



Sveučilište u Zagrebu

Fakultet strojarstva i brodogradnje

Tomislav Rodinger

RAZVOJ KALCIJEVIM KARBONATOM UPJENJENIH ALUMINIJEVIH PJENA OJAČANIH KERAMIČKIM ČESTICAMA

DOKTORSKI RAD

Zagreb, 2026.



Sveučilište u Zagrebu

Fakultet strojarstva i brodogradnje

Tomislav Rodinger

RAZVOJ KALCIJEVIM KARBONATOM UPJENJENIH ALUMINIJEVIH PJENA OJAČANIH KERAMIČKIM ČESTICAMA

DOKTORSKI RAD

Mentor:
Prof. dr. sc. Danko Ćorić

Zagreb, 2026.



University of Zagreb

Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture

Tomislav Rodinger

DEVELOPMENT OF ALUMINIUM FOAMS FOAMED WITH CALCIUM CARBONATE AND REINFORCED WITH CERAMIC PARTICLES

DOCTORAL DISSERTATION

Supervisor:
Prof. Danko Ćorić, PhD

Zagreb, 2026.

PODACI ZA BIBLIOGRAFSKU KARTICU

UDK:

Ključne riječi: Aluminijske pjene, kalcijev karbonat, aluminijski oksid, tlačna svojstva, kinetika upijanja, računalna tomografija

Znanstveno područje: Tehničke znanosti

Znanstveno polje: Strojarsvo

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

Mentor rada: Prof. dr. sc. Danko Ćorić

Broj stranica: 185

Broj slika: 70

Broj tablica: 18

Broj korištenih bibliografskih izvora: 123

Datum obrane:

Povjerenstvo: Prof. dr. sc. Krešimir Grilec, predsjednik

Prof. dr. sc. Zdravko Schauperl, član

Prof. dr. sc. Ivica Kladarić, član

Institucije u kojima je rad pohranjen: Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje;
Nacionalna i sveučilišna knjižnica u Zagrebu

ZAHVALA

Zahvala.

SADRŽAJ

PODACI ZA BIBLIOGRAFSKU KARTICU.....	I
ZAHVALA	II
SAŽETAK	V
SUMMARY	VII
POPIS TABLICA	XIII
POPIS OZNAKA.....	XIV
POPIS KRATICA.....	XVII
1. UVOD.....	1
1.1. Pregled dosadašnjih istraživanja	3
1.2. Cilj i hipoteza istraživanja.....	7
1.3. Plan istraživanja, metodologija rada i znanstveni doprinos	8
2. METALNE PJENE.....	11
2.1. Postupci proizvodnje i vrste metalnih pjena	11
2.2. Izrada metalnih pjena upjenjivanjem kompaktiranih prekursora proizvedenih metalurgijom praha	13
2.3. Svojstva metalnih pjena	17
2.3.1. Tlačna svojstva	18
2.3.2. Savojna svojstva	25
2.3.3. Vlačna svojstva.....	27
2.3.4. Funkcionalna svojstva	27
2.3.4.1. Toplinska svojstva	27
2.3.4.2. Filtriranje i razdvajanje	28
2.3.4.3. Prigušenje zvuka	28
2.3.4.4. Sposobnost plutanja	29
2.4. Primjena metalnih pjena.....	30
3. EKSPERIMENTALNI DIO	40
3.1. Izbor polaznih prahova.....	41
3.2. Karakterizacija polaznih prahova.....	42
3.2.1. Analiza morfologije i kemijskog sastava.....	43
3.2.2. Analiza faznog sastava prahova	46
3.2.3. Mjerenje promjera čestica prahova.....	48
3.2.4. Toplinske analize sredstva za upjenjivanje	51
3.3. Definiranje statističkog plana pokusa	53
3.4. Izrada prekursora aluminijskih pjena.....	56
3.5. Ispitivanje ekspanzije prekursora	62
3.6. Izrada aluminijskih pjena	63

3.7.	Karakterizacija strukture računalnom tomografijom	66
3.8.	Ispitivanje mehaničkih svojstava	68
3.8.1.	Tlačna svojstva	68
3.8.2.	<i>In-situ</i> tlačna ispitivanja u CT uređaju	70
3.8.3.	Ispitivanje tvrdoće stijenki ćelija	72
4.	REZULTATI I RASPRAVA.....	75
4.1.	Rezultati ispitivanja tvrdoće prekursora.....	75
4.2.	Analiza ekspanzije prekursora	76
4.3.	Analiza upjenjene strukture pomoću računalne tomografije.....	87
4.4.	Rezultati i analiza mehaničkih svojstava	95
4.4.1.	Tlačna svojstva	95
4.4.2.	Apsorpcija energije pri tlačnom opterećenju	107
4.4.3.	Analiza <i>in-situ</i> CT tlačnog ispitivanja	112
5.	ZAKLJUČAK.....	117
5.1.	Prijedlozi mogućih smjerova istraživanja	119
	LITERATURA	120
	PRILOZI	133
	Prilog 1: Mase, gustoće i poroznosti uzoraka za tlačna ispitivanja.....	134
	Prilog 2: Dijagrami ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja 1 °C/s	137
	Prilog 3: Dijagrami ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja 2 °C/s	143
	Prilog 4: Maksimalni stupanj ekspanzije i temperatura maksimalne ekspanzije prekursora	149
	Prilog 5: Rekonstruirani modeli skeniranih uzoraka i njihovi trodimenzionalni presjeci..	153
	Prilog 6: Ovisnost sferičnosti i ekvivalentnog promjera ćelija CT skeniranih uzoraka.....	156
	Prilog 7: Ovisnost kompaktnosti i volumena ćelija CT skeniranih uzoraka	160
	Prilog 8: Karakteristična tlačna svojstva.....	164
	Prilog 9: Dijagrami naprezanje – deformacija	167
	Prilog 10: Količina apsorbirane energije i učinkovitost apsorpcije	173
	Prilog 11: Dijagrami apsorbirana energija – deformacija	175
	ŽIVOTOPIS.....	181
	BIOGRAPHY	182
	POPIS OBJAVLJENIH RADOVA	183

SAŽETAK

Aluminijeve pjene predstavljaju zanimljiv materijal za brojna područja primjene, prvenstveno zbog svoje porozne strukture koja rezultira malom gustoćom i visokom specifičnom čvrstoćom. U ovom radu aluminijeve pjene izrađene su postupkom upjenjivanja kompaktiranih prekursora proizvedenih postupkom metalurgije praha. Kao osnovni materijal korišten je prah tehnički čistog aluminijskog oksida, dok je kao sredstvo za upjenjivanje upotrijebljen prah kalcijeva karbonata (CaCO_3). Uz to, kao ojačanje dodane su čestice aluminijeva oksida (Al_2O_3) različitih promjera, pri čemu su istraženi različiti maseni udjeli Al_2O_3 i CaCO_3 . Pripremljene mješavine prahova kompaktirane su u prekursore koji su potom upjenjeni, a dobivenim aluminijevim pjenama određena su tlačna svojstva.

Teorijski dio rada obuhvaća pregled razvoja metalnih pjena, vrste, kao i načine njihove proizvodnje, s posebnim naglaskom na postupak upjenjivanja kompaktiranih prekursora proizvedenih metalurgijom praha. Prikazani su postupci određivanja karakterističnih mehaničkih svojstava, pri čemu je fokus stavljen na tlačna svojstva koja se određuju sukladno normi ISO 13314:2011. Osim toga, opisana su i druga funkcionalna svojstva ovih materijala te su prikazani i primjeri njihove primjene u različitim područjima.

U eksperimentalnom dijelu definiran je statistički plan pokusa te je provedena karakterizacija polaznih prahova. Opisan je postupak njihova miješanja i naknadnog kompaktiranja koje uključuje hladno izostatsko prešanje i ekstrudiranje pri povišenim temperaturama. Potom je opisan postupak ispitivanja ekspanzije prekursora i izrade uzoraka aluminijevih pjena. Također su prikazane osnove karakterizacije unutarnje strukture aluminijevih pjena primjenom računalne tomografije te metode određivanja njihovih mehaničkih svojstava.

U nastavku su analizirani rezultati ekspanzije prekursora pri brzinama zagrijavanja od $1\text{ }^\circ\text{C/s}$ i $2\text{ }^\circ\text{C/s}$. Provedena je analiza unutarnje strukture upjenjenih uzoraka primjenom računalne tomografije, dok su od mehaničkih svojstava obrađeni rezultati ispitivanja tlačnog ponašanja i apsorpcije energije pri tlačnom opterećenju. Tlačna svojstva dodatno su ispitana *in-situ* CT tlačnim ispitivanjem, pri čemu je skeniranje provedeno pri određenim vrijednostima deformacije kako bi se dobio uvid u mehanizam urušavanja unutarnje ćelijaste strukture pod djelovanjem tlačnog opterećenja.

Rezultati analize stupnja ekspanzije i tlačnih svojstava pokazali su da navedena svojstva ne ovise samo o pojedinačnim ulaznim parametrima, već o njihovom međudjelovanju. Povećanje

upjenjivosti ostvareno je porastom masenog udjela sredstva za upjenjivanje pri manjim udjelima keramičkih čestica, dok pri većim udjelima Al_2O_3 , maseni udio CaCO_3 nema toliko značajan utjecaj na maksimalno postignutu ekspanziju. Kod tlačnih svojstava kao najizraženiji parametar koji utječe na povećanje naprezanja na kraju platoa pokazao se promjer Al_2O_3 čestica, dok je utjecaj masenog udjela CaCO_3 bio manje izražen. Uzorci koji sadrže 2 mas.% CaCO_3 i 3 mas.% Al_2O_3 čestica promjera 5 μm pokazali su najbolja tlačna svojstva, pri čemu je povećanje naprezanja iznosilo više od 20 % u odnosu na neojačane uzorke upjenjene s 1 mas.% CaCO_3 .

Ključne riječi: *aluminijeve pjene, kalcijev karbonat, aluminijev oksid, tlačna svojstva, kinetika upjenjivanja, računalna tomografija*

SUMMARY

Aluminum foams represent an interesting material for numerous applications, primarily due to their porous structure, which results in low density and high specific strength. In this work, aluminum foams were made by foaming compacted precursors produced by the powder metallurgy method. Technically pure aluminum powder was used as the base material, while calcium carbonate powder (CaCO_3) was used as the foaming agent. In addition, aluminum oxide (Al_2O_3) particles of different sizes were added as reinforcement, and the effect of different mass fractions of Al_2O_3 and CaCO_3 were investigated. The prepared powder mixtures were compacted into precursors, which were subsequently foamed, and the compressive properties of the obtained aluminum foams were determined.

The theoretical part of the thesis provides an overview of the development of metal foams, their types, and production methods, with particular emphasis on the foaming process of compacted precursors produced by the powder metallurgy method. The procedures for determining characteristic mechanical properties are presented, with a focus on compressive properties evaluated in accordance with the ISO 13314:2011 standard. In addition, other functional properties of these materials are described, along with examples of their application in various areas.

In the experimental part, a statistical experimental design was defined, and the characterization of the starting powders was performed. The procedure for powder mixing and subsequent compaction, which includes cold isostatic pressing and extrusion at elevated temperatures, is described. Furthermore, the procedure for evaluating precursor expansions and the production of aluminum foam samples is described. The fundamentals of characterizing the internal structure of aluminum foams using computed tomography, as well as methods for determining their mechanical properties, are also presented.

Subsequently, the results of precursor expansion at heating rates of 1 °C/s and 2 °C/s were analyzed. The internal structure of the foamed samples was examined using computed tomography, while the results of testing the compressive behavior and energy absorption under compressive load were evaluated. The compressive properties were additionally investigated using *in-situ* CT compression testing, where scanning was performed at selected deformation values to gain insight into the collapse mechanism of the internal cellular structure under compressive loading.

The results of the analysis of expansion degree and compressive properties showed that these properties do not depend only on individual input parameters, but on their interaction. An increase in foamability was achieved by increasing the mass fraction of the foaming agent at lower quantities of ceramic particles, while at higher Al_2O_3 contents, the CaCO_3 mass fraction had a less pronounced effect on the maximum expansion achieved. Regarding the compressive properties, the dimension of the Al_2O_3 particles was identified as the most influential parameter affecting the increase in stress at the end of the plateau region, while the effect of the CaCO_3 mass fraction was less pronounced. Samples containing 2 wt.% CaCO_3 and 3 wt.% Al_2O_3 particles with a diameter of 5 μm exhibited the best compressive properties, with an increase in stress being more than 20 % compared to unreinforced samples foamed with 1 wt.% CaCO_3 .

