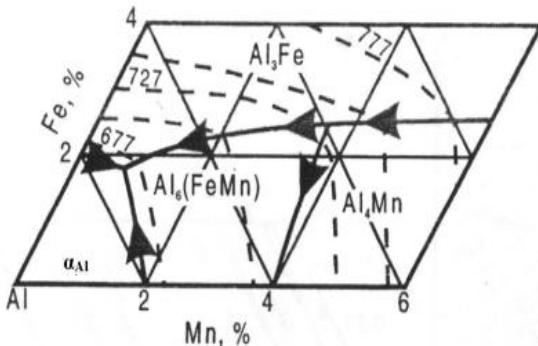
U aluminijem bogatim legurama odvijaju se dvije invarijantne transformacije:



Faza Al_6Mn ima ortoromsku strukturu s parametrom rešetke $a = 0,6498 \text{ nm}$, $b = 0,7540 \text{ nm}$ i $c = 0,8858 \text{ nm}$ [44]. Gustoća ove faze iznosi 3,09 - 3,27 g/cm³. Čvrstoća po Vickers-u iznosi 5,4-5,6 GPa pri sobnoj temperaturi i uglavnom se ne mijenja do 427 °C. Pri visokim se temperaturama naglo smanjuje. Mikrotvrdoća pri 20 °C iznosi 6,9 GPa, dok pri 300 °C iznosi 4,13 GPa. Ovaj je spoj toplinski postojan.

Faza $\text{Al}_6(\text{Fe}, \text{Mn})$ ima ortoromsku rešetku, izomorfnu naspram Al_6Fe i Al_6Mn , s parametrima rešetke $a = 0,75518 \text{ nm}$, $b = 0,64978 \text{ nm}$ i $c = 0,88703 \text{ nm}$ [44]. Čvrstoća po Vickers-u iznosi 7,04 GPa, a Young-ov modul elastičnosti iznosi 128 GPa.

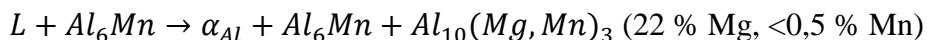
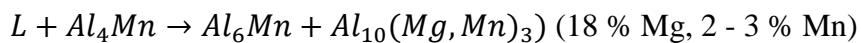
Projekcije područja skrućivanja Al-Fe-Mn sustava prikazane su na slici 17.



Slika 17. Projekcije područja skrućivanja Al-Fe-Mn sustava [44]

2.6.4. Al-Fe-Mg-Mn sustav

Aluminijski kut ternarnog Al-Mg-Mn sustava sadrži faze Al_6Mn , Al_3Mg_2 i ternarni spoj $\text{Al}_{10}(\text{Mg}, \text{Mn})_3$ s 13,7 % magnezija i 13,5 % mangana ili spoj $\text{Al}_{10}\text{Mg}_2\text{Mn}$ s 12,8 - 13,5 % magnezija i 14,72 - 14,8 % mangana [44]. Ove su faze u ravnoteži s krutom aluminijskom otopinom. Ternarni spojevi formiraju se peritektički:



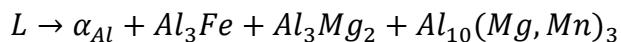
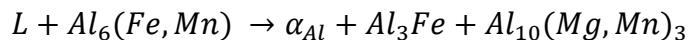
Eutektička transformacija koja se najvjerojatnije javlja pri 437 °C je:



Topivost mangana u aluminiju opada dodatkom magnezija u sustav. Ako npr. dodamo 2 % magnezija pri 597 °C topivost mangana u aluminiju opada do 0,96 do 0,8 % [44]. Maksimalna topivost magnezija u aluminiju također opada u prisustvu mangana. Njegova maksimalna topivost u ternarnom sustavu je 14 % za razliku od binarnog Al-Mg sistema gdje topivost magnezija iznosi 17 %. Topivosti magnezija u Al_6Mn i mangana u Al_3Mg_2 vrlo su male.

Kvaternarne faze nisu uočene u Al-Fe-Mg-Mn sustavu [44]. Faze Al_3Fe , Al_3Mg_2 , $\text{Al}_6(\text{Fe}, \text{Mn})$ i $\text{Al}_{10}(\text{Mg}, \text{Mn})_3$ u ravnoteži su s krutom aluminijskom otopinom.

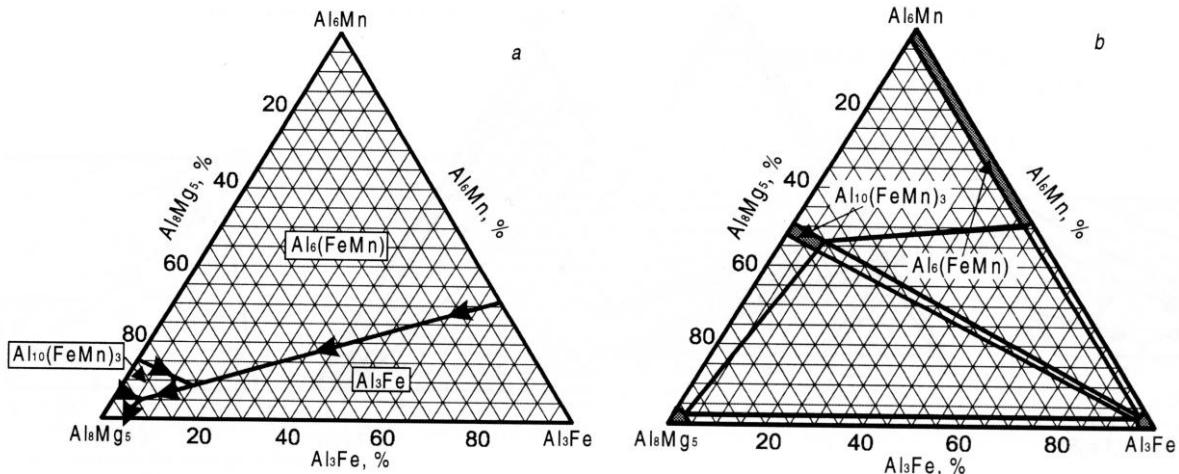
Dvije invarijantne reakcije:



moguće su u području blizu Al-Mg kuta koncentracijskog tetraedra. Obje se pojavljuju na temperaturama i koncentracijama blizu točke binarnog eutektika u Al-Mg sustavu, koja odgovara temperaturi 450 °C s 35 % magnezija [44].

Kristali ternarne faze odvojeni iz matriksa kvaternarnih legura sadrže 10 - 12 % magnezija, 14 - 18 % mangana i manje od 1 % željeza [44].

Projekcije aluminijskog kuta Al-Fe-Mg-Mn faznog dijagrama prikazane su na slici 18.

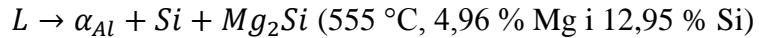


Slika 18. Projekcije aluminijskog kuta Al-Fe-Mg-Mn sustava [44]

a) fazna raspodjela unutar taline
b) fazna raspodjela unutar krutine

2.6.5. Al-Fe-Mg-Si sustav

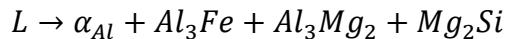
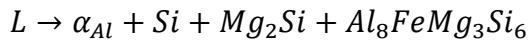
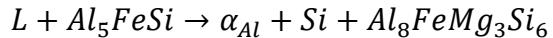
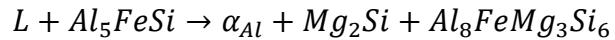
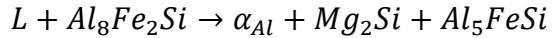
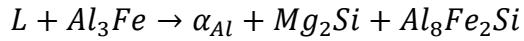
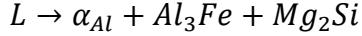
Aluminijski kut Al-Fe-Mg-Si sustava sadrži faze Mg_2Si , Al_3Mg_2 i Si u ravnoteži s krutom aluminijskom otopinom [44]. Kvazibinarno područje između α_{Al} i Mg_2Si odgovara koncentracijskom omjeru Mg : Si = 1,73. Ovo područje dijeli fazni dijagram na dva jednostavna sustava eutektičkog tipa: Al-Mg-Mg₂Si i Al-Si-Mg₂Si. Invarijantne reakcije do kojih dolazi su:

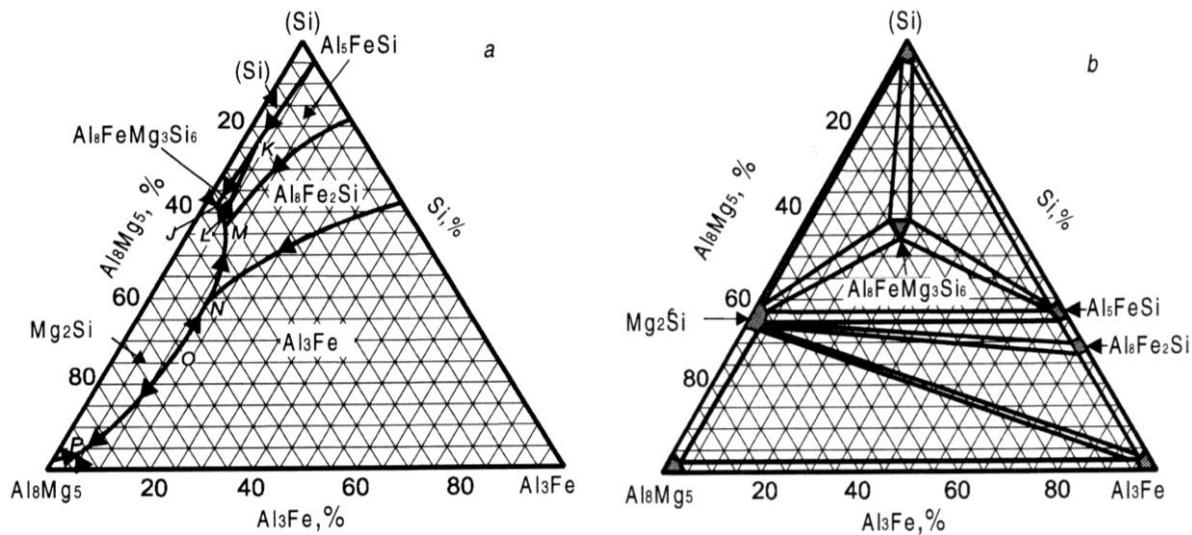


Topivost Mg_2Si u aluminiju opada s povišenjem udjela silicija te strmovito opada kada udio magnezija premaši stehiometrijski odnos Mg:Si = 2 [44].

Unutar Al-Fe-Mg-Si sustava pojavljuje se kvaternarni spoj, često označavan kao π ili $h(AlMgFeSi)$, čiji sastav (10,9 % Fe, 14,1 % Mg, 32,9 % Si) odgovara formuli $Al_8FeMg_3Si_6$ [44, 45]. Izuzev navedenog kvaternarnog spoja, i faze Al_3Fe , Al_3Mg_2 , Mg_2Si , Al_8Fe_2Si , Al_5FeSi i (Si) mogu biti u ravnoteži s aluminijskom krutom otopinom.

Invarijantne reakcije, slika 19, koje se javljaju u legurama Al-Fe-Mg-Si sustava su:





Slika 19. Projekcije aluminijskog kuta Al-Fe-Mg-Si sustava [44]

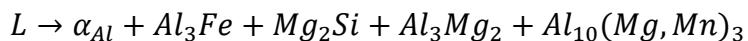
a) fazna raspodjela unutar taline

b) fazna raspodjela unutar krutine

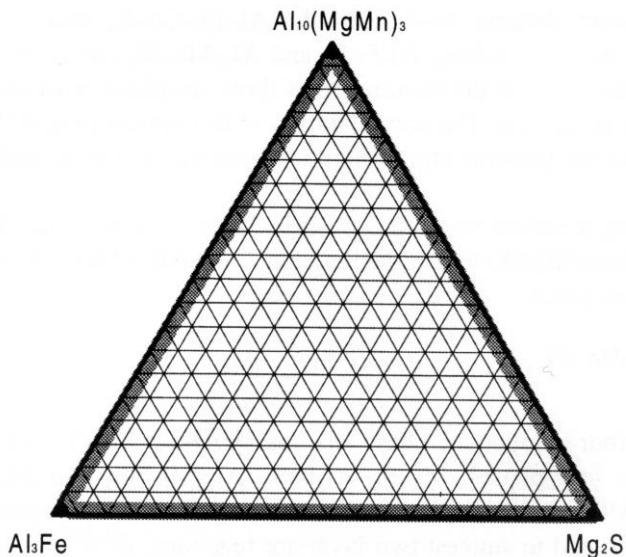
Faza Mg_2Si , s 63,2 % magnezija i 36,8 % silicija, posjeduje kubičnu rešetku s parametrom rešetke $a = 6,351 \text{ nm}$ [44]. Gustoća ove faze iznosi $1,98 \text{ g/cm}^3$. Young-ov modul elastičnosti iznosi 83,5 GPa, a tvrdoća po Vickersu 4,5 GPa. Mikrotvrdoća ovog spoja pri sobnoj temperaturi iznosi 5,36 GPa, a mikrotvrdoća pri 300°C iznosi 1,77 GPa, što daje dokaz niske temperaturne otpornosti ove faze.

2.6.6. Al-Fe-Mg-Mn-Si sustav

Kod legura bogatih magnezijem, u Al-Fe-Mg-Mn, Al-Fe-Mg-Si i Al-Mg-Mn-Si sustavu samo tri faze mogu biti u ravnoteži sa α_{Al} i Al_3Mg_2 , a to su: Al_3Fe , Mg_2Si i $Al_{10}(Mg, Mn)_3$ [44]. Ove se faze mogu primijetiti u invarijantnoj eutektičkoj reakciji:



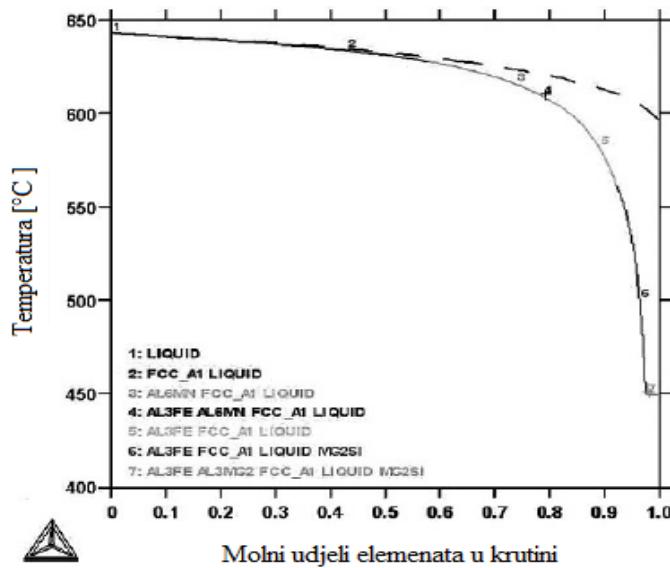
Njihova vrlo jednostavna raspodjela (zasjenjeni dijelovi uz rubove dijagrama) unutar faznih područja u krutom stanju u Al-Fe-Mg-Mn-Si sustavu prikazana je na slici 20.



Slika 20. Raspodjela faznih područja Al-Mg legura u krutom stanju u Al-Fe-Mg-Mn-Si sustavu [44]

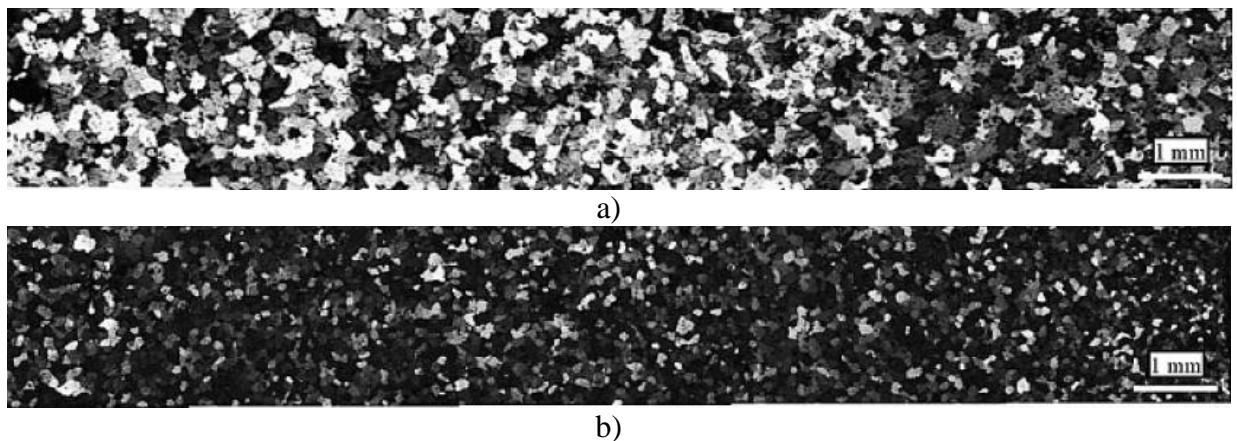
2.6.7. Skrućivanje legure EN AW-5754

Skrućivanje legure EN AW-5754 obrađeno je od strane S. Kumar i suradnika [46]. Kemijski sastav literaturno obrađene legure EN AW-5754 je: 3,12 % Mg; 0,43 % Mn; 0,2 % Fe; 0,05 % Si; 0,001 % Cu i 0,02 % Ti, a njezin režim skrućivanja simuliran je pomoću termodinamičkog programskog paketa Thermo-Calc. Sukladno predviđanju tijekom skrućivanja su se oformile sljedeće faze: Al_6Mn , Al_6Fe , Al_3Fe i Mg_2Si kao što je prikazano Scheil-ovim dijagrameom na slici 21. Isrtana linija na dijagramu predstavlja potpuno ravnotežni slijed skrućivanja, dok puna linija predstavlja neravnotežni slijed skrućivanja.