Keywords: *aluminum foams, calcium carbonate, aluminum oxide, compressive properties, foaming kinetics, computed tomography*

POPIS SLIKA

Slika 1.1	Dominantna svojstva metalnih pjena [3]	1
Slika 2.1	Tipične morfološke strukture metalne pjene: a) otvorene ćelije [58]; b) zatvorene ćelije [59]	13
Slika 2.2	Postupak izrade metalnih pjena upjenjivanjem kompaktiranih prekursora proizvedenih metalurgijom praha [1].....	14
Slika 2.3	Propisane dimenzije ispitnih epruveta: a) pravokutnog; b) okruglog poprečnog presjeka [73].....	18
Slika 2.4	Oblici krivulja naprezanje – deformacija kod tlačnog ispitivanja aluminijskih pjena: a) pjene s različitim tlačnim svojstvima; b) oscilacije u području platoa; c) kontinuirana krivulja u području platoa [46]	19
Slika 2.5	Dijagram naprezanje – deformacija metalnih pjena s označenim karakterističnim vrijednostima [74].....	20
Slika 2.6	Apsorbirana energija kod tlačnog ispitivanja [74].....	21
Slika 2.7	Usporedba apsorbirane energije u pjeni i u monolitnom metalu pri jednakom tlačnom opterećenju [76]	21
Slika 2.8	Utjecaj gustoće pjene na tlačna svojstva i količinu apsorbirane energije [77] ..	22
Slika 2.9	Shematski prikaz SHPB uređaja [79]	25
Slika 2.10	Primjena aluminijskih pjena u automobilske industrije: a) prigušivač udara za Audi Q7 [97]; b) ojačanje okvira vrata za Ferrari 360 Spider i 430 Spider [85]	31
Slika 2.11	Kućišta baterija električnih vozila izrađena od aluminijskih pjena: a) kućište za baterije u prednjem dijelu vozila [97]; b) konceptno rješenje za Jaguar I-Pace s baterijama smještenim ispod putničkog dijela [99]	32
Slika 2.12	Apsorberi udara u pružnim vozilima: a) prigušivač za tramvaj; b) prigušivač za vlak [85]	33
Slika 2.13	Prototip prednjeg dijela lokomotive izrađen od sendvič kompozita s jezgrom od aluminijske pjene [102]	34
Slika 2.14	Zidni paneli za prigušenje buke na stanici podzemne željeznice u Budimpešti	35
Slika 2.15	Primjeri prigušivača buke [105].....	35
Slika 2.16	Zvučnoapsorpcijski paneli na zidu dvorane [101]	36
Slika 2.17	Izmjenjivači topline s aluminijskim pjnama [105,106]	37
Slika 2.18	Separator ulja i zraka u mlaznom motoru [106]	38

Slika 2.19	Fasadni paneli na kogeneracijskom postrojenju [104].....	39
Slika 2.20	Alusion paneli unutar Fondacije Prada [111]	39
Slika 3.1	SEM slike prahova: a) aluminij; b) CaCO_3 ; c) Al_2O_3 (PSG100); d) Al_2O_3 (PSG300).....	43
Slika 3.2	EDS analiza praha Al: a) mapiranje elemenata; b) raspodjela Al	44
Slika 3.3	EDS analiza praha CaCO_3 : a) mapiranje elemenata; b) raspodjela Ca; c) raspodjela C; d) raspodjela O.....	45
Slika 3.4	EDS analiza praha Al_2O_3 PSG100: a) mapiranje elemenata; b) raspodjela Al; c) raspodjela O	45
Slika 3.5	EDS analiza praha Al_2O_3 PSG300: a) mapiranje elemenata; b) raspodjela Al; c) raspodjela O	46
Slika 3.6	Difraktogrami analiziranih prahova	47
Slika 3.7	Raspodjela promjera čestica analiziranih prahova: a) aluminij; b) Al_2O_3 PSG300; c) Al_2O_3 PSG100 (prosijan na situ 63 μm); d) Al_2O_3 PSG100 (prosijan na situ 100 μm); e) CaCO_3	50
Slika 3.8	DTA/TGA krivulje toplinske razgradnje CaCO_3 praha.....	52
Slika 3.9	Box-Behnken plan pokusa s pripadajućim kombinacijama parametara [117] ..	53
Slika 3.10	Postupak hladnog izostatskog prešanja [118]	57
Slika 3.11	Priprema kalupa za hladno izostatsko prešanje: a) vakuum komora; b) vakuumiranje kalupa; c) hermetičko zatvaranje kalupa	58
Slika 3.12	Hladno izostatsko prešanje: a) hidraulična preša; b) komora za hladno izostatsko prešanje	58
Slika 3.13	Kalup ispunjen mješavinom prahova: a) prije CIP prešanja; b) nakon prešanja; c) zeleni otpresak	59
Slika 3.14	Kompaktirani prekursor aluminijske pjene	59
Slika 3.15	Uređaj za ispitivanje ekspanzije: a) vanjski dio; b) komora za zagrijavanje	62
Slika 3.16	Uzorci za ispitivanje ekspanzije.....	63
Slika 3.17	Kalup za izradu aluminijskih pjena: a) izgled kalupa; b) dimenzije kalupa; c) položaj prekursora u kalupnoj šupljini.....	63
Slika 3.18	Upjenjivanje prekursora: a) zatvoreni kalup; b) kalup u komori peći; c) kalup s upjenjenim uzorkom	64
Slika 3.19	Uzorak aluminijske pjene	65
Slika 3.20	Princip rada CT skenera [119]	66
Slika 3.21	Uređaj za računalnu tomografiju s uvećanim prikazom položaja uzorka.....	67

Slika 3.22	Tijek tlačnog ispitivanja pri deformacijama od približno: a) 0 %; b) 10 %; c) 15 %; d) 20 %; e) 30 %; f) 40 %.....	70
Slika 3.23	Princip mjerenja tvrdoće Vickersovom metodom [121].....	73
Slika 3.24	Uređaj za ispitivanje tvrdoće Vickersovom metodom.....	74
Slika 4.1	Dijagram ekspanzije prekursora s 1 mas.% CaCO_3 pri brzini zagrijavanja od: a) 1 °C/s; b) 2 °C/s	77
Slika 4.2	Dijagram ekspanzije prekursora s 2 mas.% CaCO_3 pri brzini zagrijavanja od: a) 1 °C/s; b) 2 °C/s	78
Slika 4.3	Dijagram ekspanzije prekursora s 3 mas.% CaCO_3 pri brzini zagrijavanja od: a) 1 °C/s; b) 2 °C/s	79
Slika 4.4	Utjecaj udjela CaCO_3 i Al_2O_3 na maksimalni stupanj ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja od 1 °C/s za različite promjere Al_2O_3 čestica: a) 5 µm; b) 25 µm; c) 45 µm	83
Slika 4.5	Utjecaj udjela CaCO_3 i Al_2O_3 na maksimalni stupanj ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja od 2 °C/s za različite promjere Al_2O_3 čestica: a) 5 µm; b) 25 µm; c) 45 µm	86
Slika 4.6	Rekonstruirani model uzorka iz skupine 2-2-25: a) trodimenzionalni prikaz; b) uzdužni presjek uzorka	88
Slika 4.7	Rekonstruirani modeli uzoraka s različitim stupnjevima spajanja prekursora: a) uzorak 2-1-5; b) uzorak 3-0-0 s vidljivim granicama prekursora	88
Slika 4.8	Raspodjela volumena ćelija na središnjim presjecima uzorka iz skupine 2-2-25 u ravninama: a) XY; b) XZ; c) YZ	89
Slika 4.9	Analiza geometrijskog oblika ćelija uzorka skupine 1-2-5: a) ovisnost sferičnosti i ekvivalentnog promjera; b) ovisnost kompaktnosti i volumena ćelija	92
Slika 4.10	Usporedba sferičnosti i kompaktnosti ćelija uzoraka s 1 mas.% CaCO_3	93
Slika 4.11	Analiza poroznosti uzorka iz skupine 3-2-5 u ravninama: a) XY; b) XZ; c) YZ	94
Slika 4.12	Dijagram naprezanje – deformacija za uzorak skupine 2-3-5 s označenim naprezanjem i deformacijom na kraju platoa te intervalom deformacije između 20 % i 40 %.....	96
Slika 4.13	Dijagrami naprezanje – deformacija za uzorke s: a) 1 mas.% CaCO_3 ; b) 2 mas.% CaCO_3 ; c) 3 mas.% CaCO_3	99
Slika 4.14	Dijagrami naprezanje – deformacija za uzorke s: a) 1 mas.% Al_2O_3 ; b) 2 mas.% Al_2O_3 ; c) 3 mas.% Al_2O_3	100

Slika 4.15	Dijagrami naprezanje – deformacija za uzorke s različitim promjerima Al_2O_3 čestica: a) 5 μm ; b) 25 μm ; c) 45 μm	102
Slika 4.16	Utjecaj udjela CaCO_3 i Al_2O_3 na naprezanje na kraju platoa za različite promjere Al_2O_3 čestica: a) 5 μm ; b) 25 μm ; c) 45 μm	104
Slika 4.17	Utjecaj udjela i promjera Al_2O_3 čestica na naprezanje na kraju platoa za različite masene udjele CaCO_3 : a) 1 %; b) 2 %; c) 3 %.....	105
Slika 4.18	Utjecaj udjela CaCO_3 i promjera Al_2O_3 čestica na naprezanje na kraju platoa za različite masene udjele Al_2O_3 : a) 1 %; b) 2 %; c) 3 %	105
Slika 4.19	Dijagram naprezanje – deformacija za uzorak iz skupine 2-3-5 s označenom količinom apsorbirane energije.....	107
Slika 4.20	Dijagrami naprezanje – apsorbirana energija za uzorke s masenim udjelom Al_2O_3 : a) 1 %; b) 2 %; c) 3 %	110
Slika 4.21	Utjecaj udjela CaCO_3 i Al_2O_3 na učinkovitost apsorpcije energije za različite promjere Al_2O_3 čestica: a) 5 μm ; b) 25 μm ; c) 45 μm	112
Slika 4.22	Dijagram naprezanje – deformacija in-situ CT tlačnog ispitivanja	113
Slika 4.23	Uzdužni presjeci rekonstruiranih 3D modela u trenutku uspostavljanja kontakta s tlačnom pločom: a) 2-0-0; b) 2-2-25	114
Slika 4.24	DVC analiza uzorka 2-0-0 za karakteristične pomake traverze tijekom tlačnog ispitivanja.....	115
Slika 4.25	DVC analiza uzorka 2-2-25 za karakteristične pomake traverze tijekom tlačnog ispitivanja.....	116

POPIS TABLICA

Tablica 3.1	Izmjerene dimenzije kristala i parametri rešetki	48
Tablica 3.2	Izmjereni promjeri čestica prahova	49
Tablica 3.3	Vrijednosti analiziranih parametara za izradu aluminijskih prekursora	54
Tablica 3.4	Box-Behnkenov plan pokusa	54
Tablica 3.5	Izmjerene, teorijske i relativne gustoće prekursora.....	61
Tablica 3.6	Uzorci korišteni za CT skeniranje	68
Tablica 3.7	Poroznosti uzoraka za kvazi-statička tlačna ispitivanja	69
Tablica 4.1	Izmjerene vrijednosti tvrdoće prekursora.....	75
Tablica 4.2	Maksimalni stupanj ekspanzije prekursora i temperatura maksimalne ekspanzije pri brzinama zagrijavanja od 1 °C/s i 2 °C/s	80
Tablica 4.3	Analiza varijance maksimalne ekspanzije za brzinu zagrijavanja od 1 °C/s	82
Tablica 4.4	Analiza varijance maksimalne ekspanzije za brzinu zagrijavanja od 2 °C/s	85
Tablica 4.5	Analiza broja i volumena ćelija.....	90
Tablica 4.6	Analiza oblika ćelija.....	91
Tablica 4.7	Usporedba izmjerene poroznosti i poroznosti određene analizom rekonstruiranih modela	94
Tablica 4.8	Vrijednosti tlačnih svojstava	96
Tablica 4.9	Analiza varijance naprezanja na kraju platoa.....	103
Tablica 4.10	Količina apsorbirane energije i učinkovitost apsorpcije	108
Tablica 4.11	Analiza varijance učinkovitosti apsorpcije energije.....	110

POPIS OZNAKA

LATINIČNE OZNAKE

OZNAKA	MJERNA JEDINICA	OPIS OZNAKE
a	nm	parametar kristalne rešetke
A	mm ²	površina poprečnog presjeka ispitnog tijela
$A_{\text{ćelija}}$	mm ²	površina ćelije
a_f	mm	razmak između točaka opterećenja
a_i	s ⁻¹	brzina deformacije u trenutku udara
A_{sfera}	mm ²	površina kugle
b	mm	širina uzorka
c	nm	parametar kristalne rešetke
C_0	—	broj ponavljanja centralne točke u planu pokusa
d	nm	razmak između kristalnih ravnina
D	nm	dimenzija kristala
D_0	mm	početni promjer cilindričnog ispitnog tijela
d_1	mm	duljina prve dijagonale otiska indentora
d_2	mm	duljina druge dijagonale otiska indentora
d_{50}	μm	promjer od kojeg je 50 % čestica prahova manje
d_{90}	μm	promjer od kojeg je 90 % čestica prahova manje
d_a	mm	prosječni promjer ćelija
d_{eq}	mm	ekvivalentni promjer ćelije
d_{sr}	mm	srednja vrijednost duljina dijagonala otiska indentora
Exp_{max1}	%	maksimalna ekspanzija prekursora pri brzini zagrijavanja od 1 °C/s
Exp_{max2}	%	maksimalna ekspanzija prekursora pri brzini zagrijavanja od 2 °C/s
F	N	sila
F_{max}	N	najveća sila

OZNAKA	MJERNA JEDINICA	OPIS OZNAKE
g	m/s^2	gravitacijsko ubrzanje
h	mm	debljina uzorka
H_0	mm	početna visina ispitnog tijela
h_i	mm	visina na kojoj se nalazi uteg
HV	—	tvrdoća po Vickersu
k	—	broj promatranih parametara u planu pokusa
K	—	Scherrerova konstanta
L	mm	razmak između oslonaca
m	kg	masa utega
m_p	g	masa pjene
n	—	red difrakcije
N	—	potreban broj kombinacija parametara prema planu pokusa
p	%	stupanj poroznosti
R^2	—	koeficijent determinacije
V_0	m/s	brzina ispitivanja u trenutku udara
$V_{\text{ćelija}}$	mm^3	volumen ćelije
V_p	cm^3	volumen pjene
V_{sfera}	mm^3	volumen sfere
w	%	maseni udio
W	MJ/m^3	količina apsorbirane energije
W_0	mm	početna debljina ispitnog tijela
W_e	%	učinkovitost apsorpcije energije