Slika 21. Termodinamički izračun neravnotežnog faznog dijagrama legure EN AW-5754 [46]

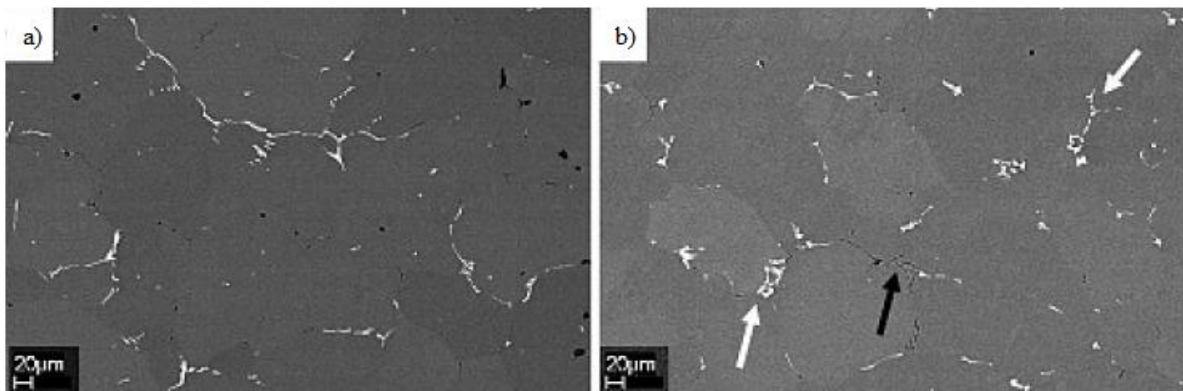
Iz slike 22 može se uočiti da je dodatkom $\text{Al}_5\text{Ti}_1\text{B}$ cijepiva leguri EN AW-5754 postignuta fina sitnozrnata istoosna mikrostruktura, slika 22b, preko cijelog poprečnog presjeka lijevanog bloka, za razliku od bloka prije dodatka sredstva za usitnjavanje, slika 22a.



Slika 22. Poprečni presjek blokova legure EN AW-5754 [46]

- a) bez dodatka cjepiva*
- b) s dodatkom cjepiva*

Slika 23 prikazuje mikrostrukturu sredine bloka legure EN AW-5754 [46]. Uočavaju se bijele intermetalne faze na bazi željeza i crne intermetalne faze na bazi magnezija i silicija Mg_2Si . Bijele strelice na slici 23b usmjerene su prema intermetalnim fazama na bazi željeza, a crne su usmjerene prema intermetalnoj fazi Mg_2Si . Usitnjavanje zrna također je rezultiralo ujednačenom raspodjelom spomenutih intermetalnih čestica u bloku. Ujednačena raspodjela intermetalnih faza u bloku vrlo je važna zbog naknadnih procesa obrade materijala nakon lijevanja, postupcima valjanja i istiskivanja.



Slika 23. Prikaz mikrostrukture sredine bloka legure EN AW-5754 [46]

- a) bez dodatka cjepiva*
- b) s dodatkom cjepiva*

2.7. PROCES HOMOGENIZACIJE U INDUSTRIJSKOJ PROIZVODNJI ALUMINIJSKIH LEGURA

Aluminijске legure za gnječeње obično se prije obrade plastičnom deformacijom procesima istiskivanja ili valjanja, toplinski obrađuju procesom homogenizacije [47]. Svrha provođenja ove toplinske obrade je: uklanjanje čestica i segregacijskih gradijenata koji stvaraju niskotemperaturna područja kako bi se izbjeglo stvaranje pukotina prilikom naknadne obrade procesima istiskivanja i valjanja; zaobljenje tvrdih čestica s oštrim rubovima koje smanjuju plastičnost i uzrokuju stvaranje rupa u tankostijenim proizvodima; formiranje

sekundarnih čestica (disperzoida) radi kontrole veličine zrna tijekom procesa istiskivanja i valjanja te postizanje ravnomjerne raspoređenost legirajućih elemenata u krutoj otopini prije procesa istiskivanja i valjanja.

Industrijski proces homogenizacije je postupak koji se obično odvija u tri koraka, a to su zagrijavanje materijala, držanje materijala na određenoj temperaturi i naknadno hlađenje materijala [47].

Kada započne zagrijavanje od sobne temperature, kruta otopina je prezasićena. Prve reakcije koje se počnu odvijati su procesi nukleacije i precipitacije [47]. Mnogi od svježe formiranih precipitata se naknadno ponovno otapaju na visokim temperaturama te im se zbog toga ne pridodaje prevelika industrijska važnost, iako ti precipitati mogu poslužiti kao nukleusi drugih čestica. Svježe formirane čestice koje nastoje „preživjeti“ uspješno proveden proces homogenizacije su disperzoidi koji se sastoje od Fe, Cr, Mn, i Zr premda se veliki udio tih čestica otopi prije no što se postigne temperatura držanja pri procesu homogenizacije.

Temperatura skrućivanja se obično bira da bude što veća moguća, vodeći računa o temperaturi ravnotežnog skrućivanja legure. Manje temperature se mogu koristiti kada se želi postići veća gustoća Cr, Mn ili Zr disperzoida. Glavne reakcije vezane za čestice tijekom faze držanja na određenoj temperaturi su: okrupnjavanje disperzoida, zaobljenje netopivih primarnih čestica i transformacija čestica koje sadrže Fe iz jedne faze u drugu. Druga važna reakcija je usklađivanje koncentracijskih gradijenata na razini zrna odnosno dendrita.

Precipitacija Mg, Si i Cu čestica tijekom skrućivanja je uglavnom nepoželjna te je glavni zadatak procesa homogenizacije njihovo uklanjanje.

Iz ekonomskih razloga, poželjno je da se industrijski proces homogenizacije odvija što brže moguće. To nije jednostavno postići ako se uzme u obzir sporije zagrijavanje, duže zadržavanje na određenoj temperaturi, a nekada čak i sporije hlađenje. Iz tog razloga optimizacija procesa homogenizacije je stvar kompromisa [47].

Najviše korištene legure aluminija pripadaju aluminijevom kutu AlMgSiFeMn(+Cu) faznog dijagrama, gdje postoji određen broj stabilnih intermetalnih faza [47]. Najčešće čestice koje se pojavljuju u Al-Mg legurama serije 5xxx prikazane su u tablici 3. One su podijeljene na Mn, Fe - čestice koje se ne otapaju u potpunosti u tehničkim legurama, a mogu biti prisutne i na kraju vremena držanja pri temperaturi držanja, i Mg, Si - čestice koje se često otapaju na određenoj temperaturi, ali se mogu ponovno formirati ako je hlađenje presporo.

Tablica 3. Najčešće pojavljivane čestice skupine 5xxx pri povišenim temperaturama homogenizacije [47]

Mn, Fe čestice:	5xxx	Mg, Si, Cu čestice:	5xxx
Al ₆ (Mn, Fe)	x	Al ₃ Mg ₂	x
Al ₃ Fe	x	Mg ₂ Si	x
α-Al(Mn, Fe) Si (kubična ili heksagonalna)	x	AlCuMg	x

Tablica 4 prikazuje popis glavnih reakcija nukleacije, rasta i otapanja tijekom procesa homogenizacije za Al-Mg legure serije 5xxx [47]. Nekolicina metastabilnih faza nukleira tokom ranih faza zagrijavanja. Općenito govoreći te su faze premalene da bi ih se uočilo

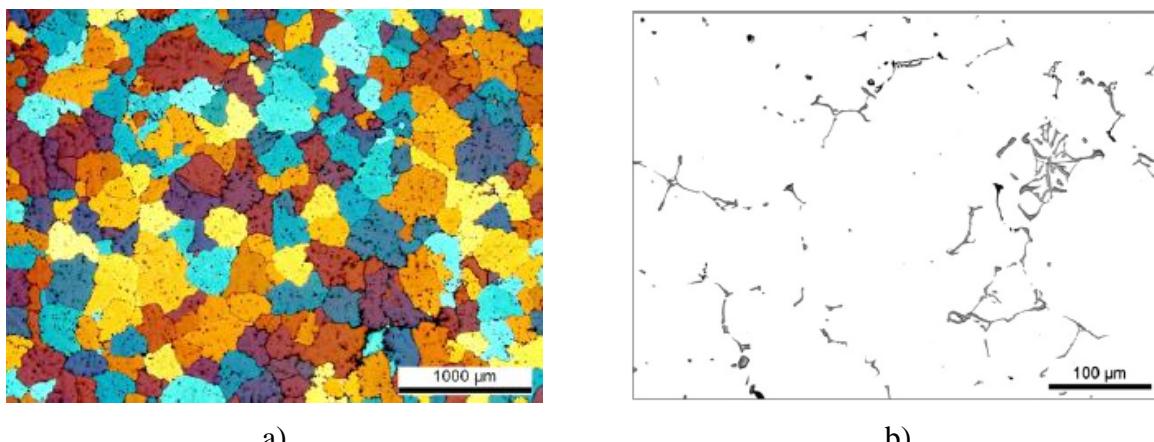
koristeći svjetlosni mikroskop, pretražni elektronski mikroskop, a mogu se bolje uočiti pomoću transmisijskog elektronskog mikroskopa (TEM).

Tablica 4. Promjene u mikrostrukturi za vrijeme homogenizacije Al legura skupine 5xxx [47]

Legura	Zagrijavanje	Držanje	Hlađenje
5xxx	Otapanje ili taljenje Al_3Mg_2 , parcijalno otapanje Mg_2Si	Difuzija Mn i Si. Otapanje Al_3Mg_2 i djelomično Mg_2Si	Valjanje. Nešto precipitacije. Deformacija.

2.7.1. Utjecaj procesa homogenizacije na razvoj mikrostrukture legure EN AW-5454

O. Engler i suradnici [48] proučavali su utjecaj procesa homogenizacije na razvoj mikrostrukture legure EN AW-5454, kemijskog simbola AlMg_3Mn , koja sukladno normi EN 573-3 [11] spada u teško gnječive, toplinski neočvrstive legure aluminija s magnezijem. Kemijski sastav literaturno obrađene legure EN AW-5454 je: 2,90 % Mg; 0,83 % Mn; 0,37 % Fe; 0,15 % Si; 0,04 % Cu i 0,01 % Ti. U lijevanom stanju blok legure EN AW-5454 ima globularnu strukturu s velikim volumnim udjelom nepravilno oblikovanih intermetalnih faza koje se nagomilavaju na granicama zrna, slika 24a i 24b [48].

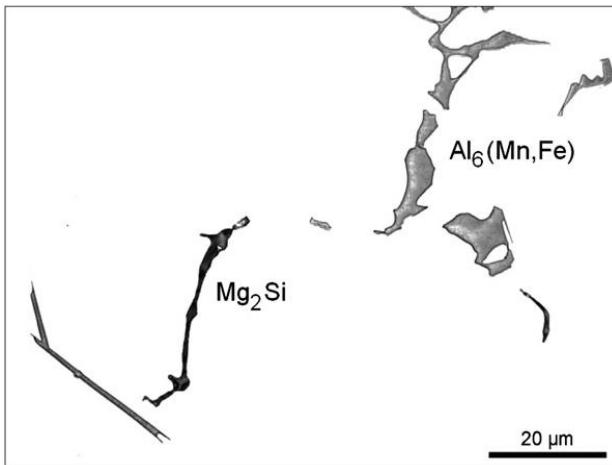


Slika 24. Prikaz mikrostrukture bloka aluminijske legure EN AW-5454 u lijevanom stanju [48]

- a) prikaz globularne strukture zrna s vrlo velikim udjelom nepravilno oblikovanih intermetalnih faza uzduž granica zrna
- b) prikaz intermetalnih faza i struktura zrna, 200x

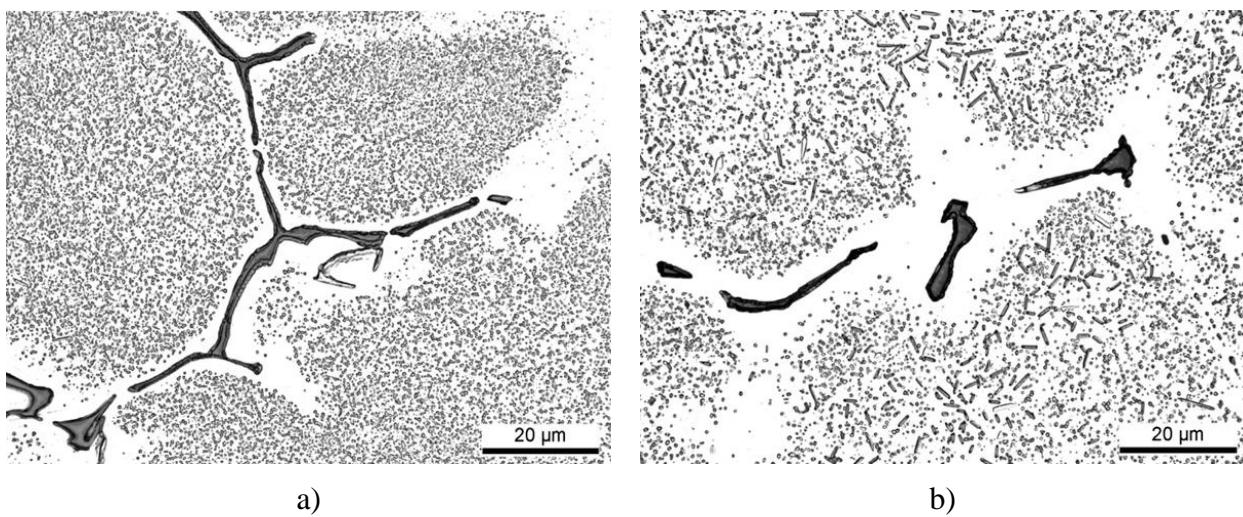
Pri vrlo velikim povećanjima u lijevanoj (primarnoj) strukturi se utvrđuje postojanje dvaju intermetalnih faza, koje se razlikuju prema obojanosti, slika 25 [48]. Mikrostrukturalna analiza otkrila je bijele intermetalne faze na bazi željeza i mangana, stoga se ta faza može okarakterizirati kao $\text{Al}_6(\text{Mn},\text{Fe})$. Crne faze razgranatog i izduženog oblika na bazi magnezija i silicija okarakterizirane su kao Mg_2Si .

Struktura zrna je nakon postupka homogenizacije najvećim dijelom ostala ista, dok je mnogo veći utjecaj imao na površinski udio, veličinu i oblik sekundarnih čestica [48].



Slika 25. Prikaz dviju različitih intermetalnih faza u lijevanoj strukturi bloka aluminijске legure EN AW-5454, 1000x [48]

Uzorci ispitivanog materijala aluminijске legure EN AW-5454 homogenizirani su pri različitim temperaturama držanja, slika 26 [48]. Pri temperaturi držanja od 500 °C s vremenom ne dolazi do bitnih promjena u strukturi intermetalnih faza, no autori su uočili formiranje malih sekundarnih disperzoidnih faza visoke gustoće po cijeloj unutarnjosti lijevane strukture, slika 26a. S povećanjem temperature držanja pri 560 °C velike intermetalne faze s vremenom postaju sve manje i zaobljenije, slika 26b.



Slika 26. Snimke mikrostrukture uzoraka aluminijске legure EN AW-5454 nakon provedene homogenizacije pri različitim temperaturama držanja, 1000x [48]

- a) homogenizacija uzoraka pri temperaturi držanja od 500 °C
- b) homogenizacija uzoraka pri temperaturi držanja od 560 °C

Struktura u lijevanom stanju sadrži intermetalne faze $\text{Al}_6(\text{Mn},\text{Fe})$ i Mg_2Si . Tijekom homogenizacije pri temperaturi držanja od 500 °C ne dolazi do promjene njihovog udjela i veličine [48]. Pri temperaturama iznad 500 °C udio i veličina intermetalnih faza Mg_2Si počinje se smanjivati te se s vremenom ove faze potpuno otapaju. To dovodi do prezasićenja krute aluminijске otopine silicijem što predstavlja glavnu pokretačku snagu za precipitaciju finih α - $\text{Al}(\text{Fe,Mn})\text{Si}$ disperzoida. Udio, veličina i sastav ovih α -disperzoida ovisi o vremenskom i temperaturnom režimu primjenjene homogenizacije. Povećanje temperature homogenizacije praćeno je povećanjem veličine i broja α - $\text{Al}(\text{Fe,Mn})\text{Si}$.

3. EKSPERIMENTALNI DIO

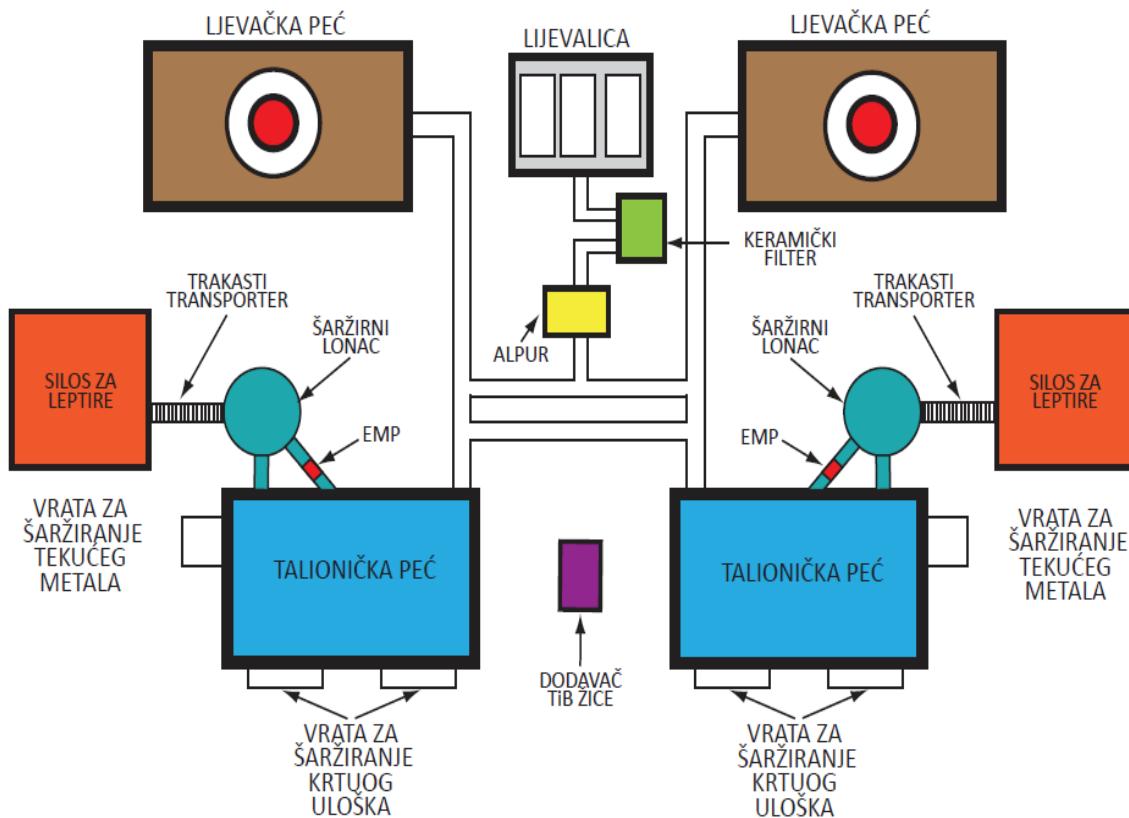
Cilj ovog rada bio je utvrditi utjecaj brzine hlađenja, ovisno o mjestu uzimanja uzoraka u bloku u lijevanom stanju na veličinu tj. broj zrna po jedinici površine i mehanička svojstva (vlačnu čvrstoću, granicu razvlačenja i istezanje) bloka legure EN AW-5754 lijevanog polukontinuiranim vertikalnim postupkom lijevanja izravnim hlađenjem vodom (Direct-Chill) u tvornici TLM d.d. Šibenik.

U svrhu određivanja kinetike izlučivanja pojedinih faza u leguri EN AW-5754 proveden je termodinamički proračun fazne ravnoteže pomoću programske pakete Thermo-Calc (TCW 5.0).

Prisutnost pojedinih intermetalnih faza i njihova morfologija ispitana je pomoću TESCAN pretražnog elektronskog mikroskopa (SEM) koji je opremljen Bruker energijsko disperzivnim spektrometrom (EDS) koji omogućava uvid u distribuciju kemijskih elemenata na određenoj površini te analizu kemijskog sastava u određenoj točki.

3.1. LIJEVANJE BLOKOVA DC POSTUPKOM

Lijevanje bloka legure EN AW-5754 provedeno je na renoviranoj i moderniziranoj liniji za lijevanje, uz primjenu tehnologije PECHINEY, slika 27.



Slika 27. Shematski prikaz moderniziranog postupka izrade blokova polukontinuiranim vertikalnim postupkom lijevanja

Nova linija za lijevanje, prikazana na slici 27, sadrži sljedeće komponente: dvije talioničke peći, sustav za ubacivanje tehnološkog otpada u talioničke peći, dvije elektromagnetske pumpe (EMP), automatski dodavač žice za modifikaciju, sustav žljebova za transport taline, dvije ljevačke peći, sustav za otplinjavanje (ALPUR), keramički filter, lijevalicu, sustav za automatsko upravljanje procesom (sustav programsko logičke kontrole PLC).

Dovozom i ulaganjem krutog uloška u talioničke peći, slika 28, započinje tehnološki proces. Osnovni materijal uloška, aluminij, sastoji se od primarnog krutog elektrolitičkog aluminija (T- blokova ili poluga) i sekundarnog aluminija iz krutog tehnološkog otpada (otpiljaka, limova, svitkova, leptira).



Slika 28. Talionička peć

Legure EN AW-1050, EN AW-5000 i EN AW-5754 glavne su komponente tehnološkog otpada. U svrhu dobivanja što kvalitetnijeg bloka legure EN AW-5754, sve komponente strukture uloška moraju biti provjerene kvalitete. U tablici 5 prikazana je struktura uloška.

Tablica 5. Struktura uloška za ispitivanu leguru EN AW-5754, šarža 3714

Struktura uloška	Masa [kg]	Struktura uloška	Masa [kg]
Magnezij	380	Strugotina i piljevina (legura 5000)	2266
TiB (poluge)	30	Početci i krajevi iz tople ljevaonice (legura 5754)	1000
TiB (žica)	30	Tekmo sanduci (legura 1050)	800
Be predlegura	3	Leptiri (legura 5000)	4369
T-blokovi (poluge) (legura 1050)	7500	Svitci (legura 5754)	3245
UKUPNO: 19623			

U procesu izrade blokova prvu fazu čini taljenje krutog uloška (primarnog metala) i/ili aluminijevog otpada koji se miješaju u plamenoj talioničkoj peći pri temperaturi 760 - 850 °C. Na stražnjim zidovima talioničkih peći nalazi se po jedna elektromagnetska pumpa. Svaka elektromagnetska pumpa ima vlastiti šaržirni lonac i trakasti transporter za šaržiranje sipkog krutog uloška tzv. „leptira“. Nakon što se u talioničkoj peći postigne precizno kontroliran

kemijski sastav taline, njena homogenost i odgovarajuća temperatura, tekući metal se preljeva u ljevačke peći sustavom žljebova za transport taline, slika 29a. U ljevačkim pećima talina se dodatno dorađuje sljedećim postupcima: rafinacijom dušikom, obradom taline solima, dodatnim legiranjem i cijepljenjem TiB cjeplivom u obliku poluga.



Slika 29. Postupak lijevanja

a) ljevačke peći sa sustavom žljebova za transport taline
 b) žica za usitnjavanje zrna

c), d) kokile i distribucijske vrećice na ljevačkom stolu za vrijeme lijevanja
 e) kokila postavljena u okvir na ljevačkom stolu i skriveni blok u njoj, završetak lijevanja

Nakon što se u talini utvrdi početni sadržaj titana putem kemijske analize pećne probe, najprije se dodaje predlegura u obliku polugica AlTi5B koja služi kao sredstvo za usitnjavanje zrna, a zatim se konačno cijepljenje obavlja „on-line“ postupkom - kontinuiranim dodavanjem sredstva u obliku žice pomoću automatskog dodavača žice u žlijeb, slika 29b, neposredno ispred ALPUR-a. Na taj način dobivamo talinu s željenim sastavom titana (i bora).

Sljedeća faza obuhvaća obradu taline za vrijeme njenog lijevanja. Na taj se način uklanjuju još neke dodatne nečistoće koje utječu na kvalitetu konačnog proizvoda, a njih čine: otopljeni vodik, otopljeni alkalni metali (najviše natrij) i čestice koje plutaju u talini (oksiđi i neotopljene intermetalne faze poput titanova borida).

Talina zatim prolazi kroz sustav za otplinjavanje tipa ALPUR koji za pročišćavanje plina koristi mješavinu plinova argona i klora. Sadržaj vodika koji se treba ukloniti postupkom otplinjavanja u aluminijskim talinama je obično $0,3 - 0,4 \text{ cm}^3/100 \text{ g Al}$ i nakon otplinjavanja iznosi $0,15 - 0,2 \text{ cm}^3/100 \text{ g Al}$. Natrij je posebice štetan pratitelj aluminijskih legura iz razloga što snižava njihovu plastičnost. Štetan učinak natrija posebice dolazi do izražaja prilikom toplog valjanja gdje može doći do velikih pucanja rubova. Stoga treba voditi računa da količina natrija u aluminijskim legurama koje se valjaju ne prelazi 5 ppm. Keramički filter služi za dodatno pročišćavanje taline kada se zahtijeva vrlo visoka kvaliteta odljevaka za specijalne namjene, jer osigurava vrlo mali broj uključaka. Keramički filtri se proizvode iz keramičke pjene različite poroznosti.

Uređaji za lijevanje - lijevalice rade na principu polukontinuiranog bezdanog lijevanja. Lijevalica se sastoji od: ljevačkog stola, koji je podijeljen na dva dijela: gornji i donji dio i ljevačkog bazena.

Razdjelnik taline prima talinu preko nosa razdjelnika i služi za distribuciju taline te s obzirom na format koji se želi lijevati i na količinu taline koju dopušta kapacitet talioničke peći, omogućuje istodobno lijevanje u dvije ili tri žile. Čepovi svojim dizanjem i spuštanjem određuju količinu protoka taline. Spojeni su na sustav koji mjeri količinu taline u metalnoj kokili te preko hidrauličkog cilindra reguliraju protok taline.

Ispod razdjelnika taline nalazi se okvir u koji su postavljene kokile. Na slikama 29c i 29d prikazane su kokile i distribucijske vrećice na ljevačkom stolu za vrijeme lijevanja. Lijevanje ispitanih bloka provedeno je lijevanjem u dvije žile, odnosno lijevala su se istovremeno dva bloka. Unutar kokile nalazi se skrunuti blok, slika 29e. Ispod okvira i kokila nalazi se ljevački bazen. U njemu se nalazi donji dio ljevačkog stola koji sadrži hidrauličke cilindre i lažna dna. Dubina lijevanja bezdane lijevalice iznosi 6500 mm.

Na moderniziranoj liniji u TLM-u d.d. lijevaju se samo blokovi. Ova tehnologija podrazumijeva lijevanje u kokile s laserskim upravljanjem tijeka i razine tekućeg metala u kokili. Oprema za vertikalno polukontinuirano lijevanje blokova temelji se na sustavima visoke automatizacije koji omogućuju kontinuirano nadgledanje sljedećih parametara lijevanja: visina taline u kokilama (meniskus), temperatura lijevanja, temperatura rashladne vode, protok rashladne vode, brzina lijevanja, brzina dodavanja žice za usitnjavanje zrna, razina vode u jami te duljina bloka. Na taj se način osigurava ponovljivost ciljane kvalitete s visokim stupnjem pouzdanosti, isključujući eventualne greške operatora.

U tablici 6 prikazani su mjereni parametri lijevanja za ispitani šaržu.

Tablica 6. Parametri lijevanja

Visina od metala do vrha kokile	41 mm
Brzina lijevanja	45 mm/min
Temperatura lijevanja	670 °C
Temperatura metala u ljevačkoj peći	703 °C
Protok rashladne vode	118 Nm ³ /h
Protok klora	71,94 Nm ³ /h
Protok argona	7,85 Nm ³ /h

Na slici 30 prikazan je lijevani blok legure EN AW-5754 izliven na rekonstruiranoj liniji za lijevanje blokova s čijeg je kraja uzeta poprečno izrezana ploča (šajba) u svrhu provođenja ovoga istraživanja. Dimenzije izlivenog bloka su: visina (h) = 520 mm, širina (b) = 1370 mm i duljina (l) = 5150 mm.



Slika 30. Lijevani blok legure EN AW-5754 izliven na rekonstruiranoj i moderniziranoj liniji za lijevanje blokova s naznačenim mjestom uzimanja ploče (s kraja lijevanja)

Kemijski sastav ispitivane legure EN AW-5754, šarže 3714, određen je optičkim emisijskim spektrometrom (OES) firme ARL, a dan je u tablici 7. Uzorci za kemijsku analizu uzimani su tijekom lijevanja, kod duljine blokova od otprilike 500 mm.

Prema podacima iz tablice 7 možemo zaključiti da se kemijski sastav ispitivane legure EN AW-5754, šarže 3714 nalazi unutar propisanih granica norme EN 573-3 [11].

Tablica 7. Kemijski sastav taline ispitivane legure EN AW-5754, šarže 3714 te normom propisan sastav [11]

	Kemijski sastav [%]									
	Mg	Mn	Fe	Si	Cu	Cr	Zn	Ti	Be	Na
EN AW-5754 (šarža 3714)	2,97	0,18	0,4	0,11	0,01	0,01	0,01	0,023	0,0016	0,0005
EN AW-5754 (norma [11])	2,6 -3,6	<0,5	<0,4	<0,4	<0,1	<0,3	<0,20	<0,15	-	-

3.2. METODOLOGIJA ISPITIVANJA

U prvom dijelu ispitivanja proveden je termodinamički proračun fazne ravnoteže legure EN AW-5754 pomoću programskog paketa Thermo-Calc (TCW 5.0) u Laboratoriju za razvoj i primjenu materijala u okviru Zavoda za fizičku metalurgiju Metalurškog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu.

Prisutnost pojedinih intermetalnih faza i njihova morfologija ispitana je pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa (SEM), a sastav faza određen je pomoću energijsko disperzivnog spektrometra (EDS) u Laboratoriju za fiziku i strukturalna ispitivanja u okviru Zavoda za fizičku metalurgiju Metalurškog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu.

Metalografska ispitivanja provedena su u Laboratoriju za željezo, čelik i ljevarstvo i Laboratoriju za kemiju u okviru Zavoda za procesnu metalurgiju na Metalurškom fakultetu Sveučilišta u Zagrebu. Ova ispitivanja uključuju odgovarajuću pripremu uzoraka, njihovo nagrizanje te obradu na svjetlosnom mikroskopu s digitalnom kamerom i sustavom za automatsku obradu slike ANALYSIS® Materials Research Lab.

Mehanička ispitivanja, koja podrazumijevaju statička vlačna ispitivanja, provedena su u Laboratoriju za ispitivanje mehaničkih svojstava u okviru Zavoda za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu.

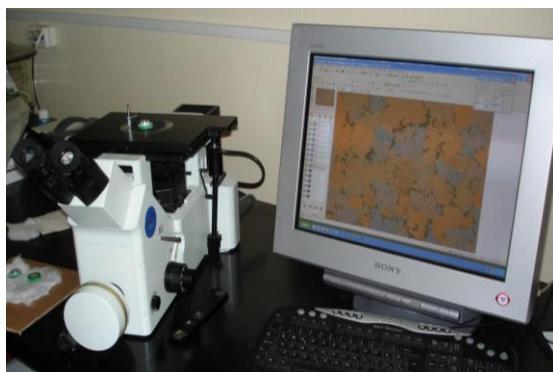
3.2.1. Termodinamičko modeliranje ravnotežnog faznog dijagrama legure EN AW-5754 programskim paketom Thermo-Calc

Termodinamički proračun fazne ravnoteže legure EN AW-5754 proveden je uz pomoć programskog paketa Thermo-Calc (TCW 5.0). Navedeni paket omogućuje izračunavanje termodinamičke stabilnosti pojedinih faza obzirom na odabrane početne uvjete: temperaturu, tlak i kemijski sastav, na osnovi baze podataka o aluminijskim legurama. Simulacija je rezultirala konstrukcijom ravnotežnog faznog dijagrama i ispisom svih termodinamički stabilnih faza koje mogu biti prisutne pri odabranim termodinamičkim uvjetima.

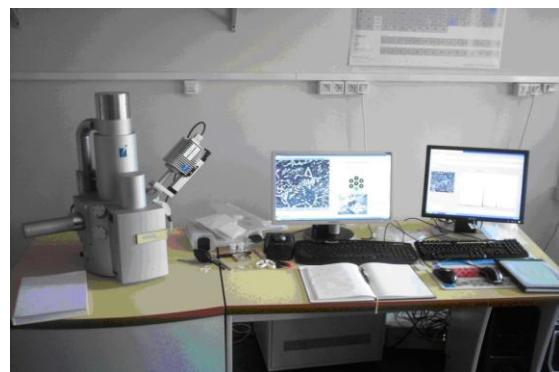
3.2.2. Ispitivanje mikrostrukture na svjetlosnom i pretražnom elektronskom mikroskopu

Metalografska ispitivanja te određivanje veličine i broja zrna po jedinici površine svih uzoraka uzetih s poprečno izrezane ploče bloka legure EN AW-5754, šarže 3714, provedena su na svjetlosnom mikroskopu Olympus GX51 pomoću sustava za obradu slike ANALYSIS® Materials Research Lab, slika 31a.

Ispitivanja na pretražnom elektronskom mikroskopu (SEM) Tescan VEGA LSH provedena su u svrhu kvantitativne fazne analize, uz prepoznavanje pojedinih faza koje je provedeno energijskim disperzivnim spektrometrom (EDS) Bruker, slika 31b.



a)



b)

Slika 31. Uredaji za mikrostrukturnu analizu

- a) svjetlosni mikroskop Olympus GX51 opremljen digitalnom kamerom Olympus DP70 i programskim paketom Analysis® Materials Research Lab
- b) pretražni elektronski mikroskop (SEM) Tescan VEGA LSH opremljen energijskim disperzivnim spektrometrom (EDS) Bruker

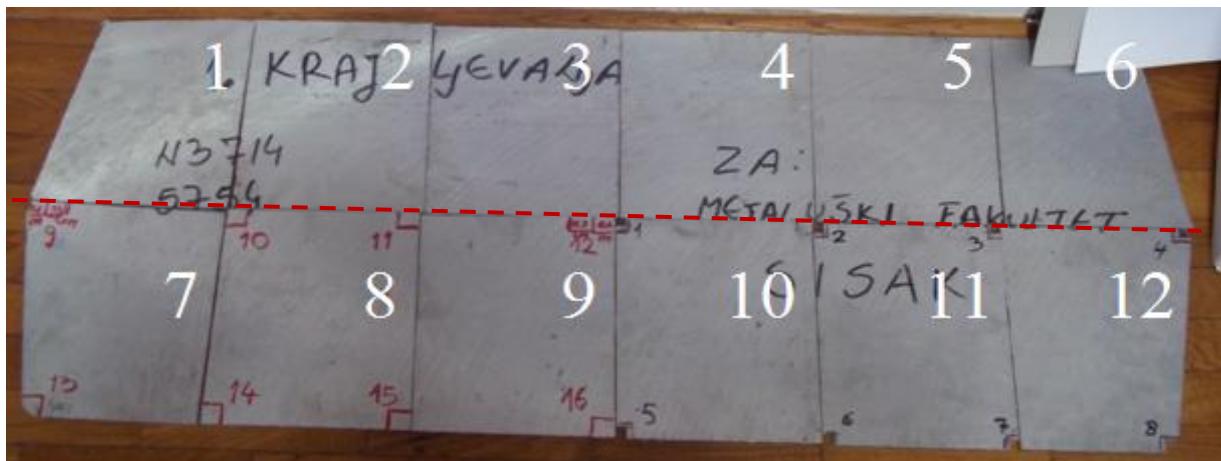
Uzorci za metalografsku analizu i mikrostrukturna ispitivanja pripremljeni su standardnim metodama brušenjem i poliranjem te nagrizanjem u razrijeđenoj HF. Uzorci za određivanje veličine zrna također su podvrgnuti standardnoj proceduri pripreme uz elektrolitičko nagrizanje u Barker-ovom reagensu pri različitim vremenima nagrizanja ovisno o samom uzorku.

3.2.3. Uzimanje uzorka za određivanje veličine i broja zrna po jedinici površine

Nakon provedenog lijevanja i hlađenja bloka legure EN AW-5754, šarže 3714, dimenzija 520 mm x 1370 mm x 5150 mm, s njegovog kraja, nakon što je odrezan tehnološki otpadak (peto bloka - duljine 100 mm), uzeta je poprečno odrezana ploča debljine oko 30 mm. Ploča je zatim podijeljena i razrezana na 12 manjih segmenata podjednake veličine čije su pozicije u presjeku označene rednim brojevima od 1 do 12, kao što je prikazano na slici 32.

Sva su ispitivanja provedena na uzorcima uzetima s donje polovice ploče tj. sa segmenata 7 - 12, prema shemama prikazanim na slikama 33 i 37. S obzirom da su uvjeti hlađenja i skrućivanja donjih i gornjih polovica ploče jednaki, odnosno s obzirom na zrcalnu simetriju ploče (koja je na slici 32 prikazana crvenom isprekidanom linijom), smatra se da bi dobiveni rezultati ispitivanja s donje polovice ploče trebali vrijediti i za njenu gornju

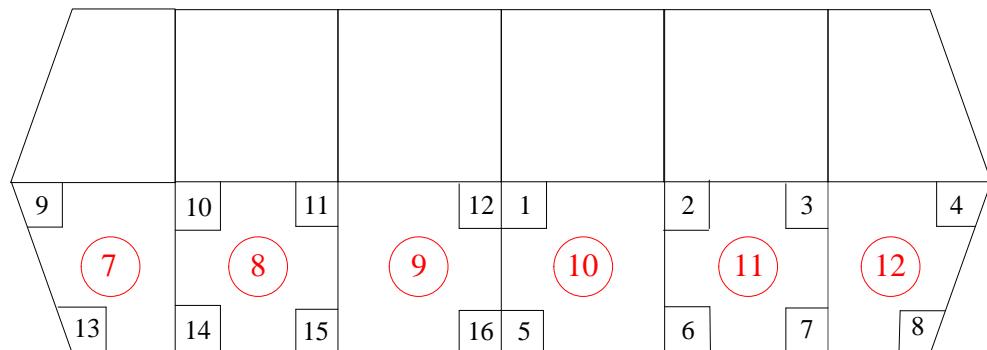
polovicu. Uvidom u dobivene rezultate moći će se ocijeniti utjecaj brzine hlađenja na ispitivane parametre za cijeli blok.