GRČKE OZNAKE

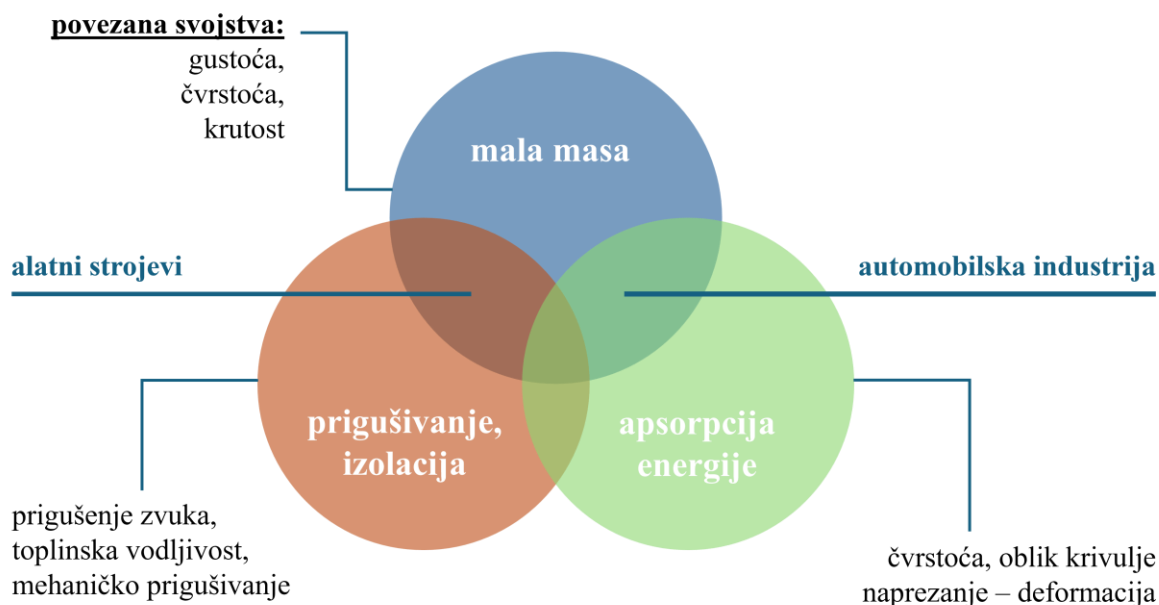
OZNAKA	MJERNA JEDINICA	OPIS OZNAKE
α	°	kut između stranica indentora
β	rad	širina difrakcijskog vrha
ϵ_{ple}	%	deformacija na kraju platoa
θ	°	kut između upadnih zraka i ravnine kristala
λ	nm	valna duljina rendgenskih zraka
ρ	g/cm ³	gustoća
ρ_m	g/cm ³	gustoća osnovnog materijala
ρ_p	g/cm ³	gustoća pjene
$\rho_{prek.izm}$	g/cm ³	izmjerena gustoća prekursora
$\rho_{prek.rel}$	%	relativna gustoća prekursora
$\rho_{prek.teor}$	g/cm ³	teorijska gustoća prekursora
ρ_{rel}	—	relativna gustoća pjene
σ_{130}	MPa	naprezanje na kraju platoa
σ_f	MPa	svojno naprezanje
σ_{pl}	MPa	naprezanje platoa

POPIS KRATICA

KRATICA	ZNAČENJE KRATICE
ANOVA	analiza varijance (engl. <i>analysis of variance</i>)
ASTM	Američko društvo za ispitivanje i materijale (engl. <i>American Society for Testing and Materials</i>)
BBD	Box-Behnkenov plan pokusa (engl. <i>Box-Behnken design</i>)
CIP	hladno izostatsko prešanje (engl. <i>cold isostatic pressing</i>)
CT	računalna tomografija (engl. <i>computed tomography</i>)
DIC	korelacija digitalnih slika (engl. <i>digital image correlation</i>)
DTA	diferencijalna toplinska analiza (engl. <i>differential thermal analysis</i>)
DVC	korelacija digitalnih volumena (engl. <i>digital volume correlation</i>)
EDM	elektroerozijska obrada žicom (engl. <i>electric discharge machining</i>)
EDS	energijska disperzijska spektroskopija (engl. <i>energy dispersive spectroscopy</i>)
FKIT	Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije
FSB	Fakultet strojarstva i brodogradnje
IMMM	Institut za materijale i tehnologiju strojeva (engl. <i>Institute of Materials and Machine Mechanics</i>)
ISO	Međunarodna organizacija za standardizaciju (engl. <i>International Organization for Standardization</i>)
ITAM	Institut za teorijsku i primijenjenu mehaniku (engl. <i>Institute of Theoretical and Applied Mechanics</i>)
IWU	Institut za alatne strojeve i tehnologiju oblikovanja (engl. <i>Institute for Machine Tools and Forming Technology</i>)
LDA	analiza laserskom difrakcijom (engl. <i>laser diffraction analysis</i>)
PCM	fazno promjenjivi materijal (engl. <i>phase change material</i>)
RSM	metoda odzivnih površina (engl. <i>response surface methodology</i>)
SEM	skenirajuća elektronska mikroskopija (engl. <i>scanning electron microscopy</i>)
SHPB	razdvojene Hopkinsonove tlačne šipke (engl. <i>Split Hopkinson Pressure Bar</i>)
TGA	Termogravimetrijska analiza (engl. <i>thermogravimetric analysis</i>)
XRD	rendgenska difrakcija (engl. <i>x-ray diffraction</i>)
ZE _v RA	Projekt „Električna vozila s nultom emisijom omogućena usklađenom kružnom ekonomijom“ (engl. <i>Zero Emission electric Vehicles enabled by haRmonised circulaRity</i>)

1. UVOD

Ćelijasti materijali, među koje se ubrajaju i aluminijske pjene, predstavljaju porozne materijale koji se sastoje od čvrste metalne matrice unutar koje je raspoređen velik broj otvorenih ili zatvorenih šupljina (ćelija). Zahvaljujući takvoj poroznoj strukturi odlikuju se malom gustoćom i visokim omjerom čvrstoće i mase. Takva građa omogućuje postizanje povoljnih mehaničkih svojstava uz minimalnu masu. Uz to, ćelijasti materijali posjeduju i druga jedinstvena fizikalna svojstva koja proizlaze iz njihove strukture, kao što su dobra sposobnost apsorpcije energije, učinkovito prigušenje vibracija i buke te dobra toplinska svojstva. Zbog toga se sve češće istražuju i primjenjuju kao višefunkcionalni materijali koji mogu istodobno služiti za konstrukcijske i funkcionalne primjene [1,2]. Prikaz osnovnih svojstava metalnih pjena te potencijalnih područja primjene dan je na slici 1.1.



Slika 1.1 Dominantna svojstva metalnih pjena [3]

Struktura metalnih pjena može sadržavati otvorene ili zatvorene ćelije, pri čemu oblik ćelija značajno utječe na njihovo ponašanje u eksploataciji. Kod obje vrste pjena, neovisno sadrže li otvorene ili zatvorene ćelije, osnovna prednost je izrazito mala gustoća, određena stupnjem poroznosti i vrstom materijala. Poroznost metalnih pjena najčešće prelazi 70 %, no može biti i veća od 90 %. Zahvaljujući tome, ali naravno i samom materijalu matrice, metalne pjene mogu imati gustoću nižu od 1 g/cm^3 , što im među ostalim omogućuje sposobnost plutanja na vodi.

Pjene s otvorenim ćelijama sadrže međusobno povezane pore kroz koje tekućina može nesmetano strujiti, pa su pogodne za zadaću filtriranja, kao i funkciju izmjene topline. Takve pjene imaju mogućnost učinkovitog odvođenja topline, a istodobno pokazuju visoku sposobnost apsorpcije zvuka i prigušenja vibracija. Zahvaljujući tome, uspješno se primjenjuju u izmjenjivačima topline, pročišćivačima i prigušivačima. Nasuprot njima, pjene sa zatvorenim ćelijama imaju međusobno izolirane pore, što im daje bolja izolacijska i konstrukcijska svojstva. Odlikuju se većom krutošću, otpornošću na tlačna opterećenja i dobrom sposobnošću apsorpcije energije, čime nalaze primjenu kao jezgre sendvič konstrukcija i zaštitni dijelovi koji štite od udara u automobilske, željezničke i zrakoplovne industrije.

Metalne pjene najčešće se izrađuju od aluminija i njegovih legura zbog niske gustoće polaznog materijala, kao i niske temperature tališta. Međutim, ovisno o postupku proizvodnje, pjene se potencijalno mogu proizvesti od praktički bilo kojeg metala ili njegove legure. Uz aluminijeve pjene, ipak se najčešće istražuju i one na bazi bakra, titanija, cinka, magnezija, nikla i njihovih legura te čelika.

Premda su intenzivnija istraživanja na području metalnih pjena započela prije tridesetak godina, još uvijek postoje određeni problemi koji ograničavaju širu industrijsku primjenu. Oni se pokušavaju riješiti daljnjim unapređenjem i razvojem proizvodnih postupaka. Najčešći izazovi uključuju:

- Nemogućnost precizne kontrole procesa upjenjivanja kod većine postupaka proizvodnje pjena sa zatvorenim ćelijama, što često rezultira neujednačenom unutarnjom strukturom s nepravilnim rasporedom ćelija različitih dimenzija,
- Kod pjena s neujednačenom strukturom mogu se pojaviti lokalno oslabljena područja koja degradiraju mehaničku nosivost,
- Otežana proizvodnja dijelova složenije geometrije kod nekih postupaka izrade, osobito ako se želi postići jednolika distribucija ćelija unutar cijelog volumena dijela,
- Relativno složen proces proizvodnje koji zahtijeva specijaliziranu opremu, što utječe i na konačnu cijenu proizvoda.

1.1. Pregled dosadašnjih istraživanja

Iako su metalne pjene kao materijal poznate već nekoliko desetljeća, intenzivniji razvoj postupaka proizvodnje, kao i karakterizacije njihovih mehaničkih i fizikalnih svojstava, započinje tijekom devedesetih godina prošlog stoljeća, a osobito početkom ovog tisućljeća. Značajan doprinos razvoju dali su istraživači Ashby i Banhart koji su u svojim radovima opisali najvažnije proizvodne tehnike, kao i metode karakterizacije te primjene ćelijastih materijala uključujući i njihova mehanička, toplinska ili druga svojstva [1,2]. Razvoj metalnih pjena u Hrvatskoj započinje početkom dvijetisućitih godina potaknut istraživanjima znanstvenika Tomislava Filetina koji je zajedno sa suradnicima s Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu, objavio priručnik „Metalne pjene – proizvodnja, svojstva i primjena“, u kojem sažima dotadašnja znanja o dostupnim tehnologijama izrade, metodama ispitivanja te mogućnostima komercijalne primjene [4].

Primjenom metode upjenjivanja kompaktiranih prekursora, koja je jedna od najraširenijih u proizvodnji aluminijskih pjena sa zatvorenim ćelijama, kao sredstvo za upjenjivanje najčešće se koristi titanijev hidrid (TiH_2) [5]. U osnovi ovaj postupak sadrži prešanje metalnog praha i sredstva za upjenjivanje, kojim se dobiva poluproizvod poznat kao prekursor. Potom se on upjenjuje zagrijavanjem, pri čemu dolazi do toplinskog raspada TiH_2 koji se događa na temperaturi iznad $450\text{ }^\circ\text{C}$ [6–8], čime nastaje titanij u krutom stanju i plinoviti vodik, prema jednadžbi 1.1 [9]:



Oslobođeni vodik formira mjehuriće plina u aluminijskoj matrici koja je u polu-rastaljenom stanju. Kako je temperatura početka rastvaranja TiH_2 znatno ispod temperature tališta aluminijske matricije, vodik se oslobađa u trenutku kada je metalna matrica još uvijek relativno čvrsta te je plin izložen velikom pritisku što otežava stvaranje ćelija. Dodatni problem je i relativno dug temperaturno-vremenski interval između početka formiranja ćelija i završetka procesa upjenjivanja. Tijekom tog razdoblja ćelije kontinuirano rastu i međusobno se spajaju, čime nastaju veće pore uz gubitak nosive strukture stijenki ćelija, što rezultira neujednačenim dimenzijama ćelija i pojavom mehanički oslabljenih mjesta unutar pjene.

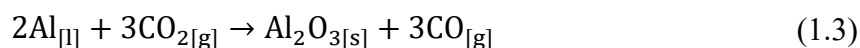
Radi boljeg usklađivanja kinetike oslobađanja plina i početka taljenja metalne matrice, danas su razvijene različite modifikacije tehnoloških postupaka koji koriste prah kao sredstvo za upjenjivanje, neovisno je li riječ o direktnom upjenjivanju rastaljenog metala ili o proizvodnji

pjena metalurgijom praha. Te modifikacije uključuju toplinsku obradu TiH_2 praha čime se formira oksidni sloj na njegovoj površini [10,11] ili prevlačenje čestica praha nekim od zaštitnih slojeva na bazi nikal-fosfora (Ni-P), aluminijska oksida (Al_2O_3) ili silicijska oksida (SiO_2) [12,13]. Tako formirani slojevi djeluju kao toplinska barijera koja odgađa oslobađanje vodika iz TiH_2 praha, zbog čega se formiranje čelija pomiče u područje viših temperatura. Budući da su ovi slojevi vrlo tanki, nije moguće ostvariti značajnije povećanje temperature početka rastvaranja ovog pjenila. Zbog toga postupci proizvodnje pjena upjenjivanjem prekursora uključuju i njegovo kontrolirano predgrijavanje na temperaturama nešto nižim od početka rastvaranja TiH_2 [14,15]. Iako takvi postupci odgađaju temperaturu početka oslobađanja plina iz sredstva za upjenjivanje, oni predstavljaju dodatan korak u proizvodnom procesu te rezultiraju i većim troškovima.

Kako bi se prevladali nedostaci TiH_2 sredstva za upjenjivanje, a to su prvenstveno visoka cijena i relativno niska temperatura rastvaranja, često se koriste i alternativna sredstva na bazi karbonata, primarno kalcijev karbonat (CaCO_3) [16–19]. On započinje toplinsku reakciju razgradnje iznad $650\text{ }^\circ\text{C}$ [8,20], rastvarajući se na kalcijev oksid (CaO) u krutom stanju i ugljikov dioksid (CO_2) u plinovitom obliku, što traje sve do temperature od približno $900\text{ }^\circ\text{C}$, jednačina 1.2 [8,21]:



Uz to, daljnjim kemijskim reakcijama između oslobođenog CO_2 i aluminijske matrice dolazi do formiranja aluminijska oksida (Al_2O_3), aluminijska karbida (Al_4C_3) te eventualno i drugih intermetalnih ili oksidnih spojeva, ovisno o kemijskom sastavu osnovnog metala, sukladno jednačinama 1.3 i 1.4 [22]:



Ovi spojevi formiraju se na unutarnjim površinama stijenki čelija, što pomaže stabilizaciji pjene i sprečava urušavanje čelija nakon završetka upjenjivanja [23,24]. Zbog više temperature rastvaranja u odnosu na TiH_2 , CaCO_3 oslobađa pri temperaturama od $700\text{ }^\circ\text{C}$ do $750\text{ }^\circ\text{C}$ tek dio ukupne količine plinovite faze (CO_2) sadržane u ovom agensu. Stoga je za postizanje željene razine poroznosti nužna nešto veća količina CaCO_3 u usporedbi s pjenilom na bazi TiH_2 . Budući

da se na tim temperaturama plin tek počinje oslobađati iz sredstva, formirane ćelije u pravilu su manje u odnosu na one dobivene pomoću TiH_2 jer izostaje prekomjeren rast i okrupnjavanje ćelija njihovim spajanjem.