Slika 32. Poprečno izrezana ploča bloka legure EN AW-5754, šarže 3714, podijeljena na 12 segmenata

U svrhu određivanja veličine i broja zrna po jedinici površine, sa segmenata oznaka 7, 8, 9, 10, 11, 12 uzeti su uzorci prema shemi prikazanoj na slici 33:

- a) 8 uzoraka iz sredine bloka: 9, 10, 11, 12, 1, 2, 3, 4,
- b) 8 uzoraka s ruba bloka: 13, 14, 15, 16, 5, 6, 7, 8.



Slika 33. Shema poprečno izrezane ploče bloka legure EN AW-5754, šarže 3714, podijeljene na 12 segmenata s označenim mjestima uzimanja uzorka za mikrostruktturna ispitivanja

3.2.4. Metalografska priprema uzorka

Nakon rezanja uzorka, provedena je njihova automatska priprema kako bi im se pripremila površina u svrhu ispitivanja na svjetlosnom mikroskopu. Da bi se mogla provesti automatska priprema (brušenje i poliranje) uzorci moraju biti u obliku valjčića promjera 30 mm te se ulažu u dvokomponentnu hladnopolarizirajuću masu Varidur 20. Ovaj način ulaganja uzorka u kalupe naziva se hladni postupak ulaganja. Masa se sastoji od dvije komponente, tekuće i praškaste, koje se miješaju u omjeru 2:1 (praškasta : tekuća). Potrebno je voditi računa da visina mase u kalupima bude manja od visine uzorka iz razloga što nakon pripreme uzorka slijedi postupak elektrolitičkog nagrizanja. U ovom postupku donja površina uzorka (površina koja se brusila i polirala) se elektrolitički nagriza, a gornja površina

uzorka služi kao kontakt kleme i uzorka kako bi se ostvario protok struje kroz materijal i nastanak reakcije.

Uzorci koji se ispituju na pretražnom elektronskom mikroskopu ulažu se na toplo pod pritiskom u vodljivu masu Konductomet® na uređaju Simplimet® 1000 proizvođača Buehler pod tlakom 290 bara i temperaturom 150 °C.

Nakon ulaganja uzorka u masu hladnim i/ili toplim postupkom uzorci se bruse pod mlazom vode na uređaju za automatsku pripremu uzorka Vector LC (Buehler) s brusnim papirom gradacije 120, 240, 400, 600, 800 i 1000, slika 34.



Slika 34. Uređaj za automatsku pripremu uzorka Vector LC (Buehler)

Na svakoj gradaciji brusnog papira uzorak je brušen 10 minuta kod sile opterećenja od 10 N i brzine okretanja rotacijskog diska 150 okr./min. Nakon brušenja na najfinijoj gradaciji uzorci se poliraju na odgovarajućoj tkanini vodenom otopinom glinice granulacije 0,3 µm, na istom uređaju i pri istim uvjetima. U konačnici se ispiru u vodi, zatim u alkoholu te se suše u struji vrućeg zraka.

3.2.5. Elektrolitičko nagrizanje uzorka

Radi otkrivanja granica zrna i njihove kvalifikacije provodi se elektrolitičko nagrizanje površine uzorka (anodizacija) istosmjernom strujom ($U = 24$ V), u trajanju 90 do 250 s, tablica 8, u Barker-ovom reagensu (5 ml HBF_4 (48%) + 200 ml H_2O).

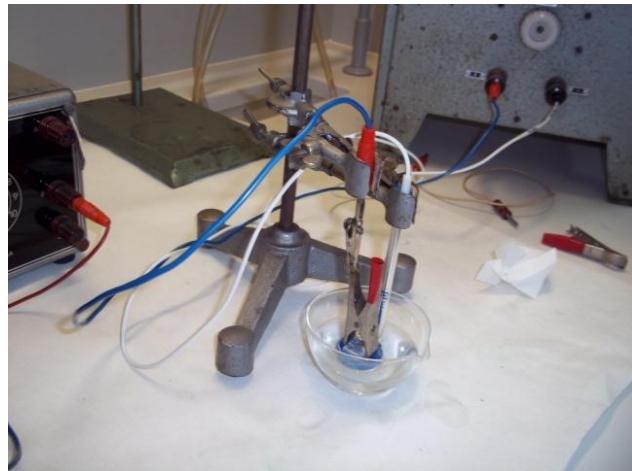
Tablica 8. Vrijeme nagrizanja uzorka

Uzorak	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
t [s]	250	190	150	90	130	90	110	110	120	120	120	120	120	120	120	120

Anodizacija ili anodna oksidacija je postupak elektrolitskog nagrizanja radi nanošenja oksidnog filma na površinu metala koji je često nadgrađen (epitaksijalan) na strukture zrna. Rezultirajuće interferentne boje funkcija su anodnog filma, koji ovisi o voltaži anodizacije, otopini i/ili strukturi prisutnoj u uzorku. Anodizacijom se dobije dobra razlučivost između različito obojenih zrna, pri čemu operater sam „namješta“ boje da bi dobio najbolji kontrast između susjednih zrna u svrhu preciznijeg i točnijeg naknadnog mjerjenja.

Uzorak se prihvata klemom na način da mu je samo površina uronjena u otopinu za nagrizanje, slika 35. Uzorak se ponaša kao anoda, a platinska elektroda koja je također

uronjena u otopinu se ponaša kao katoda. Nagrižena površina ispirje se vodom, zatim alkoholom te se na kraju suši u struji vrućeg zraka.



Slika 35. Elektrolitičko nagrizanje uzorka (aparatura)

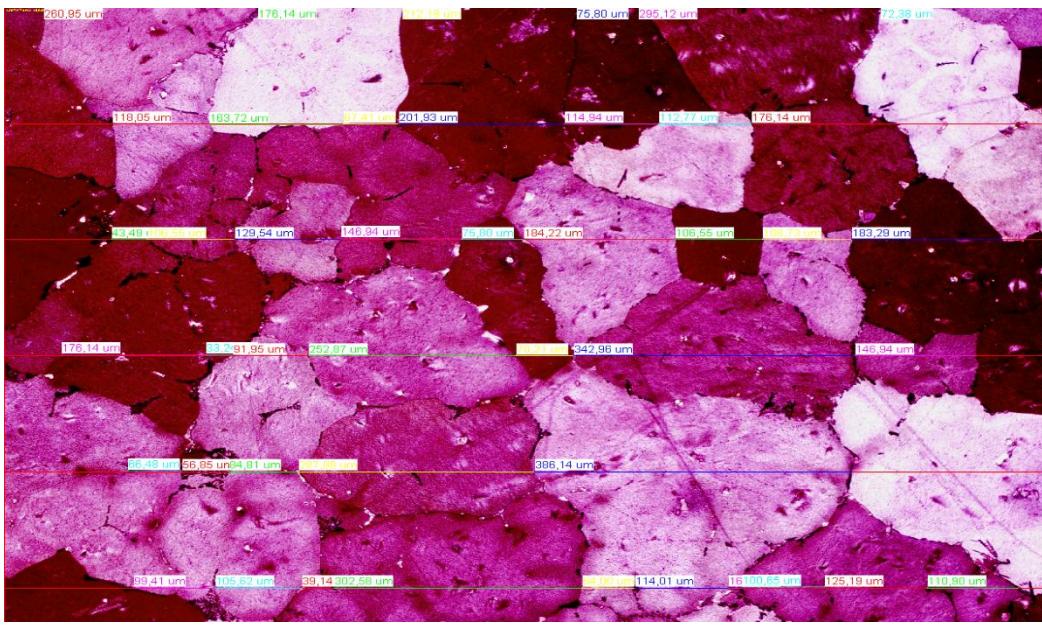
3.2.6. Određivanje veličine zrna pomoću svjetlosnog mikroskopa

Granice jednog zrna određuju prisutnost različitih boja koje nastaju zbog različitog kuta upada i refleksije svjetlosti od površine zrna. Kada obojenje zrna postigne određeni intenzitet kod kojega je moguće jasno odrediti granice zrna, ponavljanje postupka nagrizanja prestaje te se pomoću svjetlosnog mikroskopa snima određeni broj slika na kojima se, uz pomoć računala, statistički određuje prosječna veličina zrna kao i broj zrna po jedinici površine.

Metalografska ispitivanja provode se na svjetlosnom mikroskopu (Olympus GX 51) s digitalnom kamerom (Olympus DP70) i sustavom za automatsku obradu slike AnalySIS® Materials Research Lab, slika 31a, s povećanjem 100x.

3.2.7. Poluautomatska metoda mjerjenja veličine zrna mjerenjem duljine presijecanja zrna \bar{l}

Poluautomatska metoda mjerjenja veličine zrna mjerenjem duljine presijecanja zrna (intercept procedura) podrazumijeva da operater ručno određuje najmanje 500 duljina presijecanja zrna da bi rezultat bio statistički opravдан. Software automatski računa prosječnu (srednju) duljinu presijecanja \bar{l} [μm], iz koje se linearnom aproksimacijom iz norme ASTM 112-96 [49] izračuna srednji broj zrna po jedinici površine za mjereneih n područja \bar{N}_A [No./mm^2] ili G - broj. Mjerena veličina zrna metodom mjerjenja duljine presijecanja zrna provedene su na uzorcima nagriženim Barker-ovim reagensom, a primjer određivanja duljine presijecanja zrna na jednom detalju uzorka 1 prikazan je na slici 36.



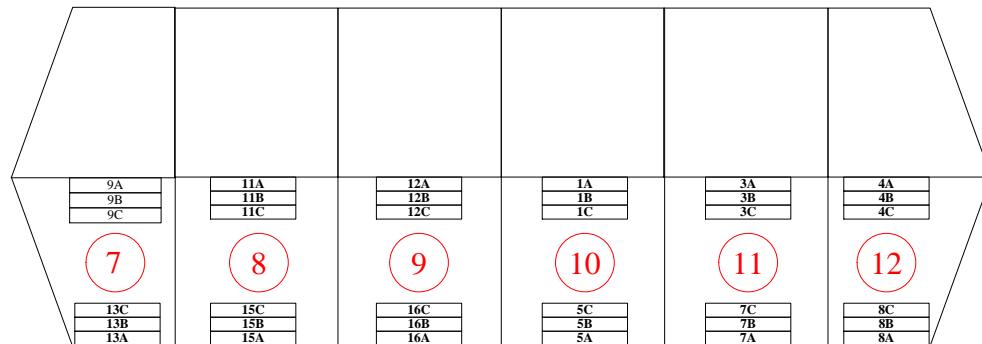
Slika 36. Primjer određivanja veličine zrna poluautomatskom metodom mjerena duljine presijecanja zrna na uzorku 1 nagriženom Barker-ovim reagensom promatranom pod polarizacijskim svjetlom uz dodatak tintnog filtra

3.3. ISPITIVANJE MEHANIČKIH SVOJSTAVA

U svrhu ispitivanja mehaničkih svojstava, odnosno statickih vlačnih svojstava (vlačna čvrstoća, granica razvlačenja i istezanje), sa segmenata oznaka 7, 8, 9, 10, 11, 12 uzeti su uzorci prema shemi prikazanoj na slici 37:

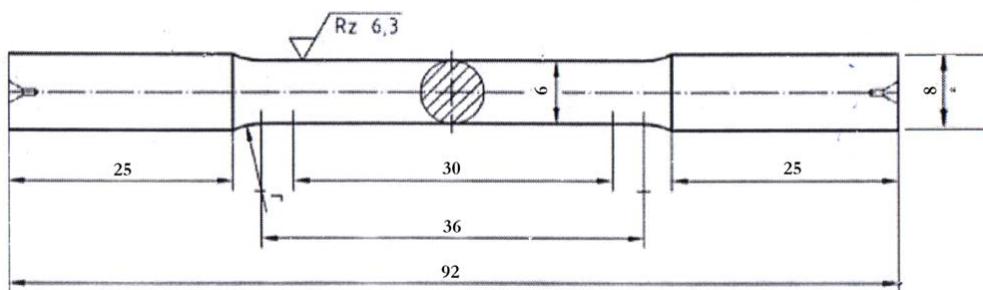
- 6 uzoraka iz sredine bloka: 9, 11, 12, 1, 3, 4
- 6 uzoraka s ruba bloka: 13, 15, 16, 5, 7, 8.

Za potrebe svakog mjerjenja uzeta su po tri paralelna uzorka (A, B i C).



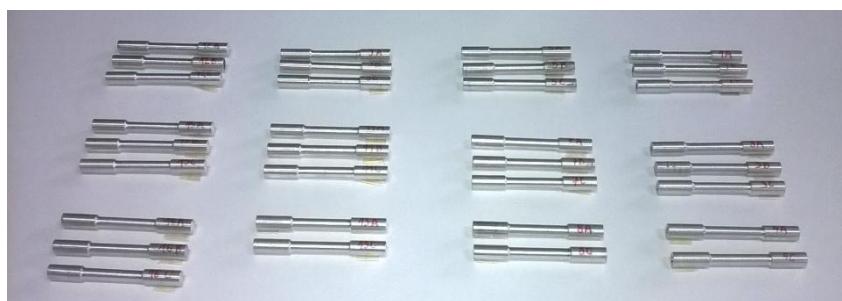
Slika 37. Shema poprečno izrezane ploče bloka legure EN AW-5754, šarže 3714, podijeljene na 12 segmenata s označenim mjestima uzimanja uzorka za staticka vlačna ispitivanja

Epruvete za potrebe statičkog vlačnog ispitivanja izrađene su prema shemi na slici 38 s označenim dimenzijama prema normi za statičko vlačno ispitivanje pri sobnoj temperaturi ISO 6892-1 [50].



Slika 38. Shema epruveta za vlačna ispitivanja

Na taj način dobivene su 33 okrugle epruvete prikazane na slici 39. Može se primijetiti nedostatak epruveta 4B, 8B i 13B koje su puknule za vrijeme izrade na tokarskom stroju.



Slika 39. Okrugle epruvete za vlačna ispitivanja

Radi potrebe određivanja granice razvlačenja morala se provesti i dodatna tokarska obrada. Nakon dodatne tokarske obrade epruvete su većinom ispale konusno (spoj između glave i tijela epruvete) te se pretpostavlja da je to razlog njihovog pucanja izvan srednje trećine epruveta za vrijeme statičkog vlačnog ispitivanja, slika 40.



Slika 40. Epruvete nakon statičkog vlačnog ispitivanja

Epruvete su kidane na kidalici marke EU 40mod, slika 41, u Laboratoriju za ispitivanje mehaničkih svojstava u okviru Zavoda za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu.



Slika 41. Kidalica EU 40mod

Karakteristike kidalice navedene su u tablici 9.

Tablica 9. Karakteristike kidalice EU 40mod

Proizvođač	WPM, Njemačka
Tip	Hidraulična
Mjerno područje	0 - 400 kN
Smjer opterećenja	Vlak, tlak
Nazivna sila	400 kN
Mjerni sustav	Pretvornik tlaka; digitalni pokazivač

Za određivanje granice razvlačenja korišten je električni ekstenzimetar u svrhu preciznog mjerjenja deformacije epruvete, slika 42. Ekstenzimetar se postavlja na epruvetu kod predopterećenja 1000 N kako bi svi slojevi materijala bili napregnuti istim naprezanjem.



Slika 42. Električni ekstenzimetar na prednapregnutoj aluminijskoj epruveti

Podaci o ekstenzimetru dani su u tablici 10:

Tablica 10. Karakteristike ekstenzimetra

Tip	Električni
Vrsta	MFA 2
Električni otpor	350 Ωm
Maksimalna vrijednost izlaznog signala	2 mV/V
Maksimalna deformacija	± 2 mm

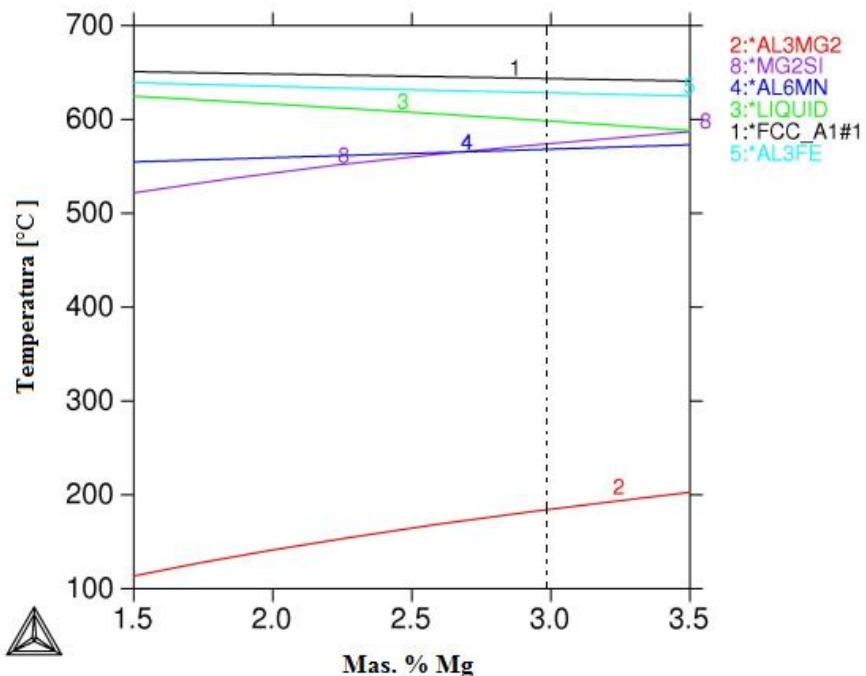
4. REZULTATI I DISKUSIJA REZULTATA

4.1. TERMODINAMIČKO MODELIRANJE RAVNOTEŽNOG FAZNOG DIJAGRAMA LEGURE EN AW-5754 PROGRAMSKIM PAKETOM THERMO-CALC

Projekcija faznih ravnoteža binarnih i ternarnih legura te ekstrapolacija višekomponentnih legura, osnova su svih termodinamičkih programa, pa tako i programa Thermo-Calc (TCW 5.0). Sučelje navedenog programskog paketa omogućuje brzo i jednostavno određivanje faznih ravnoteža na osnovu odabira uvjeta proračuna te poznatog sastava legure. Pri opisivanju komercijalnih legura termodinamičkim programima potrebno je reducirati broj komponenti s kojima se ulazi u proračun kako bi se modeliranje moglo provesti u prihvatljivom vremenskom okviru.