Za proizvodnju pjena s minimalnim gradijentima gustoće po visini uzoraka, ali i kako bi se spriječilo taloženje rastaljenog aluminijskog aluminija na dnu kalupa uslijed djelovanja gravitacije, upjenjivanje mora biti relativno brzo uz što kraći vremenski period u kojem se ostvaruje niska poroznost. Iako oslobađanje CO_2 iz CaCO_3 započinje tek oko 650°C , iznad 700°C dolazi do oslobađanja veće količine plina. Uz to, stvara se i zaštitni stabilizirajući sloj Al_2O_3 koji sprečava spajanje ili urušavanje ćelija [25].

Premda aluminijske pjene u pravilu imaju povoljna mehanička svojstva s obzirom na njihovu nisku gustoću, kontinuirano se provode istraživanja na daljnjem povećanju specifične čvrstoće. To se ostvaruje odabirom aluminijskih legura visoke čvrstoće ili provedbom toplinskih obrada poput precipitacijskog očvršćuća [26–28]. Međutim, iako se dozrijevanjem poboljšavaju mehanička svojstva, potrebno je voditi računa o brzini hlađenja tijekom homogenizacijskog žarenja zbog pojave toplinskih naprezanja koja mogu uzrokovati pukotine u stijenkama ćelija i time oslabiti mehaničku nosivost [26]. Problem precipitacijske obrade aluminijskih pjena sa zatvorenim ćelijama je i njihova niska toplinska vodljivost, koja zahtjeva dulje vrijeme progrijavanja, ali i nejednolika brzina ohlađivanja po poprečnom presjeku, osobito kod dijelova većih dimenzija. Mehanička svojstva aluminijskih pjena mogu se dodatno poboljšati i smanjenjem promjera ćelija. Manje ćelije rezultiraju većim brojem i duljinom stijenki po jedinici volumena, čime se povećava efektivna nosiva površina koja sudjeluje u preuzimanju opterećenja [5,29,30].

U posljednje vrijeme sve više pažnje pridaje se istraživanjima kompozitnih aluminijskih pjena ojačanih keramičkim česticama ili legirnim elementima koji promiču formiranje intermetalnih faza, te pjena ojačanih ugljičnim nanocijevčicama [31]. Od keramičkih ojačala, najviše se istražuju utjecaji dodatka aluminijskog oksida (Al_2O_3) [19,32–34], silicijskog karbida (SiC) [35–38], borovog karbida (B_4C) [21,39,40] i titanijevog diborida (TiB_2) [38,41,42], te u manjoj mjeri itrijskog oksida (Y_2O_3) [43], aluminijskog nitrida (AlN) [44] ili nekih drugih spojeva. Ove čestice osim što poboljšavaju mehanička svojstva, stabiliziraju upjenjenu strukturu, pogotovo kod postupka upjenjivanja rastaljenog aluminijskog aluminija. Keramičke čestice imaju tendenciju nakupljanja na granici rastaljenog metala i plina gdje formiraju stabilizirajući sloj koji sprečava urušavanje stijenki ćelija i njihovo spajanje. Također, prisutnost keramičkih čestica smanjuje prekomjeren

rast ćelija i taloženje rastaljenog metala, što dodatno poboljšava kvalitetu pjene [45,46]. Međutim, kako bi se postigla učinkovita stabilizacija pjene tijekom upjenjivanja rastaljenog aluminija, potrebna je relativno velika količina čestica, masenog udjela iznad 10 %. Tako velik sadržaj može negativno utjecati na duktilnost i žilavost materijala zbog krhkosti keramika, a čestice mogu djelovati i kao inicijacijska mjesta nastanka pukotina. S ciljem smanjenja udjela keramičkih čestica nužnog za stabilizaciju pjene, zadržavanja duktilnosti i žilavosti upjenjenog metala, danas se prednost daje vrlo malim česticama velike specifične površine [46].

U proizvodnji aluminijskih pjena postupkom metalurgije praha, keramičke čestice mogu se dodati prilikom miješanja prahova aluminija i sredstva za upjenjivanje. Miješanjem se ostvaruje jednolika raspodjela čestica keramike i sredstva za upjenjivanje unutar metalne matrice. Potom se smjesa prahova preša u prekursor uz što manju unutarnju poroznost. Tijekom upjenjivanja, prekursor prelazi u omekšano i polu-rastaljeno stanje, a keramičke čestice ovdje nemaju primarnu ulogu stabilizacije pjene već prvenstveno djeluju kao ojačalo, zadržavajući izvorni položaj unutar kompaktiranog dijela, te njihov sadržaj može biti manji nego u postupku upjenjivanja rastaljenog aluminija. Dodatno, prisutnost keramičkih čestica može utjecati i na kinetiku upjenjivanja, povećavajući maksimalni stupanj ekspanzije pjene [47–49].

Iako su do sada provedena brojna istraživanja na području aluminijskih pjena upjenjenih iz kompaktiranih prekursora proizvedenih metalurgijom praha, još uvijek postoji niz otvorenih pitanja koja djelomično ograničavaju širu industrijsku primjenu ovako upjenjenih metala. Većina dosadašnjih istraživanja usmjerena je na TiH_2 kao sredstvo za upjenjivanje, a u slučaju keramičkih ojačala, najčešće se radi o SiC česticama. Istraživanja na području kompozitnih aluminijskih pjena s dodatkom Al_2O_3 čestica, različitih promjera i udjela znatno su rjeđa, a posebno su nedostatna ona s CaCO_3 kao sredstvom za upjenjivanje. Korištenje CaCO_3 donosi nekoliko značajnih prednosti u odnosu na hidridna sredstva: temperatura toplinske razgradnje bliska je talištu aluminija, a uz to gustoće CaCO_3 praha i aluminija su podjednake, što olakšava postizanje homogene smjese prilikom miješanja. Također, CaCO_3 prah znatno je jeftiniji od TiH_2 , smanjujući konačnu cijenu proizvoda, što posebice dolazi do izražaja kod velikoserijske proizvodnje.

Većina radova koji se bave utjecajem keramičkih ojačala prvenstveno je fokusirana na različite udjele čestica, dok je utjecaj njihovog promjera vrlo malo razmatran. Također, mnogi radovi na ovu temu ne uzimaju u obzir utjecaj gustoće i poroznosti pjene prilikom usporedbe mehaničkih svojstava. Budući da svojstva poput tlačne čvrstoće i sposobnosti apsorpcije energije značajno

ovise o gustoći, usporedba metalnih pjena različitih gustoća može dovesti do pogrešnih ili nepotpunih zaključaka. Pjene veće gustoće u pravilu pokazuju bolja mehanička svojstva zbog većeg volumnog udjela nosivih stijenki, pa čvrstoća ne mora nužno biti posljedica prisutnosti ojačala ili nekih drugih čimbenika. Zbog toga je za objektivnu procjenu potrebno uspoređivati metalne pjene podjednake gustoće. Naravno, ovdje treba voditi računa da je proizvodnja aluminijskih pjena istovjetnih ili sličnih gustoća upjenjivanjem prekursora vrlo teško ostvariva. Stoga se u ovom istraživanju posebna pažnja posvećuje analizi i usporedbi uzoraka različitog kemijskog sastava, ali gotovo istovjetne gustoće, kako bi se omogućila vjerodostojna evaluacija mehaničkih svojstava.

Nadalje, dosadašnje studije su pokazale nedostatak sustavnih istraživanja na području upjenjivanja prekursora primjenom specijalnog eksperimentalnog uređaja poznatog kao ekspandometar [48,50–53]. Pretraživanjem literaturnih izvora, posebice kada je riječ o kompozitnim pjenama ojačanim Al_2O_3 česticama i upjenjenih sa CaCO_3 , rezultati ovakvih istraživanja sve do danas nisu dostupni. Stoga je ovaj rad jednim dijelom usmjeren upravo na kinetiku upjenjivanja prekursora kroz višestruka eksperimentalna ispitivanja stupnja ekspanzije.

1.2. Cilj i hipoteza istraživanja

Cilj istraživanja je razvoj aluminijskih pjena ujednačene građe i povišene mehaničke otpornosti, proizvedenih postupkom metalurgije praha, upjenjenih kalcijevim karbonatom i ojačanih česticama aluminijske oksida.

Pretpostavljena je sljedeća hipoteza istraživanja: Upjenjivanjem prekursora aluminija proizvedenog metalurgijom praha koji sadrži kalcijev karbonat i ojačanje česticama aluminijske oksida moguće je proizvesti stabilne aluminijske pjene boljih mehaničkih svojstava u odnosu na neojačane konvencionalno upjenjene aluminijske pjene.

1.3. Plan istraživanja, metodologija rada i znanstveni doprinos

U ovom istraživanju cilj je proučiti mogućnost izrade aluminijskih pjena ojačanih česticama Al_2O_3 , pri čemu će se kao sredstvo za upjenjivanje koristiti CaCO_3 . Primjenom postupka metalurgije praha proizvest će se prekursori različitih kemijskih sastava variranjem udjela Al_2O_3 i CaCO_3 , kao i promjera Al_2O_3 čestica, te će se upjenjivanjem prekursora proizvesti aluminijske pjene. U svrhu potvrđivanja postavljene hipoteze i ostvarivanja planiranih ciljeva, istraživanje će se odvijati kroz sljedeće korake:

- 1. Izbor i analiza polaznih prahova** – Odabir prahova Al, Al_2O_3 te CaCO_3 . U svrhu karakterizacije odabranih prahova, analizirat će se njihova morfologija pomoću skenirajuće elektronske mikroskopije (engl. *scanning electron microscopy*, SEM), odrediti fazni i kemijski sastav. Fazni sastav odredit će se rendgenskom difrakcijom (engl. *x-ray diffraction*, XRD), dok će se kemijski sastav ispitati energijskom disperzijskom spektroskopijom (engl. *energy dispersive spectroscopy*, EDS) na SEM mikroskopu. Navedenim prahovima izmjerit će se promjer zrna primjenom metode laserske difrakcije (engl. *laser diffraction analysis*, LDA). Termogravimetrijskom analizom (engl. *thermogravimetric analysis*, TGA) i diferencijalnom toplinskom analizom (engl. *differential thermal analysis*, DTA) CaCO_3 praha utvrdit će se temperature početka i završetka rastvaranja na krutu i plinovitu fazu, tj. na CaO i CO_2 .
- 2. Izrada prekursora aluminijskih pjena** – Statističkim planom pokusa definirat će se različite kombinacije masenih udjela prahova aluminijskih, sredstva za upjenjivanje i keramičkih ojačala, kao i promjer keramičkih čestica. Na preciznoj laboratorijskoj vagi izmjerit će se potrebne mase prahova Al, Al_2O_3 i CaCO_3 . Prahovi će se potom podvrgnuti miješanju do postizanja homogene smjese. Tako dobivene mješavine prahova prešat će se u prekursore postupkom hladnog izostatskog prešanja (engl. *cold isostatic pressing*, CIP), te potom ekstrudirati pri povišenim temperaturama da bi se ostvarila njihova što veća zbijenost uz naknadno mjerenje gustoće i stupnja poroznosti kompaktiranih prekursora.
- 3. Ispitivanje ekspanzije prekursora** – Dobiveni prekursori podvrgnut će se ispitivanju u ekspanzometru i utvrditi sposobnost njihove ekspanzije (upjenjivanja), odnosno stupanj jednosmjernog širenja tijekom zagrijavanja u komori. Kod ove analize pratit će se parametri vremena, temperature i ostvarene ekspanzije s ciljem određivanja maksimalnog širenja prije započinjanja urušavanja pjenaste strukture. Također, iz dobivenog dijagrama odredit će se temperatura pri kojoj nastupa najveća ekspanzija.

Ispitivanje ekspanzije prekursora različitih kemijskih sastava provest će se uz sporije i brže zagrijavanje.

4. **Izrada aluminijevih pjena** – U ovu svrhu pristupit će se izradi kalupa za upjenjivanje, oblika i dimenzija prilagođenih epruvetama za mehanička ispitivanja. Nakon toga se kalup ispunjava točno određenom količinom prekursora te se zatvara kako bi pjena poprimila konačan oblik i da se spriječi istjecanje taline iz kalupa. Zatvoreni kalup potom se stavlja u prethodno zagrijanu peć i kada se prekursor potpuno upjeni, kalup se vadi iz peći, ohlađuje na sobnu temperaturu, te otvara s ciljem uzimanja ispitnog uzorka. Takvim postupkom proizvest će se pjene različitih kemijskih sastava s obzirom na udjele Al, Al_2O_3 i CaCO_3 , kao i promjer čestica Al_2O_3 ojačala. Kako bi se istražio i kvantificirao utjecaj čestičnog ojačanja na mehanička svojstva aluminijevih pjena, izraditi će se i uzorci koji neće sadržavati keramičke čestice.
5. **Karakterizacija strukture aluminijevih pjena pomoću računalne tomografije (engl. *computed tomography*, CT)** – CT skeniranje je opće prihvaćena nerazorna ispitna metoda koja rezultira uvidom u unutarnju građu čvrstog tijela. Trodimenzionalnim skeniranjem ispitnih uzoraka pomoću rendgenskih zraka dobit će se trodimenzionalni model pjene koji pruža relevantan prikaz unutarnje strukture upjenjenog aluminijskog materijala, što je nužno pri određivanju raspodjele oblika, položaja i promjera ćelija. Primjenom odgovarajućeg računalnog programa analizirat će se čitavi volumen skeniranih modela i time dobiti informacije o lokalnoj poroznosti te o obliku i promjeru ćelija.
6. **Ispitivanje mehaničkih svojstava** – Ova ispitivanja provesti će se na ispitnim uzorcima aluminijevih pjena odgovarajućih dimenzija sukladno važećim normama i propisima koji reguliraju njihova ispitivanja. Ispitna tijela s različitim udjelima Al_2O_3 i CaCO_3 , te s različitim promjerima čestica keramičkog ojačanja podvrgnut će se standardnim ispitivanjima koja se provode u svrhu određivanja mehaničkih svojstava metalnih pjena, kao što su statičko tlačno ispitivanje te ispitivanje tvrdoće stijenki ćelija. Statičkim tlačnim ispitivanjem dodatno će se odrediti kapacitet apsorpcije energije. Uz to, na odabranim ispitnim tijelima provest će se *in-situ* CT skeniranje tijekom tlačnog ispitivanja i metodom korelacije digitalnih volumena (engl. *digital volume correlation*, DVC) analizirat će se deformacijsko ponašanje ispitnih uzoraka u pojedinim stadijima tlačnog opterećivanja.
7. **Statistička analiza i evaluacija rezultata istraživanja** – Rezultati eksperimentalnih ispitivanja ojačanih i neojačanih aluminijevih pjena analizirat će se primjenom

statističkih metoda kako bi se vrednovao utjecaj sadržaja CaCO_3 i Al_2O_3 te promjera čestičnog ojačanja na mehanička svojstva i stupanj ekspanzije aluminijskih pjena. Na temelju dobivenih rezultata formulirat će se odgovarajući zaključci o utjecaju masenog udjela sredstva za upjenjivanje, udjela keramičkog ojačanja te procesnih parametara na formiranje stabilnih aluminijskih pjena s poboljšanim mehaničkim svojstvima.