U okviru ovog istraživanja praćen je mehanizam skrućivanja legure EN AW-5754, šarže 3714 poznatog kemijskog sastava, tablica 7, programskim paketom Thermo-Calc kroz Lever projekciju koja prepostavlja termodinamičku ravnotežu na svim temperaturama tijekom skrućivanja pri čemu se podrazumijeva difuzija unutar tekuće i krute faze [51].

Termodinamički proračun stabilnosti pojedinih faza uz početne uvjete: temperatura 20 °C, tlak 101,325 KPa i kemijski sastav taline: 2,97 % Mg, 0,18 % Mn, 0,4 % Fe i 0,11 % Si ispitane legure EN AW-5754, koristeći programski paket Thermo-Calc i Lever projekciju, rezultirao je ravnotežnim faznim dijagramom izlučivanja pojedinih faza, slika 43.



Slika 43. Termodinamički izračun ravnotežnog faznog dijagrama ispitane legure EN AW-5754, šarže 3714

Na dijagramu je isprekidanom crtom označena koncentracija magnezija od 2,97 mas. % u ispitivanoj leguri EN AW-5754, šarže 3714. Ravnotežni dijagram skrućivanja pri odgovarajućem kemijskom sastavu ukazuje na slijed temperaturne stabilnosti pojedinih faza s padom temperature: α_{Al} , Al_3Fe , Mg_2Si , Al_6Mn i Al_3Mg_2 .

Pomoću ravnotežnog faznog dijagrama, slika 43, utvrđeno je da pri 643 °C dolazi do izdvajanja primarnih dendrita aluminija α_{Al} (crna linija), što odgovara likvidus temperaturi. Ubrzo nakon početka izdvajanja α_{Al} dolazi do izdvajanja eutektičke faze Al_3Fe (svjetlo plava linija) pri 628 °C. Solidus temperatura se utvrđuje pri 599 °C i ona je povezana s maksimalnim udjelom primarnih dendrita aluminija α_{Al} . Prva faza koja se izlučuje u krutom stanju pri 573 °C je niskotemperaturna faza Mg_2Si (ljubičasta linija), dok je sljedeća niskotemperaturna faza koja se izlučuje u krutom stanju pri 568 °C Al_6Mn (tamno plava linija). Posljednja faza koja se izlučuje u krutom stanju pri 183 °C je niskotemperaturna faza Al_3Mg_2 (crvena linija). Talina L (svjetlo zelena linija) je stabilna od početne temperature proračuna 643 °C do 599 °C.

U tablici 11 prikazan je redoslijed ravnotežnog skrućivanja legure EN AW-5754, od početka razvitka dendritne mreže α_{Al} pa do zadnje faze kada se izlučuje niskotemperaturna faza Al_3Mg_2 pomoću programskog paketa Thermo-Calc.

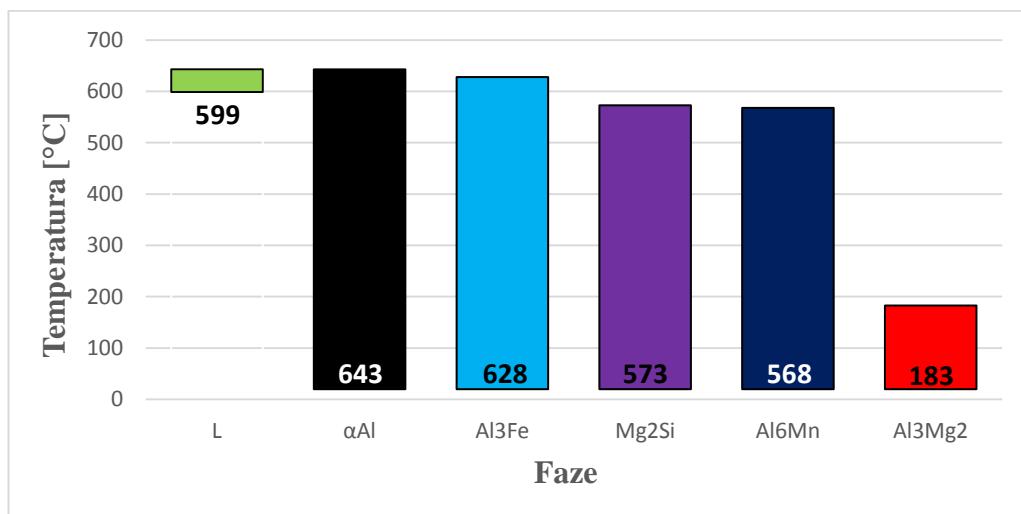
Tablica 11. Redoslijed ravnotežnog skrućivanja izračunat pomoću programskog paketa Thermo-Calc

Predvidene reakcije	Temperatura [°C]	Napomena
$L \rightarrow \alpha_{Al} + L^I$	643	Likvidus temperatura, T_L
$L^I \rightarrow \alpha_{Al} + Al_3Fe + L^{II}$	628	Temperatura izlučivanja eutektika, T_E
$\alpha_{Al}^I \rightarrow Mg_2Si + \alpha_{Al}^I$	573	Temperature izdvajanja niskotemperaturnih faza
$\alpha_{Al}^I \rightarrow Al_6Mn + \alpha_{Al}^{II}$	568	
$\alpha_{Al}^{II} \rightarrow Al_3Mg_2$	183	

gdje su:

L^I - talina sastava L^I , L^{II} - talina sastava L^{II} .

Navedeni temperaturni intervali stabilnosti pojedinih faza pri ravnotežnom skrućivanju prikazani su histogramom na slici 44.

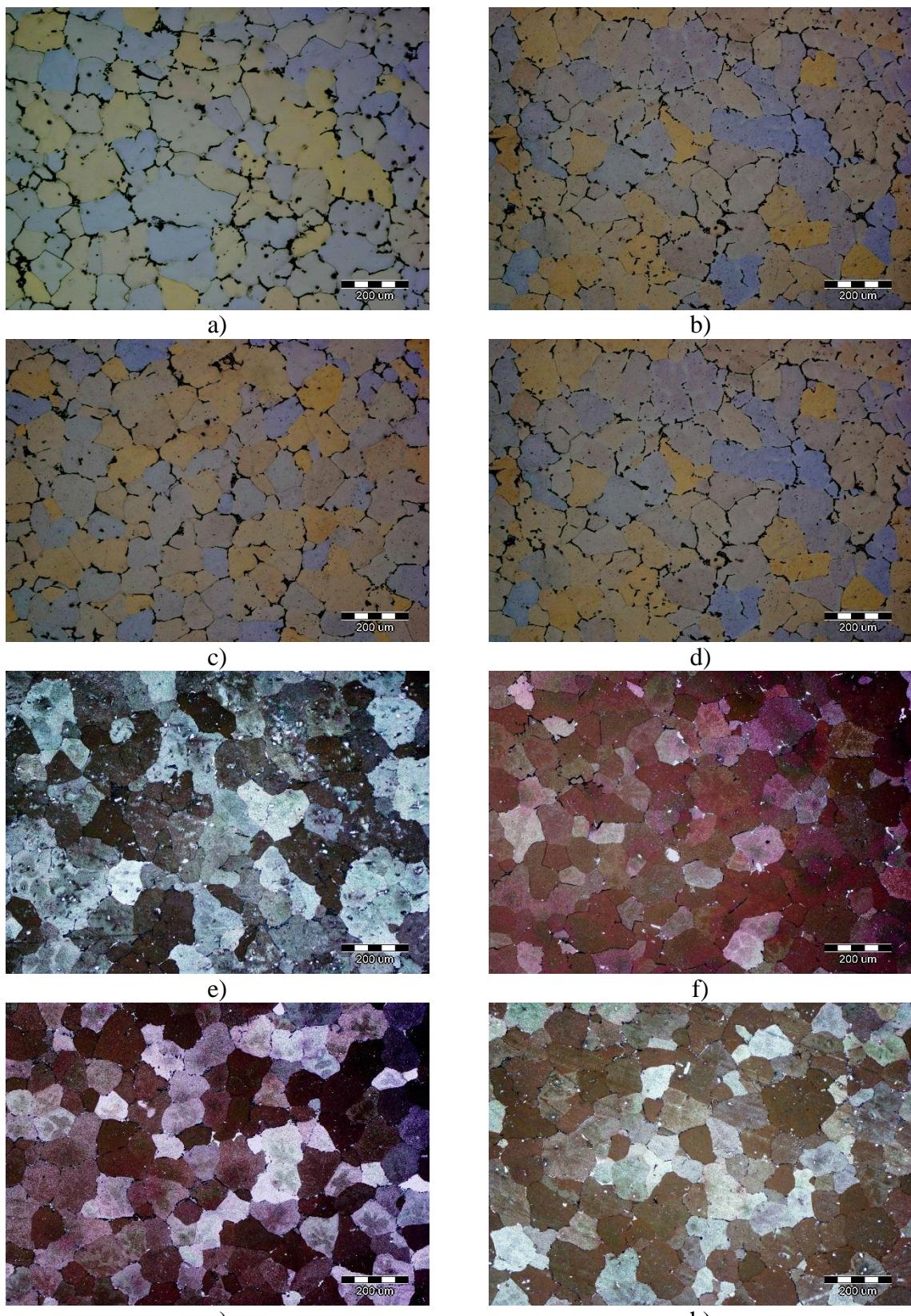


Slika 44. Prikaz intervala temperaturne stabilnosti pojedinih faza pri ravnotežnom skrućivanju u ispitanoj leguri EN AW-5754, šarže 3714

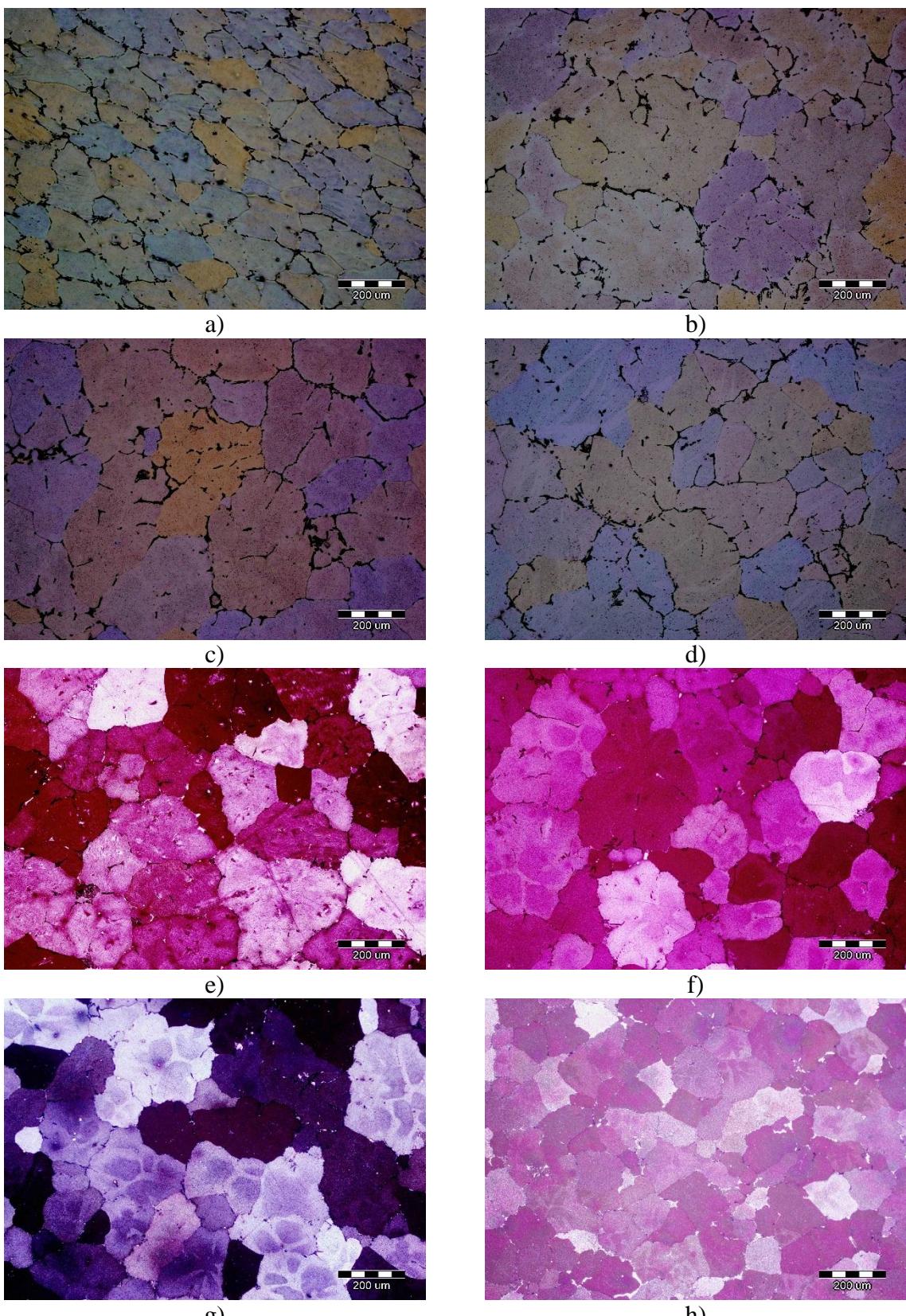
4.2. REZULTATI ISPITIVANJA MIKROSTRUKTURE

Na slikama 45 i 46 prikazane su mikrostrukture uzoraka uzetih s ruba (uzorci 13, 14, 15, 16, 5, 6, 7, 8) i iz sredine (uzorci 9, 10, 11, 12, 1, 2, 3, 4) poprečno odrezane ploče bloka legure EN AW-5754, šarže 3714 nagriženih Barker-ovim reagensom. Iz metalografskih snimaka na slikama 45 i 46 uočava se ravnomjerna raspodjela sitnozrnate, istoosne strukture prisutne na svakom ispitivanom uzorku. Vizualnom usporedbom uzoraka uzetih s ruba bloka, slika 45, s onima iz sredine, slika 46, može se zaključiti da dolazi do povećanja njihove veličine, odnosno dolazi do smanjenja broja zrna po jedinici površine (rub-sredina). Također se uočava da nema prisutnosti zone stubičastih kristala radi čega se može govoriti o adekvatno primjenjenoj tehnologiji obrade i lijevanja taline te učinkovitom usitnjavanju zrna, kako dodatkom predlegure u obliku polugica AlTiB5 u ljevačku peć neposredno prije postupka

lijevanja, tako i kontinuiranim dodavanjem AlTiB žice u žlijeb taline neposredno ispred ALPUR-a.



Slika 45. Snimke mikrostrukture uzoraka uzetih s ruba bloka, 100x
a) uzorak 13, b) uzorak 14, c) uzorak 15, d) uzorak 16, e) uzorak 5, f) uzorak 6,
g) uzorak 7, h) uzorak 8



Slika 46. Snimke mikrostrukture uzoraka uzetih iz sredine bloka, 100x
a) uzorak 9, b) uzorak 10, c) uzorak 11, d) uzorak 12, e) uzorak 1, f) uzorak 2,
g) uzorak 3, h) uzorak 4

U tablici 12 prikazani su rezultati mjerena veličine zrna, odnosno broja zrna \bar{N}_A dobiveni poluautomatskom metodom određivanja veličine zrna mjerjenjem srednje duljine presjeka zrna na uzorcima nagriženim Barker-ovim reagensom uzetih s ruba i iz sredine poprečno izrezane ploče s kraja bloka legure EN AW-5754, šarže 3714. U tablici 12 \bar{l} predstavlja (srednju) duljinu presijecanja u [μm], iz koje se linearnom aproksimacijom izračuna srednji broj zrna po jedinici površine \bar{N}_A [No./mm^2] ili G - broj.

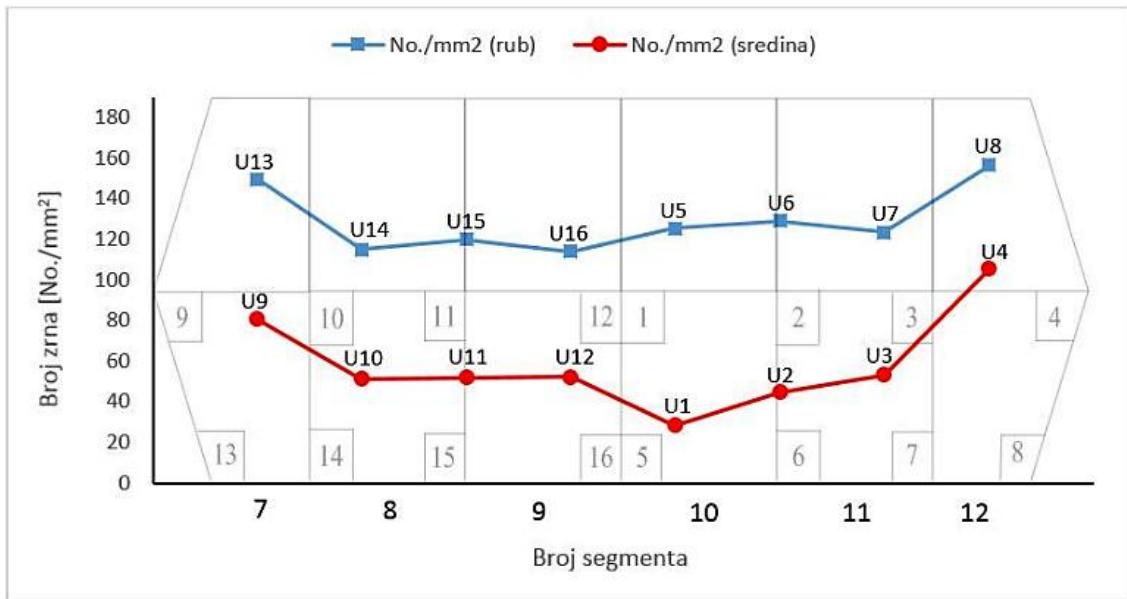
Tablica 12. Rezultati mjerena veličine zrna dobiveni poluautomatskom metodom određivanja veličine zrna mjerjenjem srednje duljine presijecanja zrna za uzorke uzete s ruba i iz sredine poprečno izrezane ploče s kraja bloka legure EN AW-5754

UZORAK	\bar{l} [μm]	G - broj	\bar{N}_A [No./mm^2]	UZORAK	\bar{l} [μm]	G - broj	\bar{N}_A [No./mm^2]
Rub				Sredina			
13	73,65	4,25	149,68	9	100,04	3,36	80,63
14	83,82	3,87	114,81	10	125,91	2,70	51,13
15	81,79	3,94	119,69	11	125,02	2,72	51,88
16	84,14	3,86	114,04	12	124,62	2,73	52,22
5	79,63	4,01	125,50	1	169,31	1,85	28,21
6	78,80	4,05	128,85	2	147,74	2,53	44,53
7	80,25	3,99	123,40	3	123,49	2,76	53,18
8	72,02	4,31	156,27	4	87,71	3,74	105,46

Iz tablice 12 je vidljivo da najmanja srednja duljina presijecanja zrna za uzorke uzete s ruba bloka iznosi $\bar{l} = 72,02 \mu\text{m}$ za uzorak 8, što odgovara veličini zrna G - broj = 4,31, odnosno broju zrna po jedini površine $\bar{N}_A = 156,28 \text{ No./mm}^2$, dok je najveća $\bar{l} = 84,14 \mu\text{m}$ za uzorak 16, pri kojoj je G - broj = 3,86 i $\bar{N}_A = 114,04 \text{ No./mm}^2$.