Na temelju izrađenih ispitnih tijela te provedenih istraživanja utjecaja masenog udjela sredstva za upjenjivanje, masenog udjela i promjera keramičkog ojačanja na svojstva aluminijskih pjena, očekuju se sljedeći znanstveni doprinosi:

1. Metoda proizvodnje kompozitne aluminijske pjene iz prekursora proizvedenog postupkom metalurgije praha, upjenjenog kalcijevim karbonatom i ojačanog česticama aluminijskog oksida.
2. Vrednovanje utjecaja udjela kalcijeva karbonata i aluminijskog oksida te promjera zrna Al_2O_3 čestica na mehanička svojstva aluminijskih pjena.

2. METALNE PJENE

U današnje vrijeme poznati su različiti prirodni materijali ćelijaste strukture koja pruža optimalan odnos između gustoće, čvrstoće, krutosti i biološke funkcionalnosti. Na temelju tih prirodnih materijala, inženjeri su još davnih dana pokušali preslikati njihovu građu na tehničke materijale.

Prvi patent za proizvodnju metalnih pjena, pod nazivom „spužvasti metal“, podnio je Benjamin Sosnick 1948. godine („*Process for Making Foamlike Mass of Metal*“) [54]. U tom patentu, kao primjeri metala koji se mogu upjeniti navode se aluminij, krom, magnezij, zlato i željezo, a za stvaranje ćelija koriste se pare cinka, kadmija ili žive, ovisno o osnovnom metalu i njihovoj međusobnoj reaktivnosti. Takav pristup uključivao je procese koji su s današnjeg stajališta problematični zbog izrazito štetnog djelovanja na zdravlje i okoliš, što je kasnije potaknulo razvoj novih i sigurnijih postupaka proizvodnje.

S godinama su razvijene brojne druge, prihvatljivije metode proizvodnje upjenjenih metala [55,56]. Iako se od tada razvoj metalnih pjena odvija ciklički, snažniji zamah počeo je u devedesetim godinama prošlog stoljeća te osobito u ovom tisućljeću. U tom je razdoblju, s pojavom novih legura i učinkovitijih sredstava za upjenjivanje te suvremenih tehnoloških postupaka, proširen spektar dostupnih metalnih pjena i optimizirana njihova svojstva sukladno specifičnim namjenama. Do današnjeg dana razvijen je velik broj eksperimentalnih i industrijskih metoda proizvodnje metalnih pjena, no u stvarnoj primjeni zadržalo se svega nekoliko tehnološki i ekonomski najprihvatljivijih postupaka.

2.1. Postupci proizvodnje i vrste metalnih pjena

Tehnološki postupci proizvodnje metalnih pjena najčešće se razvrstavaju u nekoliko osnovnih skupina, koje se dodatno mogu podijeliti prema specifičnostima svakog procesa. U metode upjenjivanja metala iz rastaljenog stanja ubrajaju se sljedeći postupci [2,57]:

- Ubrizgavanje plina u talinu,
- Dodavanje sredstva za upjenjivanje u talinu,
- Eutektičko skrućivanje plin-metal (GASAR postupak),
- Lijevanje na materijal koji je topiv (npr. soli ili polimere),
- Replikacija polimerne pjene postupkom preciznog lijevanja.

Metode proizvodnje metalnih pjena iz krutog stanja, tj. procese temeljene na metalurgiji praha, uključuju postupke kao što su [2,57]:

- Upjenjivanje kompaktiranih prekursora proizvedenih metalurgijom praha,
- Miješanje metalnih prahova s materijalom koji je topiv (npr. solima ili polimerima),
- Zarobljavanje plina unutar dijelova proizvedenih metalurgijom praha,
- Upjenjivanje suspenzije metalnih prahova,
- Sinteriranje slobodnog praha na praoblicama,
- Aditivna proizvodnja.

Osim proizvodnje metalnih pjena iz rastaljenog i krutog stanja, mogući su i tehnološki postupci poput taloženja metalnih para ili otopine metalnih iona [57].

Svaki od navedenih procesa, kao i njima proizvedene metalne pjene, ima svoje prednosti i nedostatke s obzirom na složenost i ekonomsku isplativost, te naročito postiziva mehanička, toplinska i druga fizikalna svojstva upjenjenih metala, kao i na njihov stupanj poroznosti, koji u nekim slučajevima može iznositi i preko 90 %. Stupanj poroznosti (p) metalne pjene, izražen u postocima, definira se u ovisnosti o relativnoj gustoći (ρ_{rel}), prema jednadžbi 2.1:

$$p = (1 - \rho_{\text{rel}}) \cdot 100 \% \quad (2.1)$$

gdje je:

p – stupanj poroznosti, %;

ρ_{rel} – relativna gustoća pjene;

pri čemu je relativna gustoća pjene omjer izmjerene gustoće pjene i gustoće osnovnog materijala, jednadžba 2.2:

$$\rho_{\text{rel}} = \frac{\rho_p}{\rho_m} \quad (2.2)$$

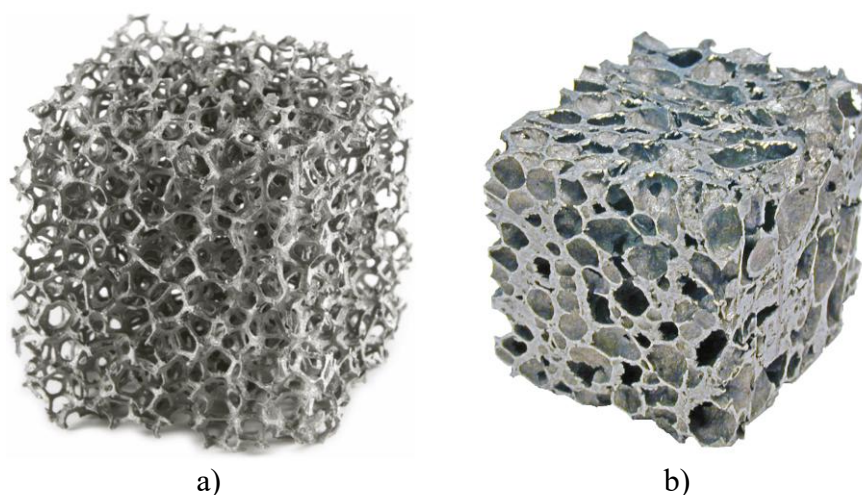
gdje je:

ρ_p – gustoća pjene, g/cm^3 ;

ρ_m – gustoća materijala metalne matrice, g/cm^3 .

U praksi se poroznost i relativna gustoća koriste kao osnovni parametri za usporedbu različitih metalnih pjena jer značajno utječu na njihova svojstva.

Ovisno o postupku proizvodnje, metalne pjene mogu imati strukturu u obliku otvorenih ili zatvorenih ćelija. Pod pojmom otvorenih ćelija podrazumijevaju se one međusobno povezane, dok zatvorene strukture sadrže ćelije omeđene metalnim stijenkama. Specifičan oblik zatvorenih ćelija može se postići npr. postupkom eutektičkog skrućivanja plin-metal, kada su ćelije jednako usmjerene te se protežu kroz cijelu pjenu. Karakteristične morfološke strukture s obzirom na povezanost ćelija prikazane su na slici 2.1.



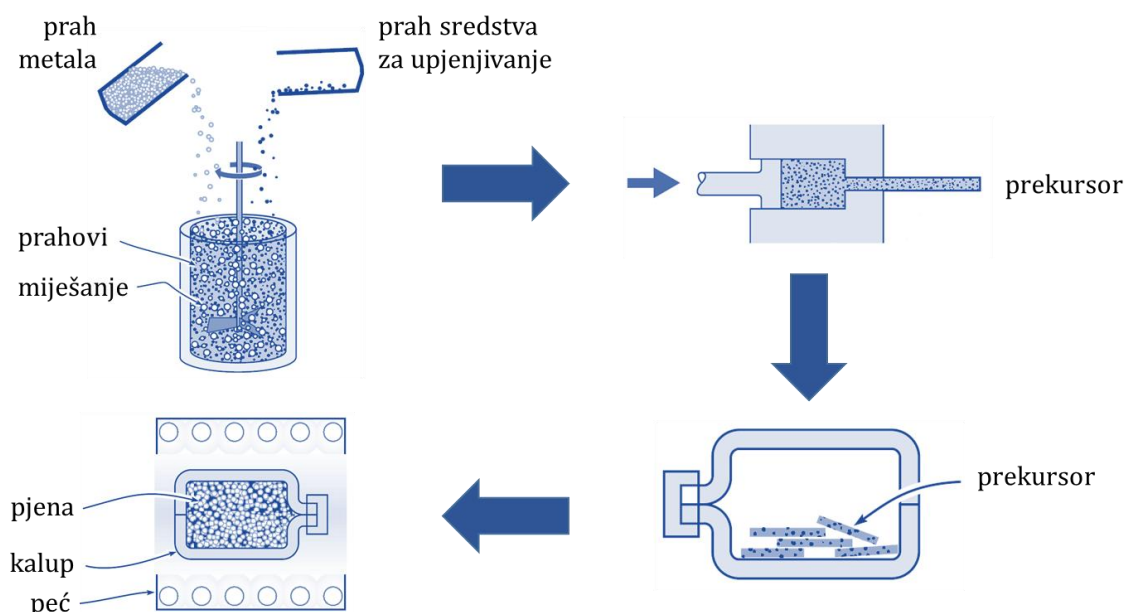
Slika 2.1 Tipične morfološke strukture metalne pjene: a) otvorene ćelije [58]; b) zatvorene ćelije [59]

2.2. Izrada metalnih pjena upjenjivanjem kompaktiranih prekursora proizvedenih metalurgijom praha

Postupak izrade metalnih pjena upjenjivanjem kompaktiranih prekursora proizvedenih metalurgijom praha sastoji se od nekoliko koraka:

- Izbor jednog ili više polaznih metalnih prahova, sredstva za upjenjivanje te eventualnih dodataka,
- Miješanje prahova,
- Kompaktiranje mješavine prahova u prekursor,
- Punjenje kalupa određenom količinom prekursora,
- Upjenjivanje u peći,

dijagramski prikazanih slikom 2.2.



Slika 2.2 Postupak izrade metalnih pjena upjenjivanjem kompaktiranih prekursora proizvedenih metalurgijom praha [1]

U prvom koraku miješa se prah čistog metala ili neke njegove legure sa sredstvom za upjenjivanje, pri čemu je potrebno postići ujednačenu raspodjelu čestica sredstva za upjenjivanje unutar metalne matrice kako bi proces upjenjivanja bio jednolik. Maseni udio sredstva za upjenjivanje može biti veći ili manji, ovisno o vrsti, te obično iznosi nekoliko postotaka, a ponekad čak i manje od 1 %.

Sredstva za upjenjivanje su kruti spojevi koji se pri određenim temperaturama rastvaraju oslobađajući plin. Ona su najčešće na bazi hidrida, poput titanijevog hidrida (TiH_2) i cirkonijevog hidrida (ZrH_2), premda se mogu koristiti i magnezijev hidrid (MgH_2), kalcijev hidrid (CaH_2), stroncijev hidrid (SrH_2) ili hafnijev hidrid (HfH_2) [5,57,60]. TiH_2 je komercijalno najraširenije sredstvo za upjenjivanje koje počinje otpuštati vodik pri temperaturama od približno 400 °C do 450 °C [8], što je povoljno za upjenjivanje aluminija i njegovih legura s temperaturom tališta malo iznad temperature početka razgradnje. ZrH_2 također počinje otpuštati vodik na temperaturama iznad 400 °C, no veća količina vodika oslobađa se pri višim temperaturama. Pri 750 °C ZrH_2 može otpustiti oko trećine ukupno vezanog vodika [61], što se naravno odražava na učinkovitost samog procesa.

Glavni nedostatak sredstava za upjenjivanje na bazi hidrida je njihova relativno visoka cijena, koja u konačnici utječe na visoke troškove proizvodnje metalnih pjena. Zbog toga se istražuju i alternativna, znatno jeftinija sredstva na bazi karbonata, među kojima se ističe kalcijev

karbonat (CaCO_3), koji je široko rasprostranjen u prirodi u obliku vapnenca. Uz CaCO_3 , istraživani su i drugi karbonatni prahovi kao što su magnezijev karbonat (MgCO_3) i dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$), koji mogu pokazati povoljan utjecaj na stabilnost pjene zahvaljujući stvaranju oksidnog sloja (npr. Al_2O_3 , MgO) na stijenkama ćelija [7–9,62–64].

Temperatura početka oslobađanja plina iz sredstava za upjenjivanje na bazi karbonata u pravilu je viša nego kod hidrida, te za CaCO_3 ona iznosi oko $650\text{ }^\circ\text{C}$ [8], što znači da upjenjivanje počinje pri temperaturama oko, ili čak nešto višim od temperature taljenja aluminija. Zbog toga su karbonati primjereniji za upjenjivanje čistog aluminija ili određenih metala i legura s višom temperaturom tališta. U slučaju hidrida oslobađa se plinoviti vodik koji stvara ćelije unutar polu-rastaljenog metala, dok je kod toplinske razgradnje karbonata to ugljikov dioksid (CO_2). Reakcije oslobađanja plina odvijaju se sukladno jednadžbama 2.3 i 2.4 za sredstva na bazi hidrida, odnosno karbonata, pri čemu je X metal u hidridnom ili karbonatnom spoju [57]:



Prethodno navedene temperature početka rastvaranja sredstava za upjenjivanje na krutu i plinovitu fazu odnose se na rastresiti prah, dok su u slučaju prekursora, kada je prah zbijen s metalnim česticama, te temperature nešto niže. U takvim kompaktiranim prekursorima čestice sredstva za upjenjivanje izložene su drugačijem okruženju i stoga mijenjaju svoje ponašanje pri zagrijavanju.

Ovisno o sredstvu za upjenjivanje, na njegovoj površini moguće je stvaranje tankog sloja oksida koji povisuje temperaturu početka oslobađanja plina djelujući kao toplinska barijera. Kompaktiranjem prahova može doći do loma i drobljenja čestica praha, čime puca i oksidni sloj na površini. Zbog pomanjkanja kisika u unutrašnjosti prekursora, ovaj oksidni sloj nije sklon obnavljanju pa čestice sredstva za upjenjivanje mogu otpočeti rastvaranje i pri temperaturi nižoj od one za rastresiti prah [6,65,66].

Poželjno je da temperatura oslobađanja plina bude što bliže temperaturi tališta osnovnog metala, pa čak i malo viša, kako bi se otpuštanje zbivalo u trenutku kada je metal već djelomično ili potpuno rastaljen, što potpomaže proces formiranja ćelija. Kada je temperatura rastvaranja sredstva za upjenjivanje niža od tališta metalne matrice, oslobađanje plina događa se u relativno krutom i čvrstom metalu te je time stvaranje i širenje ćelija otežano. Uz to, tijekom upjenjivanja

može započeti međusobno spajanje susjednih ćelija, čime se formiraju velike ćelije neprikladne za nošenje mehaničkog opterećenja [6,65]. Karbonatna sredstva zbog odgođenog početka oslobađanja plina ne pružaju dovoljno vremena za masovno spajanje ćelija, već može doći samo do djelomičnog povezivanja.

Ukoliko je temperatura rastvaranja sredstva za upjenjivanje znatno niža u odnosu na temperaturu tališta osnovnog metala, kao što je to slučaj kod hidridnih sredstava, moguće je tu temperaturnu razliku smanjiti na nekoliko načina. Jedan od njih je upotreba aluminijevih legura nižeg tališta. Drugi način je podizanje temperature početka rastvaranja samog sredstva za upjenjivanje. Predgrijavanjem TiH_2 praha na zraku formira se tanki sloj titanijevog oksida (TiO_2 , Ti_3O i dr.) na površini čestica praha koji odgađa početak toplinskog raspada i daje ćelije ujednačenijeg i sferičnijeg oblika [65,67]. Negativna strana predgrijavanja je djelomično otpuštanje vodika tijekom grijanja, tako da su za postizanje jednake poroznosti potrebne nešto veće količine ovog pjenila [65,68]. Podizanje temperature početka rastvaranja sredstva za upjenjivanje može se postići i prevlačenjem čestica TiH_2 , čime se također stvara toplinska zaštitna barijera između čestica sredstva za upjenjivanje i ugrijanog zraka u peći [69,70].

Kada je metal u djelomično ili potpuno rastaljenom stanju, otpor širenju plina znatno je manji nego u čvrstom stanju, pa je olakšano stvaranje i rast ćelija. Ukoliko je temperatura rastvaranja sredstva za upjenjivanje znatno iznad temperature tališta metala, viskoznost taline postaje preniska, onemogućujući stvaranje stabilne pjene [6].

Miješanje prahova metala i sredstva za upjenjivanje mora biti provedeno kvalitetno, odnosno mora se postići homogena mješavina u kojoj je sredstvo za upjenjivanje ravnomjerno raspoređeno unutar metalnog praha. U suprotnom se javljaju gradijenti koncentracije sredstva za upjenjivanje, što dovodi do nejednolike poroznosti.

Idući korak nakon miješanja prahova je njihovo kompaktiranje u prekursore. Kompaktiranje se može provesti na nekoliko različitih načina, a u praksi se najčešće provodi u dva koraka. U prvoj fazi primjenjuje se neki od postupaka kompaktiranja, poput jednoosnog ili hladnog izostatskog prešanja, čime se dobiva tzv. zeleni otpresak (sirovac) koji je dovoljno čvrst da se njime može dalje rukovati. Sirovac se zatim ekstrudira pri povišenoj temperaturi kako bi se ostvarila njegova visoka gustoća, što bliža teorijskoj vrijednosti za dotični materijal [5]. Postizanje gustoće prekursora blizu teorijskih vrijednosti važan je preduvjet za učinkovito upjenjivanje. Kada je gustoća kompaktiranog dijela preniska, u strukturi mogu zaostati

međusobno povezani kanali kojima plin slobodno izlazi iz prekursora. Što je gustoća niža, to se i više plina oslobađa u okolinu bez stvaranja porozne strukture [71,72].

Nakon postizanja željene gustoće, kompaktirani prekursor se obično reže na manje komade, dimenzijama prilagođene obliku kalupa za upjenjivanje. Masa prekursora u kalupu ovisi o traženoj gustoći pjene i unutarnjem volumenu kalupa. Kalup se zatim čvrsto zatvara kako bi se spriječilo njegovo razdvajanje tijekom upjenjivanja i osiguralo da pjena što vjernije replicira oblik kalupne šupljine.

Nakon toga se kalup stavlja u peć prethodno zagrijanu na traženu temperaturu. Ona mora biti viša od temperature početka oslobađanja plina iz sredstva za upjenjivanje, a po mogućnosti i iznad temperature tališta metala koji se upjenjuje, kako bi on bio u djelomično ili potpuno rastaljenom stanju pogodnom za formiranje ćelija. Na ovoj temperaturi počinje oslobađanje plina, pri čemu prekursori bubre i šire se. Vrijeme držanja u peći ovisi o vrsti polaznog metala ili legure, rasporedu prekursora unutar kalupa, ali i o dimenzijama i obliku kalupa, debljini njegovih stijenki, kao i samom materijalu od kojeg je izrađen, budući da svi ovi čimbenici utječu na brzinu zagrijavanja prekursora. Napredovanjem procesa povećava se volumen prekursora sve dok njegova pjena u potpunosti ne ispuni kalupnu šupljinu. U tom trenutku talina počinje istjecati iz kalupa. Ovo istjecanje služi kao indikator da je kalup popunjen te se proces prekida, kalup se vadi iz peći, pri čemu se pjena ohlađuje i stabilizira. Kada je temperatura dovoljno snižena, kalup se otvara i iz njega se uzima gotov uzorak metalne pjene, koji bi po obliku i dimenzijama trebao odgovarati kalupnoj šupljini ukoliko je upjenjivanje bilo uspješno provedeno.

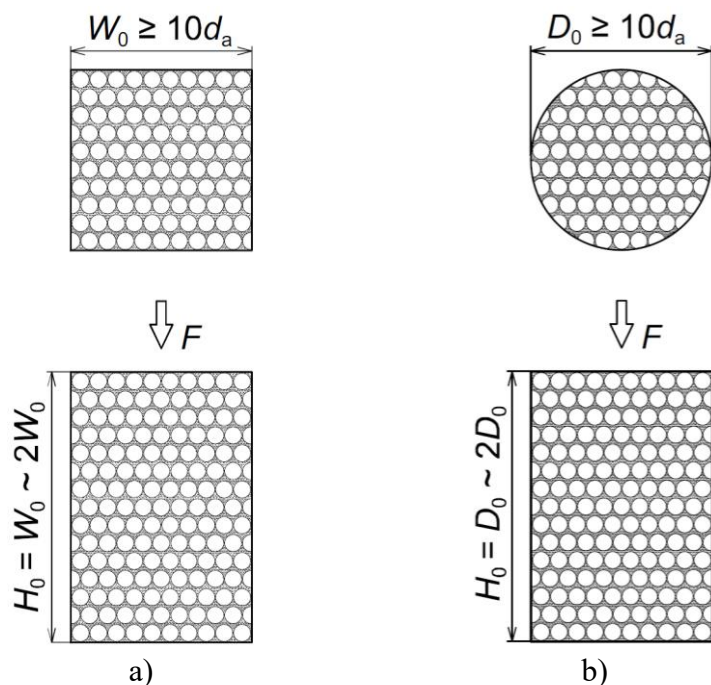
2.3. Svojstva metalnih pjena

S obzirom na to da u metalnim pjenama pri poroznosti većoj od 50 % plin zauzima veći dio volumena od metala, njihova su mehanička svojstva slabija u usporedbi s punim metalom. Što je poroznost veća, to su u pravilu lošija mehanička svojstva. Osim poroznosti, na mehanička svojstva utječe i oblik ćelija (otvorene ili zatvorene), kao i promjer ćelija i njihova distribucija. U pravilu, bolja mehanička svojstva pokazuju pjene s manjim ćelijama koje sadrže veći broj stijenki, čime se opterećenje raspodjeljuje na više nosivih elemenata. Kod manjih ćelija opterećenje se nakon loma pojedine stijenke preraspodjeljuje na susjedne stijenke, čime se omogućuje postupnija i ujednačenija deformacija materijala. Nasuprot tome, kod pjena s većim

ćelijama, pod djelovanjem opterećenja lakše dolazi do loma pojedinačnih stijenke, nakon čega dolazi do naglog urušavanja cijele ćelije. Kako ne postoji dodatna potporna struktura, opterećenje se prenosi preko relativno tankih i malobrojnih stijenki, zbog čega i dolazi do iznenadnog propadanja ćelijaste strukture. Na svojstva pjene također utječe kemijski sastav materijala stijenki, eventualna toplinska obrada, kao i dodatak čestica za ojačavanje.

2.3.1. Tlačna svojstva

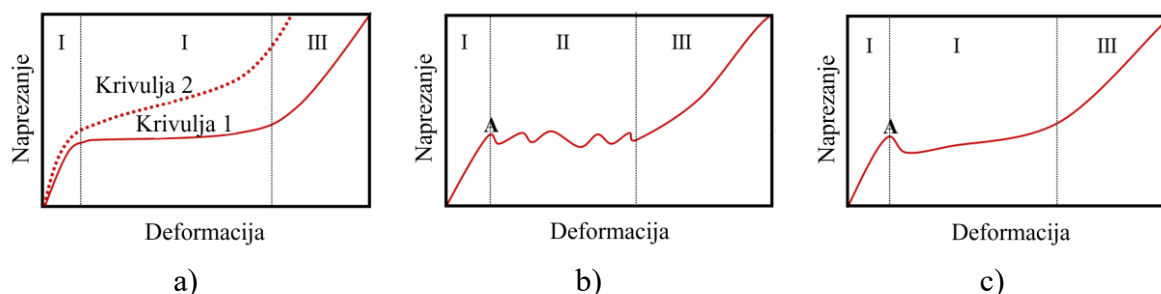
Kod metalnih pjena posebice su važna tlačna svojstva, osobito ona koja se tiču količine apsorbirane energije. Zbog specifičnog ponašanja ćelijastih materijala, koje se razlikuje od ponašanja konvencionalnih monolitnih materijala, ispitivanje tlačnih svojstava definirano je zasebnom normom ISO 13314:2011 – *Mechanical testing of metals – Ductility testing – Compression test for porous and cellular metals* [73]. U ovoj normi opisani su izgled ispitnih epruveta, način ispitivanja i karakteristike ispitne opreme te način obrade i interpretacije dobivenih rezultata. Ispitni uzorci mogu biti pravokutnog ili okruglog poprečnog presjeka, a početna visina definirana je s obzirom na dimenzije poprečnog presjeka, slika 2.3.



Slika 2.3 Propisane dimenzije ispitnih epruveta: a) pravokutnog; b) okruglog poprečnog presjeka [73]

Za epruvete pravokutnog i okruglog poprečnog presjeka, omjer početne visine i početne debljine ili promjera ($H_0:W_0$, odnosno $H_0:D_0$) treba biti između 1 i 2 [73]. Uz to, propisano je da početna debljina ili početni promjer trebaju biti najmanje deset puta veći od prosječnog promjera ćelije (d_a , mm) i svakako veći od 10 mm. Ispitivanja je potrebno provesti na najmanje tri ispitna tijela, uz preporuku optimalnog broja od pet uzoraka, kako bi se dobili vjerodostojniji rezultati.

Tlačna ispitivanja rezultiraju dijagramom sila – pomak, odnosno naprezanje – deformacija ako se u obzir uzmu dimenzije ispitnog tijela. Krivulja naprezanje – deformacija može se podijeliti u tri karakteristična stadija: I – linearno elastično područje; II – područje platoa; III – područje zgušnjavanja, slika 2.4.



Slika 2.4 Oblici krivulja naprezanje – deformacija kod tlačnog ispitivanja aluminijevih pjena: a) pjene s različitim tlačnim svojstvima; b) oscilacije u području platoa; c) kontinuirana krivulja u području platoa [46]

Linearno elastično područje proteže se do prvog maksimuma tlačne čvrstoće (oznaka A na slikama 2.4b i 2.4c), s time da je prijelaz u područje platoa često teško definirati ako je maksimum slabo ili uopće nije izražen, slika 2.4a. Ovisno o svojstvima pjene, odnosno prirastu deformacije s povećanjem naprezanja, krivulja u području platoa može imati veći ili manji nagib, kao što je to prikazano na slici 2.4a. U nekim slučajevima može doći do oscilacija krivulje u području platoa (slika 2.4b), što je specifično za pjene veće krhkosti, dok je kod žilavijih pjena trend krivulje kontinuiran, slika 2.4c. Nakon završetka područja platoa dolazi do zgušnjavanja pjene i njenog daljnjeg zbijanja pod djelovanjem opterećenja, nalik ponašanju monolitnog materijala.

Tlačna ispitivanja moraju se provesti pri konstantnoj brzini pomaka traverze koja osigurava brzinu deformacije ispitnog tijela između 10^{-3} s^{-1} i 10^{-2} s^{-1} , što odgovara kvazi-statičkom ispitivanju [73]. Nakon završetka ispitivanja potrebno je iz dijagrama naprezanje – deformacija odrediti vrijednost naprezanja platoa (σ_{pl} , MPa). Naprezanje platoa predstavlja aritmetičku

srednju vrijednosti naprežanja u intervalu deformacija od 20 % do 30 % ili od 20 % do 40 %, ovisno o tome koji raspon bolje opisuje izgled platoa krivulje. Na temelju vrijednosti σ_{pl} računa se iznos naprežanja na kraju platoa (σ_{130} , MPa), slika 2.5, koje je definirano jednadžbom 2.5 [73]:

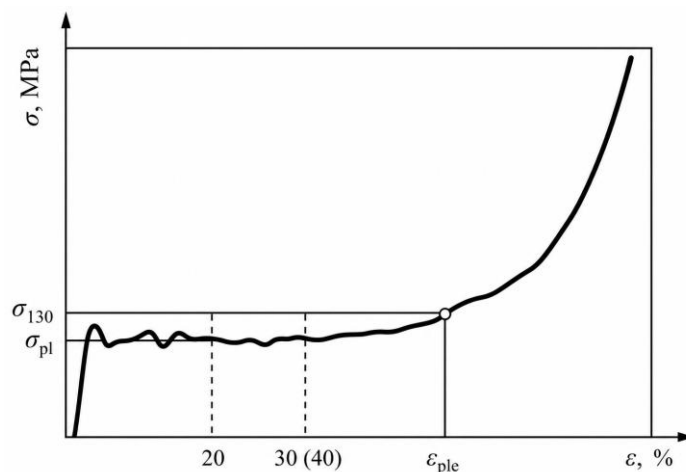
$$\sigma_{130} = 1,3 \cdot \sigma_{pl} \quad (2.5)$$

gdje je:

σ_{130} – naprežanje na kraju platoa, MPa;

σ_{pl} – naprežanje platoa, MPa.