Iz tablice 12 je vidljivo da najmanja srednja duljina presijecanja zrna za uzorke uzete iz sredine bloka iznosi $\bar{l} = 87,71 \mu\text{m}$ za uzorak 4, što odgovara veličini zrna G - broj = 3,74, odnosno broju zrna po jedini površine $\bar{N}_A = 105,46 \text{ No./mm}^2$, dok je najveća $\bar{l} = 169,31 \mu\text{m}$ za uzorak 1, pri kojoj je G - broj = 1,85 i $\bar{N}_A = 28,21 \text{ No./mm}^2$.

Na slici 47 dan je grafički prikaz raspodjele broja zrna po jedinici površine unutar poprečno izrezane ploče, za uzorke uzete s ruba bloka (uzorci 13, 14, 15, 16, 5, 6, 7, 8) i iz sredine bloka (uzorci 9, 10, 11, 12, 1, 2, 3, 4).



Slika 47. Grafički prikaz raspodjele broja zrna unutar poprečno izrezane ploče za uzorce uzete s ruba (uzorci 13, 14, 15, 16, 5, 6, 7, 8) i iz sredine ploče (9, 10, 11, 12, 1, 2, 3, 4)

Sa slike 47 može se uočiti značajna promjena vrijednosti broja zrna po jedinici površine po poprečnom presjeku ispitivane ploče uzete s kraja ispitivanog bloka.

Za uočiti je da se najsitnija struktura (uzorci s najmanjom veličinom zrna, odnosno najvećim brojem zrna) nalaze na rubu izrezane ploče (uzorci 13, 14, 15, 16, 5, 6, 7, 8), odnosno bloka - plava linija, dok najkrupnija zrna imaju uzorci iz sredine ploče (uzorci 9, 10, 11, 12, 1, 2, 3, 4) - crvena linija. Također se može uočiti kontinuirano smanjenje broja zrna od ruba prema sredini ploče. Najveći broj zrna, odnosno najsitniju strukturu imaju uzorci koji se nalaze na mjestima koja su najintenzivnije hlađena vodom tj. uzorci koji su s dvije strane hlađeni vodom (uzorci 13, 8, 9 i 4).

Navedena promjena u veličini tj. broju zrna po jedini površine može se pripisati utjecaju sredstva za hlađenje bloka za vrijeme lijevanja. Razlika u veličini od ruba prema sredini bloka je veća što je intenzitet primarnog i sekundarnog hlađenja veći.

Raspodjela veličine zrna i po širini i po veličini ploče tj. bloka očekivane su i logične, obzirom na uvjete hlađenja i temperaturne gradijente. Intenzivno hlađenje pri rubu blokova osigurava veći iznos pothlađenja i manje zrno, za razliku od njihove sredine, gdje pod djelovanjem negativnih temperaturnih gradijenata i konstitucijskog pothlađenja nukleiraju i rastu istosna zrna [52]. Sve navedeno može doprinijeti okvirnoj ocjeni utjecaja brzine hlađenja na veličinu i raspodjelu mikrostrukturalnih konstituenata.

4.3. REZULTATI ISPITIVANJA MEHANIČKIH SVOJSTAVA

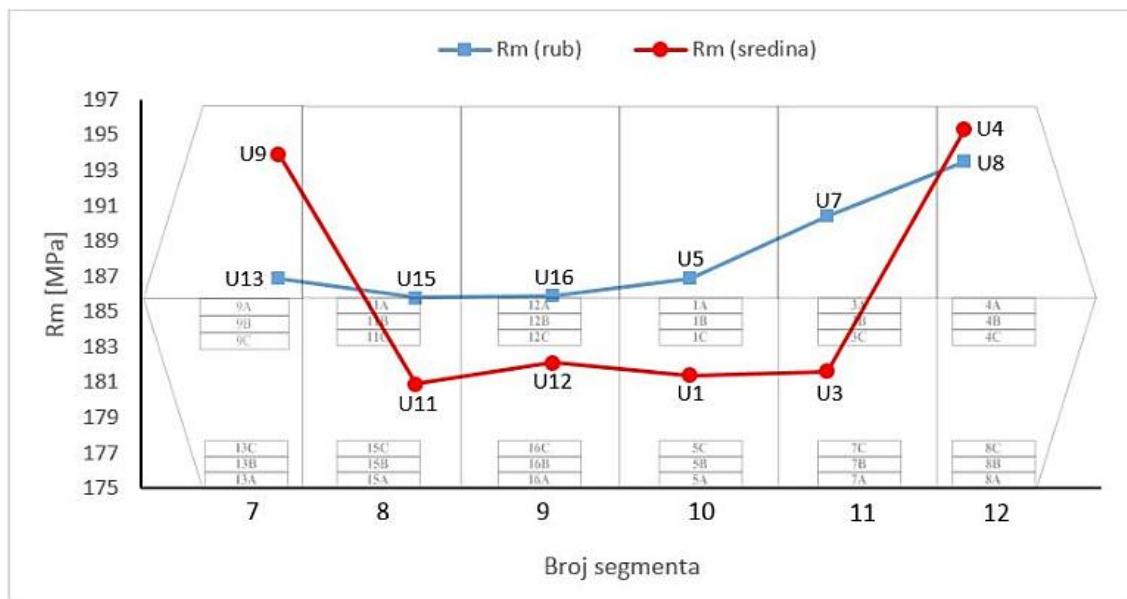
4.3.1. Rezultati ispitivanja vlačne čvrstoće

U tablici 13 prikazani su rezultati mjerenja vlačne čvrstoće R_m za uzorce uzete s ruba i iz sredine ispitivanog aluminijskog bloka. Vrijednosti vlačne čvrstoće R_m za uzorce uzete s ruba nalaze se u rasponu od 185,8 MPa (uzorak 15) do 193,5 MPa (uzorak 8), a vrijednosti vlačne čvrstoće R_m za uzorce uzete iz sredine nalaze se u rasponu od 180,9 MPa (uzorak 11) do 195,3 MPa (uzorak 4).

Tablica 13. Vrijednosti vlačne čvrstoće R_m za uzorke uzete s ruba i iz sredine ispitivanog bloka aluminijске legure EN AW-5754

Oznaka uzorka	R_m [MPa]	$\overline{R_m}$ [MPa]	Oznaka uzorka	R_m [MPa]	$\overline{R_m}$ [MPa]
Rub			Sredina		
13A; 13C	187,3; 186,4	186,9	9B; 9C	196,1; 191,7	193,9
15A; 15B	185,3; 186,3	185,8	11A; 11B; 11C	177,0; 181,1; 184,6	180,9
16A; 16B; 16C	185,5; 179,4; 193,0	185,9	12A; 12B; 12C	177,7; 186,4	182,1
5A; 5B; 5C	188,5; 186,0; 186,3	186,9	1A; 1B; 1C	174,0; 188,7	181,4
7A; 7B; 7C	195,1; 180,2; 195,9	190,4	3A; 3B; 3C	181,4; 176,3; 187,1	181,6
8A; 8C	197,2; 189,7	193,5	4A; 4C	190,6; 199,9	195,3

Na slici 48 prikazan je raspored srednjih vrijednosti za vlačnu čvrstoću u uzorcima uzetih s ruba (uzorci 13, 15, 16, 5, 7, 8) i iz sredine ispitovanog bloka (uzorci 9, 11, 12, 1, 3, 4).



Slika 48. Raspored srednjih vrijednosti za vlačnu čvrstoću u uzorcima uzetih s ruba (uzorci 13, 15, 16, 5, 7, 8) i iz sredine ispitovanog bloka (uzorci 9, 11, 12, 1, 3, 4)

Slike 48 može se uočiti značajna promjena vrijednosti vlačne čvrstoće po poprečnom presjeku ispitivane ploče uzete s kraja ispitivanog bloka. Vrijednosti vlačne čvrstoće pokazuju trend povišenja uz rubove ploče (bloka) - plava linija u odnosu na sredinu ploče - crvena linija. Također se može uočiti kontinuirano smanjenje vlačne čvrstoće od ruba prema sredini bloka.

Uzorci 8 i 4 imaju relativno jednake vrijednosti vlačne čvrstoće ($R_m(8) = 193,5$ MPa; $R_m(4) = 195,3$ MPa), dok najveće odstupanje od očekivanog pokazuje uzorak 13.

Iz dobivenih rezultata uočava da se da promjena vlačne čvrstoće prati promjenu mikrostukture tj. broja zrna po jedinici površine što je i očekivano iz razloga jer je sitnija i ravnomjernije raspoređena mikrostruktura osnovni preduvjet boljim mehaničkim svojstvima.

4.3.2. Rezultati ispitivanja granice razvlačenja

U tablici 14 prikazani su rezultati mjerjenja granice razvlačenja $R_{p0.2}$ za uzorke uzete s ruba i iz sredine ispitivanog aluminijskog bloka. Vrijednosti granice razvlačenja $R_{p0.2}$ za uzorke uzete s ruba nalaze se u rasponu od 81,4 MPa (uzorak 8) do 94,2 MPa (uzorak 15), dok se vrijednosti granice razvlačenja $R_{p0.2}$ za uzorke uzete iz sredine nalaze se u rasponu od 79,1 MPa (uzorak 11) do 87,1 MPa (uzorak 4).

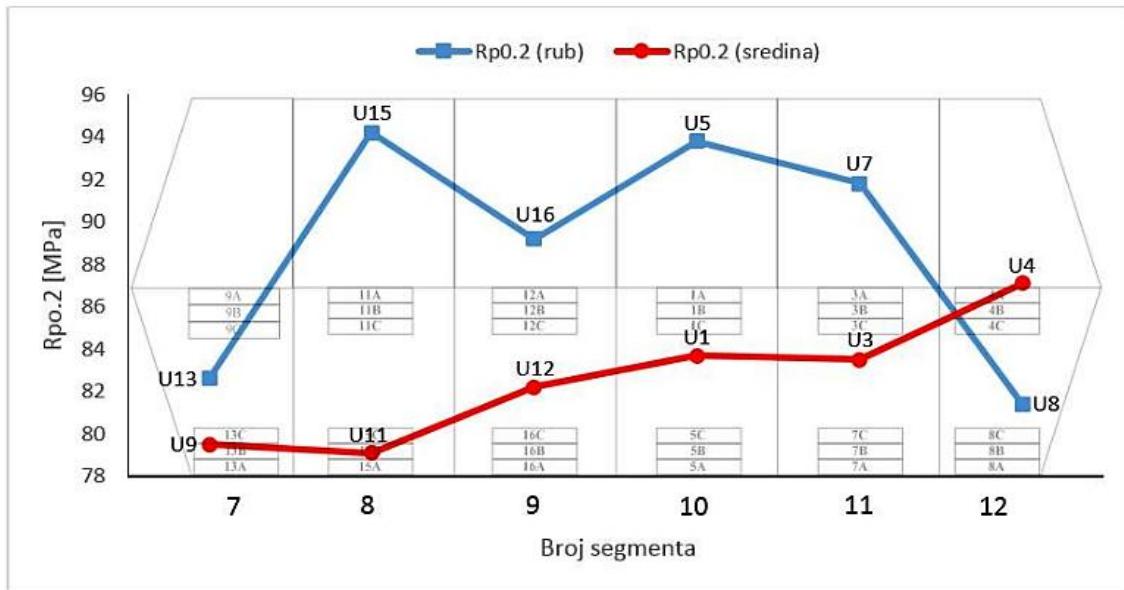
Tablica 14. Vrijednosti granice razvlačenja $R_{p0.2}$ za uzorke uzete s ruba i iz sredine ispitivanog bloka aluminijске legure EN AW-5754

Oznaka uzorka	$R_{p0.2}$ [MPa]	$\bar{R}_{p0.2}$ [MPa]	Oznaka uzorka	$R_{p0.2}$ [MPa]	$\bar{R}_{p0.2}$ [MPa]
Rub			Sredina		
13A; 13C	85,2; 79,9	82,6	9B; 9C	76,8; 81,1; 80,6	79,5
15A; 15B	101,0; 89,7; 91,9	94,2	11A; 11B; 11C	80,7; 78,2; 78,5	79,1
16A; 16B; 16C	87,0; 95,5; 85,0	89,2	12A; 12B; 12C	78,3; 83,0; 85,2	82,2
5A; 5B; 5C	95,9; 91,7; 93,9	93,8	1A; 1B; 1C	79,7; 87,7; 83,6;	83,7
7A; 7B; 7C	94,6; 96,5; 84,3	91,8	3A; 3B; 3C	79,6; 77,7; 93,1	83,5
8A; 8C	85,1; 77,7	81,4	4A; 4C	86,0; 88,2	87,1

Na slici 49 prikazan je raspored srednjih vrijednosti za granicu razvlačenja u uzorcima uzetih s ruba (uzorci 13, 15, 16, 5, 7, 8) i iz sredine ispitovanog bloka (uzorci 9, 11, 12, 1, 3, 4).

Uvidom u sliku 49 može se primijetiti da vrijednosti granice razvlačenja za uzorke uzete s ruba bloka pokazuju obrnuti trend ponašanja u usporedbi s vrijednostima mikrostukture i vlačne čvrstoće, dok za uzorke iz sredine bloka to ne vrijedi.

Dobivene vrijednosti za granicu razvlačenja (svojstvo koje odražava plastičnost ispitivanog materijala) ne pokazuju karakterističan trend ponašanja te ukazuju na potrebu provođenja postupka homogenizacije u cilju povećanja plastičnosti.

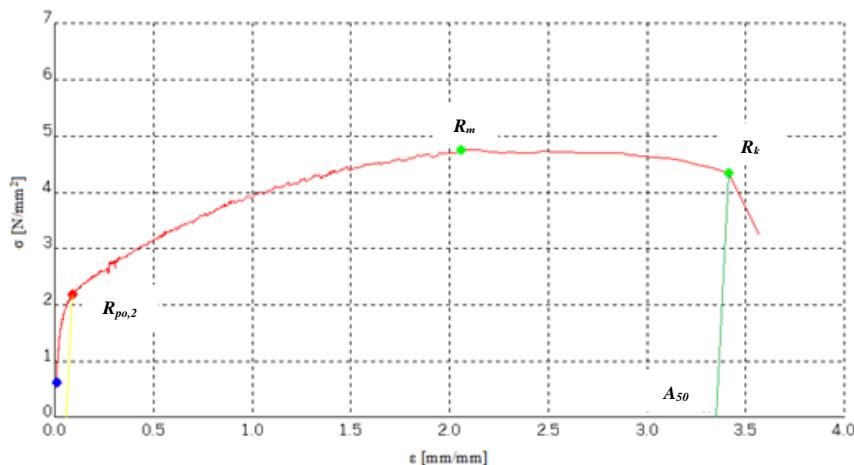


Slika 49. Raspored srednjih vrijednosti za granicu razvlačenja u uzorcima uzetih s ruba (uzorci 13, 15, 16, 5, 7, 8) i iz sredine ispitanog bloka (uzorci 9, 11, 12, 1 ,3, 4)

4.3.3. Rezultati ispitivanja istezanja

Na slici 50 prikazan je reprezentativni primjer σ - ε dijagrama uzorka 1A dobivenog tijekom provedbe statickog vlačnog pokusa na kojem se na mjestu konačnog naprezanja R_k , određivala vrijednost istezanja A_{50} . Prilikom kidanja epruvete na kidalici na dijagramu se iscrtava krivulja na kojoj program automatski određuje i označava karakteristične točke: granicu razvlačenja $R_{p0.2}$, vlačnu čvrstoću R_m i konačno naprezanje R_k kod kojeg nastupa lom epruvete.

Na krivulji prikazanoj na σ - ε dijagramu na slici 50 iz točke konačnog naprezanja R_k najprije se povuče paralela, koja je na dijagramu prikazana kao zelena linija, sa žutom linijom koju program automatski iscrtava za vrijeme kidanja epruvete i koja predstavlja granicu razvlačenja $R_{p0.2}$ te se očita vrijednost istezanja u milimetrima. Vrijednost istezanja u milimetrima se zatim podijeli s mernom duljinom, koja je za sve epruvete iznosila $L_c = 46$ mm, kako bi se ista vrijednost dobila u postotcima. Na ovaj su način određivane vrijednosti istezanja za sve ostale ispitivane uzorke čije su vrijednosti dane u tablici 15.



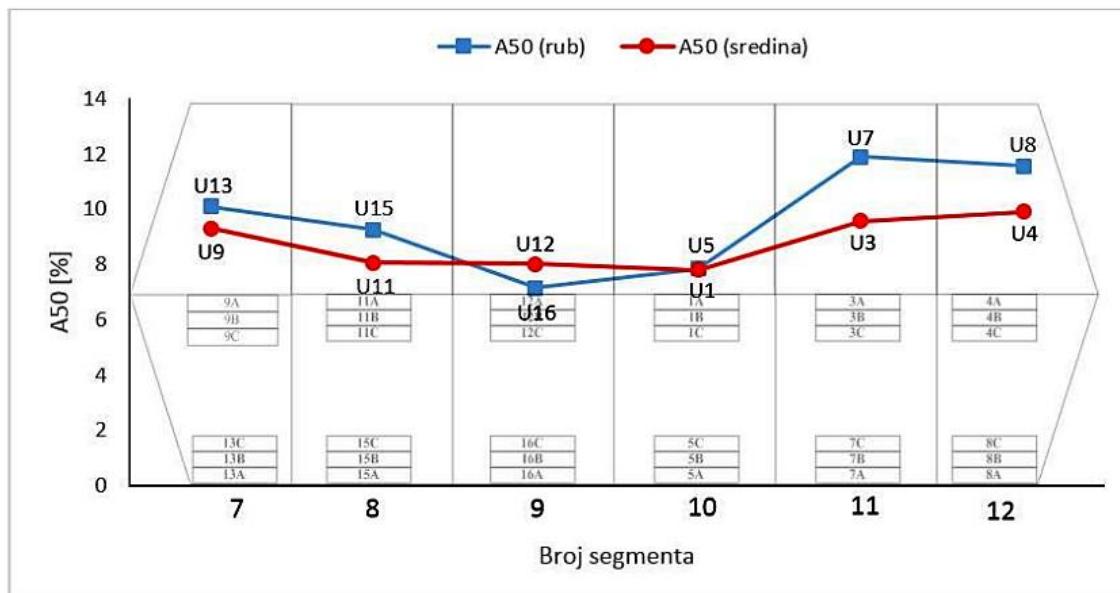
Slika 50. Reprezentativni primjer σ - ε dijagrama uzorka 1A

U tablici 15 prikazani su rezultati mjerenja istezanja A_{50} za uzorke uzete s ruba i sredine ispitivanog aluminijskog bloka. Vrijednosti istezanja A_{50} za uzorke uzete s ruba nalaze se u rasponu od 7,15 % (uzorak 16) do 11,89 % (uzorak 7), a vrijednosti istezanja A_{50} za uzorke uzete iz sredine nalaze se u rasponu od 7,80 % (uzorak 1) do 9,91 % (uzorak 4).