Za vrijednost naprežanja σ_{130} očitava se i pripadajuća deformacija na kraju platoa (ε_{ple} , %), također prikazana na slici 2.5.



Slika 2.5 Dijagram naprežanje – deformacija metalnih pjena s označenim karakterističnim vrijednostima [74]

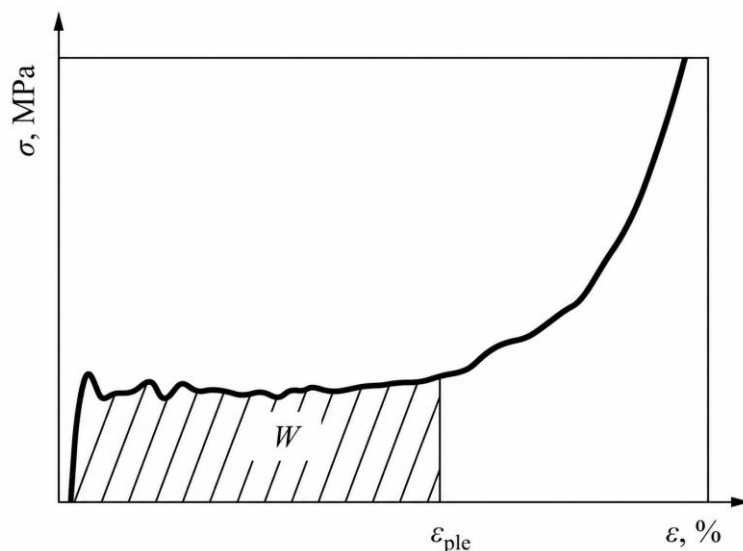
Količina apsorbirane energije (W , MJ/m³) određuje se iz površine ispod krivulje naprežanje – deformacija sve do vrijednosti ε_{ple} ili deformacije od 50 %, ovisno o tome koja vrijednost bolje odgovara obliku krivulje, slika 2.6. Matematički izraz za izračun apsorbirane energije dan je jednadžbom 2.6 [73]:

$$W = \frac{1}{100} \int_0^{\varepsilon_{ple}} \sigma \, d\varepsilon \quad (2.6)$$

gdje je:

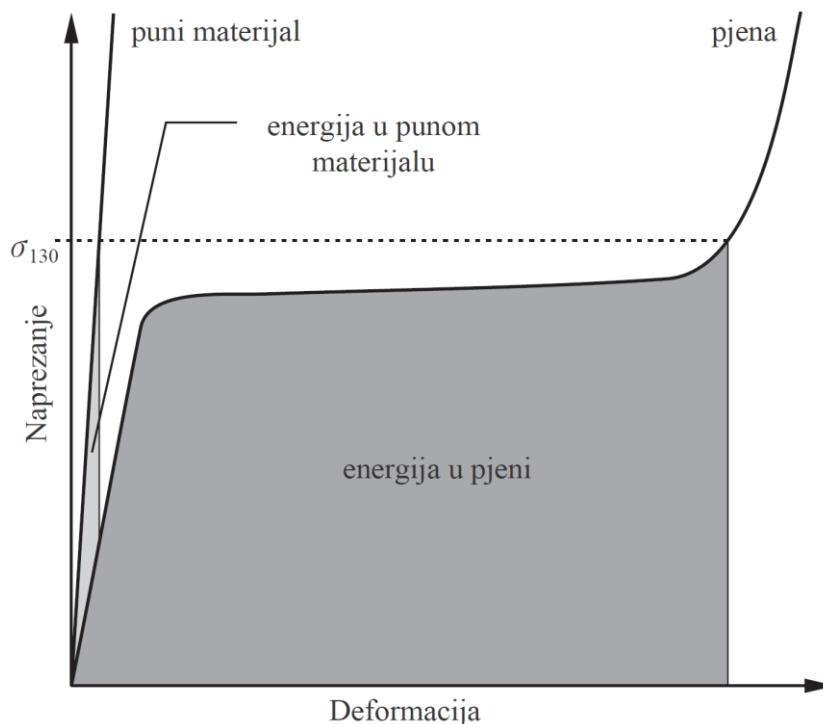
W – apsorbirana energija, MJ/m³;

ε_{ple} – deformacija na kraju platoa, %.



Slika 2.6 Apsorbirana energija kod tlačnog ispitivanja [74]

Pojavom platoa na krivulji naprezanje – deformacija, upjenjeni metal će apsorbirati znatno veću energiju od uobičajenog monolitnog metala pri istom opterećenju [75,76]. U tom području dolazi do značajne deformacije pjene uz relativno malu ili nikakvu promjenu opterećenja, slika 2.7. Takvo ponašanje karakteristično je i za polimerne pjene, ali one metalne zadržavaju nosivost i funkciju pri znatno višim temperaturama i većim opterećenjima.



Slika 2.7 Usporedba apsorbirane energije u pjenu i u monolitnom metalu pri jednakom tlačnom opterećenju [76]

Učinkovitost apsorpcije energije (W_e , %) definirana je kao omjer apsorbirane energije ispitivanog materijala i energije koja bi bila apsorbirana u idealnom slučaju. Idealno apsorbirana energija može se izraziti kao umnožak naprezanja (σ_{130}) i deformacije na kraju platoa (ε_{ple}), slika 2.7. Sukladno tome, izračun učinkovitosti apsorpcije energije slijedi iz jednadžbe 2.7 [73]:

$$W_e = \frac{W}{\sigma_{130} \cdot \varepsilon_{ple}} \cdot 10^4 \quad (2.7)$$

gdje je:

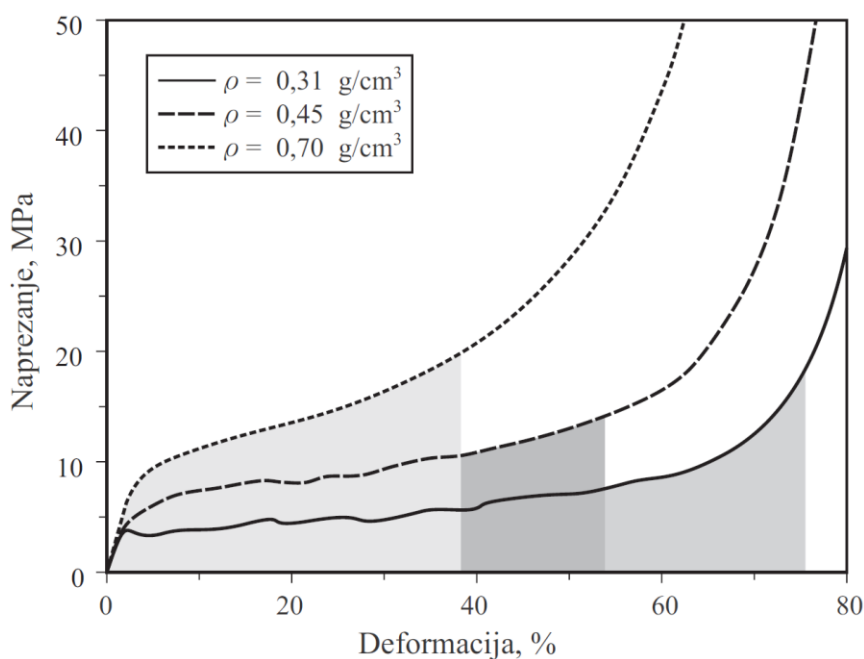
W_e – učinkovitost apsorpcije energije, %;

σ_{130} – naprezanje na kraju platoa, MPa;

ε_{ple} – deformacija na kraju platoa, %.

Umjesto naprezanja i deformacije na kraju platoa, kao prihvatljive vrijednosti mogu se uzeti deformacija od 50 % i pripadajuće naprezanje, ako takav odabir bolje korelira s krivuljom naprezanje – deformacija [73].

Na svojstva metalnih pjena pod tlačnim opterećenjem vrlo velik utjecaj ima gustoća pjene. S povećanjem gustoće smanjuje se volumni udio ćelija i manje je praznina (ćelija) unutar materijala, što pridonosi poboljšanju tlačnih svojstva, slika 2.8. U krajnjem slučaju ta svojstva mogu dosegnuti ona za monolitni materijal ukoliko stupanj poroznosti pjene dosegne 0 %.



Slika 2.8 Utjecaj gustoće pjene na tlačna svojstva i količinu apsorbirane energije [77]

Za primjene metalnih pjena kao prigušivača udara u vozilima, kvazi-statičko tlačno ispitivanje pri brzinama deformacije propisanim normom ISO 13314:2011 ne daje dovoljno reprezentativne rezultate. Stoga je potrebno provesti ispitivanja pri znatno većim brzinama deformacije, usporedivima s onima koje se javljaju tijekom sudara vozila. Pri većim brzinama tlačnog ispitivanja, metalne pjene pokazuju nešto bolja mehanička svojstva u odnosu na kvazi-statičko tlačno ispitivanje. Takvo ponašanje posljedica je otpora plina zarobljenog u zatvorenim ćelijama. Tijekom kvazi-statičkog ispitivanja stijenke ćelija lome se postupno, pri čemu plin kroz nastale pukotine struji u susjedne ćelije ili izlazi izvan ispitnog uzorka. Nasuprot tome, pri ispitivanju velikim brzinama deformacije, plin ostaje zarobljen u ćelijama i pruža dodatni otpor njihovoj deformaciji. Posljedično se ostvaruju veća tlačna čvrstoća i bolja sposobnost apsorpcije energije.

Jedan od načina provedbe takvih dinamičkih tlačnih ispitivanja jest korištenjem slobodnog pada utega ili servohidrauličkim sustavom za udarno opterećivanje, u skladu s normom ISO 17340:2020 – *Metallic materials – Ductility testing – High speed compression test for porous and cellular metals* [74]. Dimenzije uzoraka, izračun mehaničkih svojstava, kao i apsorbirane energije odgovaraju onima za kvazi-statičko tlačno ispitivanje (ISO 13314:2011) tako da su rezultati ispitivanja međusobno usporedivi.

Kod ispitivanja slobodnim padom utega, željena brzina udara postiže se odabirom odgovarajuće visine s koje taj uteg pada na ispitno tijelo. Brzina udara određuje se iz visine pada prema izrazu prikazanom u jednadžbi 2.8 [74]:

$$V_0 = (2 \cdot g \cdot h_i)^{1/2} \quad (2.8)$$

gdje je:

V_0 – brzina ispitivanja u trenutku udara, m/s;

g – gravitacijsko ubrzanje, 9,807 m/s²;

h_i – visina na kojoj se nalazi uteg, m.

Brzina deformacije u trenutku udara, izračunava se prema jednadžbi 2.9 [74]:

$$a_i = 1000 \cdot \frac{V_0}{H_0} \quad (2.9)$$

pri čemu je:

a_i – brzina deformacije u trenutku udara, s⁻¹;

H_0 – početna visina ispitnog tijela, mm.

Iako sama masa utega nije posebno definirana normom, ona treba zadovoljavati jednadžbu 2.10 [74]:

$$m \geq \frac{4W \cdot A \cdot H_0 \cdot 10^{-3}}{3g \cdot h_i} \quad (2.10)$$

gdje je:

m – masa utega, kg;

W – apsorbirana energija utvrđena kvazi-statičkim tlačnim ispitivanjem, MJ/m³;

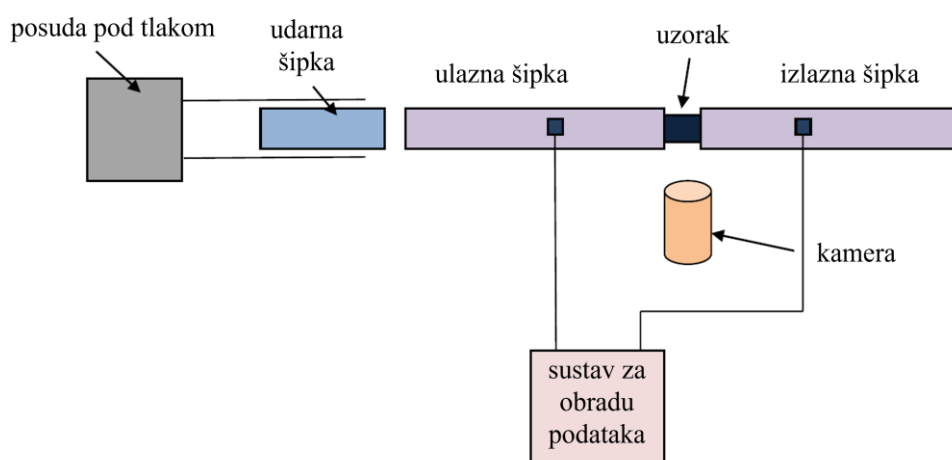
A – površina poprečnog presjeka ispitnog tijela, mm².

Kod ispitivanja pomoću servohidrauličkog uređaja s udarnim opterećenjem, postupak je u osnovi sličan testiranju slobodnim padom utega. I u ovom je slučaju potrebno odrediti početni položaj žiga kako bi pri udaru postigao željenu brzinu. Početni položaj određuje se na temelju dijagrama ovisnosti udaljenosti o vremenu, snimljenog tijekom ispitivanja bez postavljenog uzorka.

Iako su oba postupka udarnih tlačnih ispitivanja normirana, imaju određena tehnička ograničenja u pogledu maksimalno ostvarive brzine udara. U praksi se pri ispitivanjima slobodnim padom utega i primjenom servohidrauličkih sustava postižu brzine udara do približno 10 m/s, a često i znatno manje. To odgovara brzini od približno 36 km/h, što je manje od karakterističnih brzina za većinu sudara vozila. Zbog toga je za simulaciju stvarnih uvjeta sudara potrebno primijeniti metode koje omogućuju ispitivanja pri znatno većim brzinama udara.