Tablica 15. Vrijednosti istezanja A_{50} za uzorke uzete s ruba i iz sredine ispitivanog bloka aluminijске legure EN AW-5754

Oznaka uzorka	A_{50} [mm]	\overline{A}_{50} [mm]	\overline{A}_{50} [%]	Oznaka uzorka	A_{50} [mm]	\overline{A}_{50} [mm]	\overline{A}_{50} [%]
Rub				Sredina			
13A, 13C	4,31; 4,99	4,65	10,1	9B; 9C	4,33; 4,25	4,29	9,32
15B; 15C	4,01; 4,51	4,26	9,26	11B	3,71	3,71	8,06
16A	3,29	3,29	7,15	12B; 12C	3,29; 4,09	3,69	8,02
5A; 5B; 5C	3,70; 4,02; 3,14	3,62	7,86	1A; 1C	3,35; 3,84	3,59	7,80
7A; 7B; 7C	5,97; 5,59; 4,87	5,47	11,89	3C	4,41	4,41	9,58
8A; 8C	6,19; 4,46	5,32	11,56	4A, 4C	4,89; 4,23	4,56	9,91

Na slici 51 prikazan je raspored srednjih vrijednosti istezanja u uzorcima uzetih s ruba (uzorci 13, 15, 16, 5, 7, 8) i iz sredine ispitivanog bloka (uzorci 9, 11, 12, 1, 3, 4).



Slika 51. Raspored srednjih vrijednosti istezanja u uzorcima uzetih s ruba (uzorci 13, 15, 16, 5, 7, 8) i iz sredine ispitivanog bloka (uzorci 9, 11, 12, 1, 3, 4)

Sa slike 51 može se uočiti promjena vrijednosti istezanja po poprečnom presjeku ispitivane ploče uzete s kraja ispitivanog bloka. Vrijednosti istezanja, kao i vrijednosti vlačne

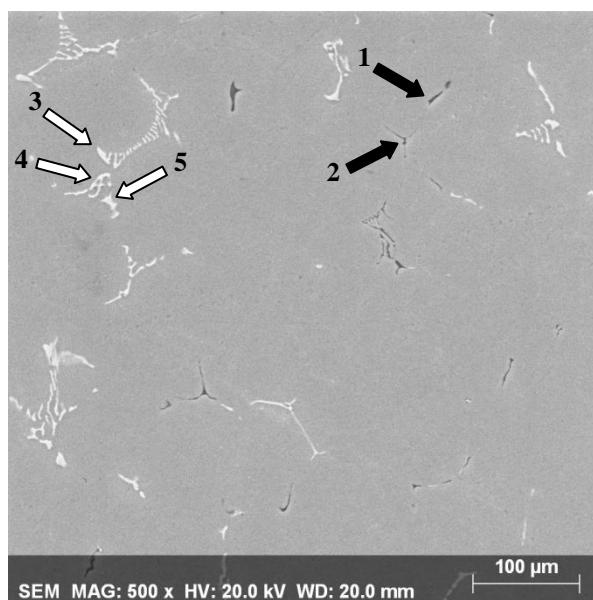
čvrstoće, pokazuju trend povišenja uz rubove ploča - plava linija u odnosu na sredinu ploče - crvena linija.

Također se može uočiti kontinuirano smanjenje istezanja od ruba prema sredini ploče, odnosno vrijednosti istezanja prate promjenu mikrostukture tj. broja zrna po jedinici površine. Uzorci 12 i 16 pokazuju određeno odstupanje iako imaju relativno bliske vrijednosti istezanja (A_{50} (16) = 7,15 %; A_{50} (12) = 8,02).

4.4. KVALITATIVNA I KVANTITATIVNA ANALIZA MIKROSTRUKTURNIH KONSTITUENATA LEGURE EN AW-5754

Na snimci mikrostrukture uzorka 9A uzetog s ruba poprečno izrezane ploče aluminijske legure EN AW-5754 u lijevanom stanju, slika 52, snimljenoj na pretražnom elektronskom mikroskopu (SEM) uočava se ujednačena raspodjela intermetalnih faza izlučenih po granicama zrna koja osigurava kvalitetnije provođenje naknadnih procesa obrade materijala postupcima valjanja i istiskivanja.

Uočavaju se bijele intermetalne faze na osnovi željeza i crne intermetalne faze na osnovi magnezija i silicija Mg_2Si . Crne strelice usmjerene su prema intermetalnoj fazi Mg_2Si (mjesta 1 i 2), dok su bijele strelice na slici 52 usmjerene prema intermetalnim fazama na osnovi željeza (mjesta 3, 4 i 5) [24, 46, 48].

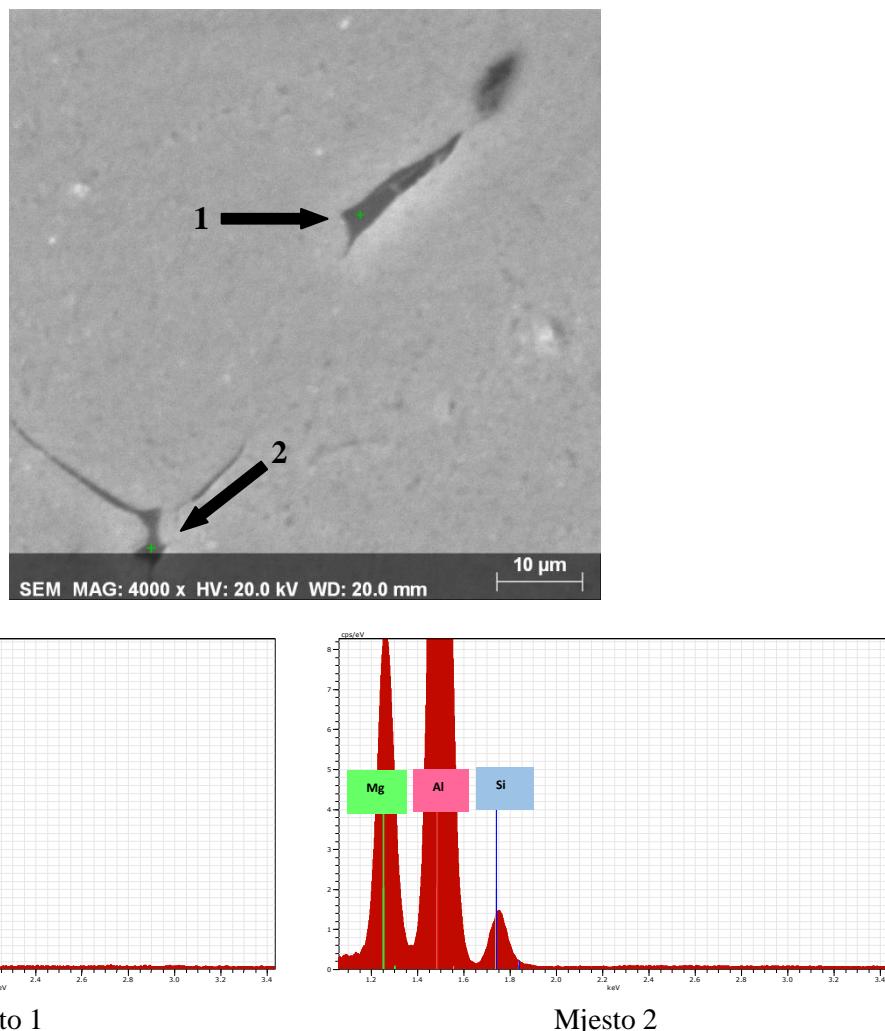


Slika 52. Snimka mikrostrukture uzorka 9A uzetog s lijevanog bloka legure EN AW-5754, snimljena na SEM-u s naznačenim mjestima provođenja kvantitativne analize

Radi utvrđivanja i/ili potvrde prepostavljenje stehiometrije faza putem energijsko disperzivnog spektrometra provedena je kvantitativna analiza mikrostrukturalnih konstituenata uzorka 9A legure EN AW-5754.

Na slici 53 prikazan je primjer kvantitativne analize crno obojenih faza na osnovi magnezija i silicija na uzorku 9A, s označenim mjestima na kojima je provedena analiza u točki, njihovim pripadajućim spektrima i tabelarnim prikazom pojedinih kvantitativnih analiza. Uvidom u sliku 53 može se potvrditi prisutnost faze na osnovi magnezija i silicija koja stehiometrijski odgovara Mg_2Si , koja je programskim paketom Thermo-Calc određena

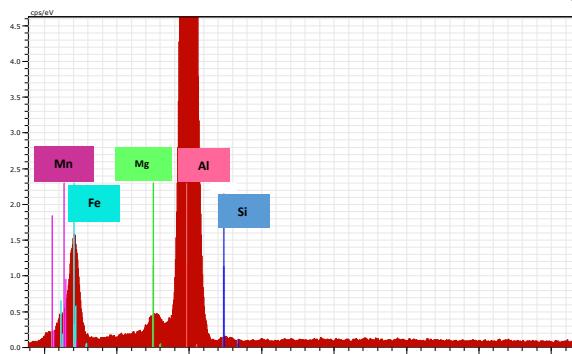
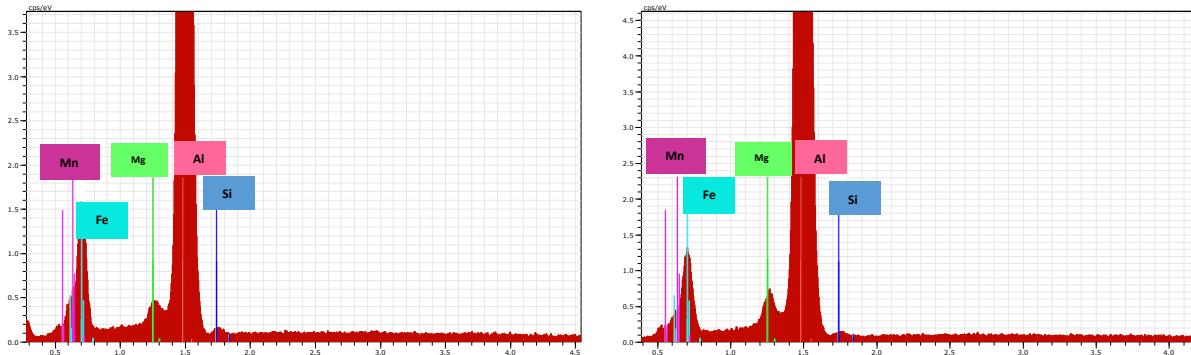
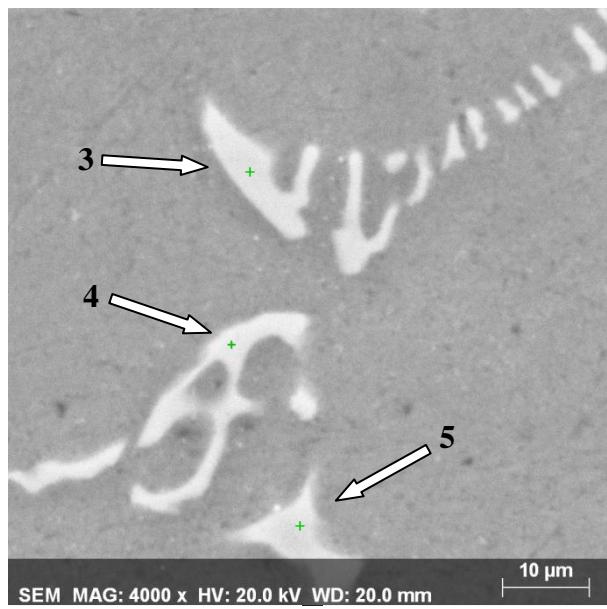
kao prva niskotemperaturna faza. Faza Mg_2Si je na slici 53 (mjesta 1 i 2) vidljiva kao crna faza nepravilnog razgranatog oblika.



MJESTO	Al		Fe		Mg		Si		Mn	
	mas. %	at %	mas. %	at. %	mas. %	at. %	mas. %	at. %	mas. %	at. %
1	80,49	79,60	/	/	12,60	13,84	6,91	6,56	/	/
2	75,61	74,28	/	/	18,37	20,03	6,02	5,69	/	/

Slika 53. Snimak mikrostrukture uzorka 9A uzetog s lijevanog bloka legure EN AW-5754, snimljena na SEM-u s naznačenim mjestima provođenja kvalitativne analize pojedinih faza putem EDS-a, njihovim pripadajućim spektrima i kvantitativnim analizama za faze na osnovi magnezija i silicija

Na slici 54 prikazan je primjer kvantitativne analize bijelih faza na osnovi željeza na uzorku 9A legure EN AW-5754 u lijevanom stanju, s označenim mjestima na kojima je provedena analiza u točki, njihovim pripadajućim spektrima i tabelarnim prikazom pojedinih kvantitativnih analiza.

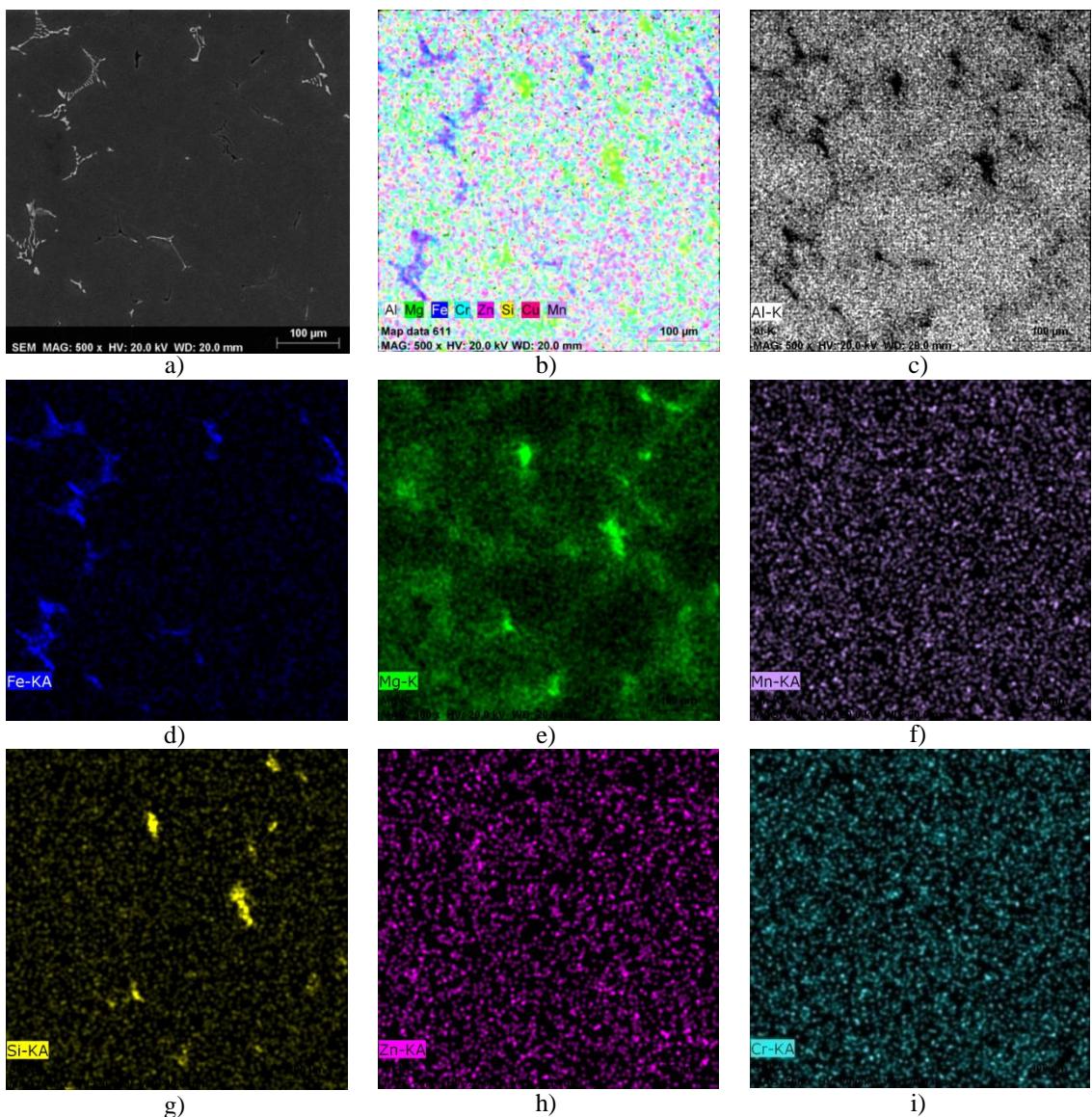


Mjesto	Al		Fe		Mg		Si		Mn	
	mas. %	at %	mas. %	at. %	mas. %	at. %	mas. %	at. %	mas. %	at. %
3	66,57	79,48	29,66	17,11	1,51	2,01	0,14	0,17	2,12	1,24
4	70,34	81,64	25,39	14,24	2,26	2,92	0,12	0,13	1,90	1,08
5	68,82	81,02	27,37	15,57	1,55	2,03	0,14	0,16	2,13	1,23

Slika 54. Snimka mikrostrukture uzorka 9A uzetog s lijevanog bloka legure EN AW-5754, snimljena na SEM-u s naznačenim mjestima provođenja kvalitativne analize pojedinih faza putem EDS-a, njihovim pripadajućim spektrima i kvantitativnim analizama za faze na osnovi željeza

Uvidom u sliku 54 može se zaključiti da nije utvrđeno prisustvo faze Al_3Fe niti faza Al_3Mg_2 i Al_6Mn koje su programskim paketom Thermo-Calc prepostavljene kao eutektička, odnosno kao niskotemperaturne faze. Može se prepostaviti da njihovom međusobnom reakcijom te reakcijom sa silicijem iz taline dolazi do formiranja tzv. π -faze koja odgovara intermetalnoj fazi $\text{Al}_8(\text{Fe}, \text{Mn})\text{Mg}_3\text{Si}_6$ [45]. Ona se pojavljuje kao bijela razgranata faza morfologijom vrlo sličnom kineskom pismu.

Mapping analizom također je ustanovljena prisutnost i drugih kemijskih elemenata koja je zanemarena pošto ne utječe na svojstva legure ili su to elementi u tragovima. Ostali prisutni elementi (Zn, Mn i Cr), prikazani na slikama ravnomjerno su raspoređeni u aluminijskoj osnovi.



Slika 55. Snimka mikrostrukture uzorka 9A uzetog s lijevanog bloka legure EN AW-5754 snimljena na SEM-u s pripadajućim slikama distribucije elemenata na određenoj površini (mapping analiza)

5. ZAKLJUČAK

Na osnovi provedenog termodinamičkog proračuna ravnotežne stabilnosti pojedinih faza legure EN AW-5754, šarže 3714 programskim paketom Thermo-Calc te kvalitativnom i kvantitativnom analizom mikrostrukturalnih konstituenata utvrđen je slijed skrućivanja te su izvedeni sljedeći zaključci:

- Termodinamičkim proračunom ravnotežne stabilnosti pojedinih faza legure EN AW-5754 programskim paketom Thermo-Calc prepostavljen je slijed izlučivanja pojedinih faza i temperaturno područje stabilnosti istih: izdvajanje primarnih dendrita aluminija α_{Al} što ujedno odgovara i likvidus temperaturi $T_L = 643 \text{ } ^\circ\text{C}$; odmah zatim slijedi izdvajanje eutektičke faze Al_3Fe pri $T_E = 628 \text{ } ^\circ\text{C}$. Nапослјетку slijedi precipitacija triju faza u krutom stanju i to pri $573 \text{ } ^\circ\text{C}$ faze Mg_2Si , pri $568 \text{ } ^\circ\text{C}$ Al_6Mn te Al_3Mg_2 . Talina L , je na osnovi proračuna ravnoteže stabilna do temperature $599 \text{ } ^\circ\text{C}$.
- Kvantitativnom analizom uzoraka legure EN AW-5754 s kraja bloka šarže 3714 u lijevanom stanju, putem EDS-a može se zaključiti da nije utvrđeno prisustvo faze Al_3Fe niti faza Al_3Mg_2 i Al_6Mn koje su programskim paketom Thermo-Calc prepostavljene kao eutektička, odnosno kao niskotemperaturne faze. Može se pretpostaviti da njihovom međusobnom reakcijom te reakcijom sa silicijem iz taline dolazi do formiranja tzv. π -faze koja odgovara intermetalnoj fazi $\text{Al}_8(\text{Fe}, \text{Mn})\text{Mg}_3\text{Si}_6$. Ona se pojavljuje kao bijela razgranata faza morfologijom vrlo sličnom kineskom pismu. Također se javlja i crna intermetalna faza Mg_2Si nepravilnog razgranatog oblika koja je programskim paketom Thermo-Calc određena kao prva niskotemperaturna faza.

Na osnovi mjerjenja mikrostrukturalnih i mehaničkih svojstava kroz poprečno izrezanu ploču s kraja bloka legure EN AW-5754 u lijevanom stanju i njihovom kvantifikacijom utvrđeno je sljedeće:

- Ispitivanjem mikrostrukture unutar poprečno izrezane ploče dobivena je nejednolika raspodjela istoosnih zrna po poprečnom presjeku ispitivane ploče bez zone stubičastih kristala. S aspekta mikrostrukture može se govoriti o adekvatno primjenjenoj tehnologiji obrade i lijevanja taline te učinkovitom cijepljenju.
- Ispitivanjem veličine zrna tj. broja zrna po jedinici površine utvrdilo se da se najsitnija struktura (uzorci s najmanjom veličinom zrna, odnosno najvećim brojem zrna) nalaze na rubu ispitivanog bloka, dok se najkrupnija struktura nalazi u njegovoј sredini. Također se uočava da uzorci koji su najintenzivnije hlađeni vodom (uzorci 13, 8, 9 i 4) imaju najsitniju strukturu, što se može pripisati utjecaju sredstva za hlađenje za vrijeme postupka lijevanja. Znači, što je intenzitet primarnog i sekundarnog hlađenja veći, veća je i razlika u veličini zrna od ruba do sredine bloka.
- Iz analize vrijednosti za vlačnu čvrstoću i istezanje po poprečnom presjeku ispitivane ploče uočava se trend njihovog povišenja uz rub bloka u odnosu na sredinu. Također se može uočiti kontinuirano smanjenje vrijednosti i vlačne čvrstoće i istezanja od ruba prema sredini bloka. Iz toga se zapaža povezanost mikrostrukture, vlačne čvrstoće i istezanja i po širini i po visini ispitivane ploče, odnosno bloka.
- Dobivene vrijednosti za granicu razvlačenja (svojstvo koje odražava plastičnost ispitivanog materijala) ne pokazuju karakterističan trend ponašanja te ukazuju na potrebu provođenja postupka homogenizacije u cilju povećanja plastičnosti.

- Daljnja istraživanja trebalo bi usmjeriti ispitivanju mikrostrukturnih, mehaničkih, fizikalnih i kemijskih svojstava početka bloka te bi se korelacijom rezultata s početka i kraja bloka mogla ocijeniti ukupna homogenost odlivenog bloka te utjecaj brzine hlađenja na početku i kraju lijevanja na ispitivana svojstva.

Rezultati ovog rada omogućuju ne samo nova saznanja o skrućivanju i razvoju strukture višekomponentnih aluminijskih legura, nego i o kvantificiranju utjecaja brzine hlađenja na mikrostrukturna i mehanička svojstva bloka legure EN AW-5754 lijevanog DC postupkom.

6. LITERATURA

- [1] N. Dolić, Metalurgija aluminija, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet, Sisak, 2015.
<https://www.simet.unizg.hr/nastava/predavanja/diplomski-sveucilisni-studij-metalurgija/2-godina-diplomskog-studija/metalurgija-aluminija> (10.12.2015.)
- [2] D. G. Altenpohl, Aluminum: Technology, Applications, and Environment, A Profile of a Modern Metal, Aluminum from Within - the Sixth Edition, The Aluminum Association and The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, 1999.
- [3] M. M. R. Jaradeh, Ph. D. Thesis, The Effect of Processing Parameters and Alloy Composition on the Microstructure Formation and Quality of DC Cast Aluminium Alloys, Mid Sweden University, Sundsvall, 2006.
- [4] <http://www.world-aluminium.org/statistics/> (27.7.2016).
- [5] Inženjerski priručnik IP4, Proizvodno strojarstvo, Prvi svezak: Materijali, Školska knjiga, Zagreb, 1998.
- [6] J. F. Grandfield, P. T. McGlade, DC Casting of Aluminium: Process Behaviour and Technology.
[http://www.thaiminhiejc.com/upload/files/casting1\(1\).pdf](http://www.thaiminhiejc.com/upload/files/casting1(1).pdf) (30.07.2016.)
- [7] T. E. Quested, Ph.D. Thesis, Solidification of Inoculated Aluminium Alloys, Department of Materials and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, 2004.
- [8] I. J. Polmear, Light Alloys, Metallurgy of the Light Metals, London, 1995.
- [9] A. L. Greer, Grain Refinement of Aluminum Alloys, The Minerals, Metals & Materials Society, 2004, 131-145.
- [10] A. L. Greer, M. W. Meredith, P. S. Cooper, P. Schumacher, W. Schneider, J. A. Spittle, A. Tronche, Grain Refinement of Aluminium Alloys by Inoculation, Advanced Engineering Materials, 5(2003) 1/2, 81-91.
- [11] EN 573-3: 2002, Aluminium and Aluminium Alloys - Chemical Composition and Form of Wrought Products - Part 3: Chemical Composition, European Committee for Standardization (CEN), Brussels, 2002.
- [12] ASM Specialty Handbook®, Aluminum and Aluminum Alloys, ur. J. R. Davis, ASM International, Materials Park, Ohio, 2002.
- [13] N. Dolić, Magistarski rad, Homogenost blokova Al-slitine 5083 proizvedenih vertikalnim DC postupkom, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet, Sisak, 2006.
- [14] I. Duplančić, Obrada deformiranjem, Sveučilište u Splitu, Fakultet elektrotehnike, strojarstva i brodogradnje, Split, 2007.
- [15] T. Filetin, F. Kovačićek, J. Indof, Svojstva i primjena materijala, Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2002.
- [16] J. Gilbert Kaufman, Introduction to Aluminum Alloys and Tempers, ASM International, Materials Park, Ohio, 2000, 9-22.
- [17] EN 573-1: 1994, Aluminium and Aluminium Alloys - Chemical Composition and Form of Wrought Products - Part 1: Numerical Designation System, European Committee for Standardization, Brussels, 1994.

[18] EN 573-2: 1994, Aluminium and Aluminium Alloys - Chemical Composition and Form of Wrought Products - Part 2: Chemical Symbol Based Designation System, European Committee for Standardization, Brussels, 1994.

[19] J. F. Grandfield, D. G. Eskin, Essential Readings in Light Metals.

https://books.google.hr/books?id=I0cUnERIMdYC&pg=PR3&lpg=PR3&dq=J.+F.+Grandfield,+D.+G.+Eskin,+Essential+Readings+in+Light+Metals&source=bl&ots=EqiuvTu1jl&sig=H6790KS-bzh0ldGGaOwJQLqaipA&hl=hr&sa=X&redir_esc=y#v=onepage&q=J.%20F.%20Grandfield%2C%20D.%20G.%20Eskin%2C%20Essential%20Readings%20in%20Light%20Metals&f=false (10.03.2016.)

[20] J. Sengupta, B.G. Thomas, M. A. Wells, Understanding the Role Water-cooling Plays during Continuous Casting of Steel and Aluminum Alloys, Conference Proceedings of M&ST 2004, New Orleans, 2004, 179 - 193.

[21] D. G. Eskin, Physical Metallurgy of Direct Chill Casting of Aluminium Alloys, CRC Press/Taylor and Francis Grou, Boca Raton, 2008.

[22] F. Grandfield, D. G. Eskin, I. F. Bainbridge, Direct-Chill Casting of Light Alloys: Science and Technology, The Minerals, Metals & Material Society, New Jersey, 2013.

[23] R. Nadella, D. G. Eskin, Q. Du, L. Katgerman, Macrosegregation in Direct-Chill Casting of Aluminium Alloys, Progress in Materials Science, **53**(2008), 421-480.

[24] N. Dolić, Doktorska disertacija, Utjecaj uvjeta skrućivanja i hladjenja na svojstva polukontinuirano lijevanih blokova Al-Mg slitine, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet, Sisak, 2010.

[25] N. Dolić, J. Medved, P. Mrvar, F. Unkić, Influence of Cooling Rates on Temperatures of the Phase Changes and on Microstructures of Aluminium Alloy EN AW-5083, Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, **43**(2012) 11, 957-964.

[26] A Markotić, Složeni tehnologiski istraživačko-razvojni projekt „HITRA-STIRP“, Poboljšani postupak lijevanja blokova i trupaca od teško gnjetljivih aluminijskih slitina, Sisak - Šibenik, 2006.

[27] ASM Handbook, Columnar to Equiaxed Transition, Principles of Solidification, ur. S. C. Flood, J. D. Hunt, ASM International, Materials Park, Ohio, 1988, 130-135.

[28] D. M. Stefanescu, Science and Engineering of Casting Solidification, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, 2002.

[29] G. S. Cole, G.F. Bolling, Trans. AIME, **239**(1967), 1824.

[30] G.S. Cole, G.F. Bolling, Trans. AIME, **236**(1966), 1366.

[31] M. Založnik, B. Šarler, Modeling of Macrosegregation in Direct-Chill Casting of Aluminum Alloys: Estimating the Influence of Casting Parameters, Materials Science and Engineering A, **413-414**(2005), 85-91.

[32] H. E. Vatne, Efficient Grain Refinement of Ingots of Commercial Wrought Alluminiun Alloys, Part I: Methods for Grain Refining, Aluminium, **75**(1999) 1/2, 84-90.

[33] G. K. Sigworth, T. A. Kuhn, Grain Refinement of Aluminum Casting Alloys, International Journal of Metalcasting, **1**(2007) 1, 31-40.

[34] P. Schumacher, Microstructural Control by Grain Refinement, *Livarski vestnik*, **53**(2006) 1, 2-18.

[35] D. G. McCartney, Grain Refining of Aluminum and its Alloys Using Inoculants, *International Materials Reviews*, **34**(1989), str. 247-260.

[36] A. Cibula, J. The Mechanism of Grain Refinement of Sand Casting in Aluminum Alloys, *Journal of Institute of Mettals*, **76**(1949-50), str. 321-360.

[37] G. P. Jones, J. Pearson, Factors Affecting the Grain-Refinement of Aluminium Using Titanium and Boron Additives, *Metallurgical Transaction B*, **7B**(1976), str. 223-234.

[38] <http://wiredspace.wits.ac.za/bitstream/handle/10539/1687/02Chapter2.pdf?sequence=5> (14.09.2016.)

[39] P. S. Mohanty, J. E. Gruzleski, Mechanizm of Grain Refinement in Aluminium, *Acta Metallurgica et Materialia*, **43**(1995), 2001-1012.

[40] J. C. Liu, J. Hu, X. Y. Nie, H. X. Li, Q. Du, J. S. Zhang, L. Z. Zhuang, The Interface Bonding Mechanism and Related Mechanical Properties of Mg/Al Compound Materials Fabricated by Insert Molding, *Materials Science & Engineering A*, **635**(2015), 70 - 76

[41] J J. L. Murray, Al-Mg (Aluminium-Magnesium), *Binary Systems of Aluminium - Admixture and Their Importance for Metallurgy*, ur. L. Kuchař, J. Drápala, Vysoká škola báňská-Technická Univerzita, Ostrava, 2003, 82-84.

[42] J. E. Hatch, *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy*, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1988.

[43] ASM Specialty Handbook®, *Aluminum and Aluminum Alloys*, ur. J. R. Davis, ASM International, Materials Park, Ohio, 2002.

[44] N. A. Belov, A. A. Aksenov, D. G. Eskin, *Advances in Metallic Alloys, Iron in Aluminum Alloys: Impurity and Alloying Element*, Volume 2, CRC Press/Taylor and Francis Group, London, 2002.

[45] https://www.msm.cam.ac.uk/mkg/TEQthesis/Ch2_text.pdf (14.09.2016.)

[46] S. Kumar, H. B. Babu Nadendla, G. M. Scamans, D.G. Eskin, Z. Fan, Solidification Behaviour of an AA5754 Al Alloy Ingot Cast with High Impurity Content, *International Journal of Materials Research*, **103**(2012) 10, 1228-1234

[47] A. L. Dons, The Alstruc Homogenization Model for Industrial Aluminum Alloys, *Journal of Light Metals*, **1**(2001)2, 133 - 149.

[48] O. Engler, Z. Liu, K. Kuhnke, Impact of Homogenization on Particles in the Al-Mg-Mn AA 5454 - Experiment and Simulation, *Journal of Alloys and Compounds*, **560**(2013), 111 - 122.

[49] E 1382 - 97, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis, American National Standard Institute/ASTM, 1997.

[50] ISO 6892-1: 2009, Metallic materials - Tensile testing - Part 1: Method of test at Room Temperature, European Comittee for Standardization (CEN), Brussels, 2009.

[51] T. Holjevac Grgurić, Eksperimentalne tehnike u termodinamici materijala, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet, Sisak.

<https://www.simet.unizg.hr/nastava/predavanja/diplomski-sveucilisni-studij-metalurgija/1-godina-diplomskog-studija/eksperimentalne-tehnike-u-termodinamici-materijala>
(25.07.2016.)

[52] N. Dolić, A. Markotić, F. Unkić, J. Prgin, K. Terzić, Effect of Inoculation on Microstructure Properties of Al-Alloy 5083, Proceedings of the 11th International Conference on Materials, Processes, Friction and Wear, MATRIB 2006, ur. K. Grilec, Croatian Society for Materials and Tribology, Vela Luka, Hrvatska, 22. - 24. lipnja 2006., CD-ROM, 49-58.

ŽIVOTOPIS

Karlo Štengl rođen je 26. svibnja 1991. g. u Sisku. Gimnaziju u Sisku završio je 2010. Preddiplomski sveučilišni studij „Metalurgija“ na Metalurškom fakultetu Sveučilišta u Zagrebu završava akademske godine 2012./2013. obranom završnog rada pod nazivom „*Utjecaj vremena homogenizacije na razvoj mikrostrukture aluminijiske slitine EN AW-5083*“ te stječe naziv sveučilišnog prvostupnika inženjera metalurgije (*univ. bacc. ing. met.*). Diplomski sveučilišni studij „Metalurgija“ upisuje na Metalurškom fakultetu Sveučilišta u Zagrebu akademske godine 2013./2014., modul procesna metalurgija i ljevarstvo. Za vrijeme studija sudjeluje u mnogim aktivnostima. Na studentskim izborima 2013. izabran je u Studentski zbor Metalurškog fakulteta kao jedan od predstavnika studenata 3. godine preddiplomskog studija metalurgije. Sudjeluje na: XV. međunarodnoj Tehnologijadi (2011.), XVI. međunarodnoj Tehnologijadi (2012.), 13. međunarodnom savjetovanju ljevača u Opatiji (2013.) i 15. međunarodnom savjetovanju ljevača (2016.) gdje u sklopu studentske sekcije prezentira rad pod nazivom „*Utjecaj vremena homogenizacije na razvoj mikrostrukture aluminijiske slitine EN AW-5083*“. U akademskoj godini 2014./2015. u zimskom semestru boravi na stranom sveučilištu „Montanuniversität Leoben“ u Republici Austriji u okviru programa za razmjenu studenata Erasmus+. Iste akademske godine dodjeljuje mu se stipendija za izvrstnost Sveučilišta u Zagrebu na temelju rangiranja među 10 % najuspješnijih studenata na diplomskom studijskom programu „Metalurgija“. Strane jezike, engleski i njemački, aktivno upotrebljava u govoru i pisanju. Hobiji su mu slušanje glazbe, sviranje gitare, rekreativno bavljenje sportom i čitanje.

Također je koautor dva znanstvena rada s međunarodnom recenzijom i u potpunosti objavljenih u zbornicima radova:

- N. Dolić, K. Štengl, *Analysis of The Microstructural Constituents of Aluminum Alloy Al-Mg in Cast and Homogenized State*, Proceedings and Book of Abstracts of Metallurgical & Materials Engineering Congress of South-East Europe, ur. M. Korać, Association of Metallurgical Engineers of Serbia (AMES), Beograd, Serbia, 03.-05. 06. 2015., 313-319.
- N. Dolić, K. Štengl, *Utjecaj vremena homogenizacije na razvoj mikrostrukture aluminijiske slitine EN AW-5083*, Proceedings of International Conference of Materials, Wear, Recycling, MATRIB 2015, ur. D. Ćorić, I. Žmak, Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, Vela Luka, Hrvatska, 25.-27. 06. 2015., 123-133.