Za postizanje većih brzina udara razvijena je metoda s razdvojenim Hopkinsonovim tlačnim šipkama (engl. *Split Hopkinson Pressure Bar*, SHPB). Iako nije obuhvaćena normama ISO ili ASTM, metoda je široko prihvaćena u istraživačkoj i inženjerskoj praksi jer omogućuje ispitivanja pri brzinama udara do približno 30 m/s (108 km/h). Osnovne dijelove SHPB uređaja čine tri dugačke šipke (udarna, ulazna i izlazna), spremnik s komprimiranim plinom te mjerni sustav, slika 2.9. Ispitni uzorak postavlja se između ulazne i izlazne šipke te ispitivanje započinje naglim otvaranjem ventila spremnika s komprimiranim plinom, pri čemu struja plina djeluje na udarnu šipku koja velikom brzinom udara u ulaznu šipku. Time nastaje incidentni tlačni val koji se širi prema ispitnom uzorku. Kada incidentni val dosegne granicu između ulazne šipke i uzorka, dio vala reflektira se natrag kroz ulaznu šipku (reflektirani val), dok se

preostali dio prenosi kroz uzorak na izlaznu šipku (transmitirani val). Analizom amplituda i vremenskog tijeka incidentnog, reflektiranog i transmitiranog vala, moguće je odrediti naprezanja i deformacije ispitnog uzorka tijekom udarnog opterećenja. Brzina i amplituda incidentnog vala određuju intenzitet udara na ispitni uzorak, a kontroliraju se tlakom komprimiranog plina te duljinom, promjerom i materijalom šipki. Povećanjem tlaka plina povećava se početna brzina udarne šipke, a time i amplituda incidentnog vala te ostvarena brzina deformacije u uzorku. Odabirom materijala šipki i njihovih dimenzija podešava se impedancija sustava, čime se omogućuje prilagodba osjetljivosti mjerenja i kvalitete dobivenih rezultata različitim vrstama materijala [78,79].



Slika 2.9 Shematski prikaz SHPB uređaja [79]

2.3.2. Savojna svojstva

Metalne pjene rijetko se koriste kao samostalni konstrukcijski materijal izložen savojnom opterećenju jer zbog visoke poroznosti i relativno male savojne čvrstoće nisu prikladne za učinkovito preuzimanje takvih opterećenja. U većini tehničkih primjena kada su izložene takvom opterećenju, koriste se kao jezgra sendvič kompozita, pri čemu su vanjski slojevi izrađeni od metalnih limova ili vlaknima ojačanih kompozita. U takvoj strukturi metalna pjena doprinosi smanjenju mase i povećanju krutosti, dok vanjski slojevi preuzimaju najveći dio savojnih naprezanja.

Zbog ograničene primjene metalnih pjena kao samostalnih elemenata izloženih savijanju, ne postoji norma koja posebno definira njihovo savojno ispitivanje. U takvim se slučajevima

najčešće primjenjuju prilagođene metode ispitivanja razvijene za monolitne metalne materijale, poput postupka propisanog normom ISO 7438:2020 – *Metallic materials – Bend test* [80].

Budući da se metalne pjene znatno češće primjenjuju kao jezgra sendvič kompozita, u praksi je prikladnije provoditi savojna ispitivanja cjelovitih sendvič konstrukcija u skladu s normom ASTM C393/393M-20 – *Standard test method for core shear properties of sandwich constructions by beam flexure* [81]. Tom se normom određuju smična čvrstoća jezgre te čvrstoća spoja između jezgre i vanjskih slojeva. Svojstva vanjskih slojeva određuju se zasebno prema normi ASTM D7249/7249M-20 – *Standard test method for facesheet properties of sandwich constructions by long beam flexure* [82], dok je postupak određivanja ukupne savojne i smične krutosti sendvič kompozita, na temelju rezultata dobivenih prema navedenim normama, definiran u ASTM D7250/7250M-20 – *Standard practice for determining sandwich beam flexural and shear stiffness* [83].

Ako se ispituje samo metalna pjena, savojna čvrstoća određuje se ispitivanjem uzorka pravokutnog poprečnog presjeka pri savijanju u tri ili četiri točke sukladno jednadžbama 2.11 i 2.12. Savijanje u tri točke:

$$\sigma_f = \frac{3 F_{\max} \cdot L}{2 b \cdot h^2} \quad (2.11)$$

Savijanje u četiri točke:

$$\sigma_f = \frac{3 F_{\max} \cdot (L - a_f)}{4 b \cdot h^2} \quad (2.12)$$

gdje je:

σ_f – savojna čvrstoća, MPa;

$F_{\max}$ – najveća sila, N;

L – razmak između oslonaca, mm;

b – širina uzorka, mm;

h – debljina uzorka, mm;

a_f – razmak između točaka opterećenja, mm;

2.3.3. Vlačna svojstva

Vlačna svojstva metalnih pjena u praksi se rijetko ispituju jer su takva opterećenja u njihovoj primjeni znatno manje zastupljena od tlačnih i savojnih opterećenja. Vlačna ispitivanja stoga se uglavnom provode u istraživačke svrhe, a temelje se na postupku za monolitne metalne materijale propisane normom ISO 6892-1:2019 – *Metallic materials – Tensile testing – Part 1: Method of test at room temperature* [84].

Glavni problem pri vlačnim ispitivanjima metalnih pjena proizlazi iz njihove izrazito nehomogene ćelijaste strukture. Lom se gotovo uvijek javlja u području najvećih ćelija i najtanjih stijenki, što smanjuje ponovljivost ispitivanja i otežava interpretaciju rezultata. Ako se ispitni uzorci izrađuju prema normi ISO 6892-1:2019, rezanje i obradu potrebno je provesti vrlo pažljivo kako bi se izbjeglo oštećenje rubova ćelija koje može dodatno narušiti vlačna svojstva materijala.

Problem se može javiti i pri stezanju ispitnog tijela u čeljusti kidalice, kada zbog krhkosti stijenki dolazi do propadanja ćelija. Da bi se to izbjeglo, na krajeve ispitnog tijela mogu se nalijepiti ili mehanički pričvrstiti metalni limovi koji sprečavaju uništavanje ćelija prilikom stezanja, ali to predstavlja dodatnu modifikaciju postupka propisanog normom za monolitne materijale.

2.3.4. Funkcionalna svojstva

Zbog svoje specifične ćelijaste građe, metalne pjene posjeduju niz funkcionalnih svojstava koja ovise o tome imaju li otvorenu ili zatvorenu ćelijastu strukturu. Zahvaljujući višoj temperaturi tališta i povoljnijim tlačnim svojstvima u odnosu na polimerne pjene, u pojedinim funkcionalnim primjenama mogu predstavljati njihovu učinkovitu zamjenu, kao i zamjenu za neke druge skupine materijala.

2.3.4.1. Toplinska svojstva

Toplinska svojstva metalnih pjena uvelike ovise o tome imaju li pjene otvorene ili zatvorene ćelije. Metalne pjene sa zatvorenim ćelijama mogu se koristiti kao toplinski izolatori jer je prijenos topline kroz njih znatno otežan. Toplina se prenosi prvenstveno provođenjem kroz

tanke metalne stijenke koje razdvajaju susjedne ćelije. Budući da je broj tih stijenki velik, a njihov ukupni poprečni presjek malen, efektivna toplinska vodljivost pjene znatno je niža nego kod punog metala. Istodobno je prijenos topline plinom gotovo onemogućen jer je u svakoj ćeliji zatvoren mali volumen plina. Iako su metalne pjene sa zatvorenim ćelijama slabiji toplinski izolatori od keramičkih i polimernih pjena, u usporedbi s metalima pune gustoće imaju znatno bolja toplinsko-izolacijska svojstva.

Nasuprot tome, metalne pjene s otvorenim ćelijama, zahvaljujući međusobno povezanoj ćelijastoj strukturi, prikladne su za primjene u kojima je poželjno strujanje fluida. Ako su izrađene od metala visoke toplinske vodljivosti, poput aluminijske ili bakra, mogu se koristiti kao učinkoviti izmjenjivači topline. U takvim primjenama fluid struji kroz međusobno povezane kanale pjene te preuzima ili predaje toplinu preko velike specifične površine metalnih stijenki, čime se ostvaruje vrlo učinkovit prijenos topline [2,85].

2.3.4.2. Filtriranje i razdvajanje

Mogućnost filtriranja i razdvajanja pomoću metalnih pjena s otvorenim ćelijama temelji se na njihovoj visokoj poroznosti i kontinuiranoj mreži međusobno povezanih kanala kroz koje fluid može slobodno strujati. Takva struktura omogućuje učinkovito pročišćavanje plinova i tekućina jer se čestice nečistoća zadržavaju na stijenkama ćelija. U usporedbi s polimernim filtrima, metalne pjene odlikuju se znatno boljom toplinskom postojanošću i većom otpornošću na mehanička opterećenja, zbog čega su prikladnije za primjene u zahtjevnijim radnim uvjetima.

2.3.4.3. Prigušenje zvuka

Zbog velikog broja međusobno povezanih kanala, metalne pjene s otvorenim ćelijama vrlo su učinkovit materijal za apsorpciju i prigušenje zvuka. Pri prolasku zvučnog vala kroz otvorenu ćelijastu strukturu dolazi do strujanja zraka unutar ćelija, pri čemu se zbog viskoznog trenja zraka o stijenke ćelija, dio akustične energije pretvara u toplinsku energiju, što rezultira slabljenjem zvučnog vala [86,87]. Kod zvučnih valova viših frekvencija povećava se brzina gibanja zraka unutar ćelija, čime se pojačava izmjena topline između zraka i metalnih stijenki te dodatno povećava apsorpcija zvuka [86]. Osim toga, zbog nepravilne geometrije ćelija, zvučni se valovi višestruko reflektiraju i raspršuju, te se time dodatno smanjuje njihov

intenzitet. Zbog navedenih mehanizama metalne pjene s otvorenim ćelijama postižu vrlo dobru apsorpciju zvuka u srednjem i višem frekvencijskom području, usporedivu s konvencionalnim materijalima za zvučnu izolaciju. Istodobno mogu raditi pri znatno višim temperaturama te imaju relativno dobru mehaničku nosivost. Na učinkovitost apsorpcije zvuka značajno utječu promjer ćelija, relativna gustoća, kao i dimenzije pjene.

S druge strane, pjene sa zatvorenim ćelijama nemaju međusobno povezane kanale kroz koje bi zvučni val mogao prodirati u unutrašnjost materijala, zbog čega pokazuju znatno slabiju sposobnost upijanja zvuka. One eventualno sprečavaju prolazak zvučnog vala, ali ga u manjoj mjeri apsorbiraju. Stoga je njihova uloga više u zvučnoj izolaciji, nego u apsorpciji zvuka. Kako bi se poboljšala apsorpcijska svojstva, pjene sa zatvorenim ćelijama mogu se dodatno obraditi postupcima poput bušenja, uklanjanja površinskog sloja ili tlačne deformacije. Time dolazi do lokalnog loma stijenki ćelija i nastanka poluotvorene ćelijaste strukture [88–91]. Takva obrada omogućuje dublje prodiranje zvučnog vala u materijal, povećava kontaktnu površinu između zraka i stijenki ćelija te povećava apsorpciju zvuka, pri čemu se akustična svojstva djelomično približavaju svojstvima pjena s otvorenim ćelijama.

2.3.4.4. Sposobnost plutanja

Zahvaljujući mogućnosti relativno jednostavnog reguliranja stupnja poroznosti, te činjenici da se najčešće izrađuju od aluminija, čija je gustoća $2,7 \text{ g/cm}^3$, moguće je proizvesti metalne pjene vrlo niske gustoće. Aluminijske pjene sa zatvorenim ćelijama pri gustoći manjoj od gustoće vode ($\sim 1 \text{ g/cm}^3$) mogu plutati na vodi jer zrak ostaje zarobljen u njihovim ćelijama. Ovo svojstvo otvara mogućnost njihove primjene u izradi plutuća te raznih laganih plovnih konstrukcijskih elemenata u brodogradnji [92]. Nasuprot tome, pjene s otvorenim ćelijama mogu se koristiti u obliku brodograđevnih sendvič kompozita s pjenastom jezgrom između metalnih ili polimernih vanjskih slojeva.

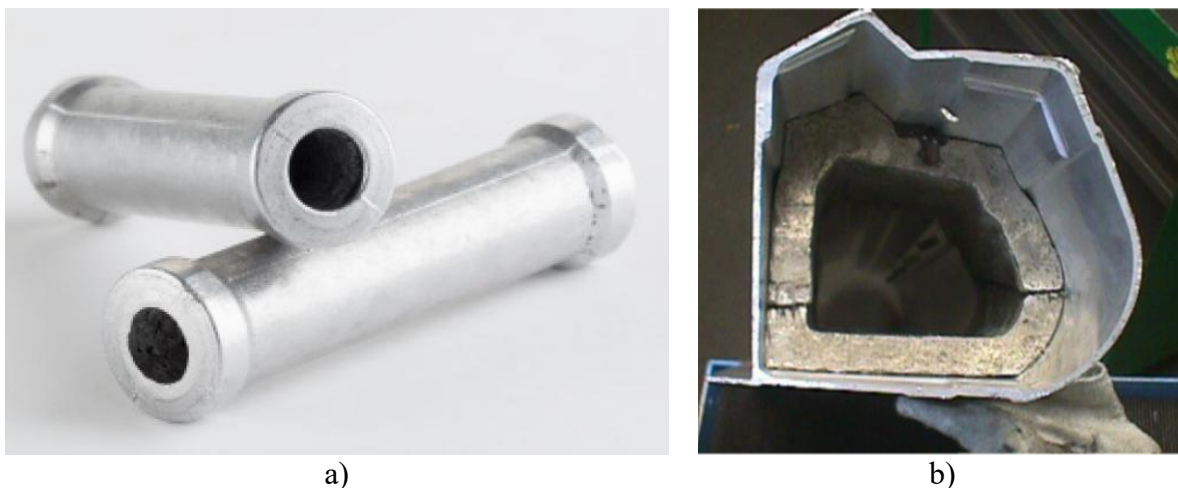
2.4. Primjena metalnih pjena

Napredak u razvoju tehnologija proizvodnje metalnih pjena, kao i metoda za ispitivanje njihovih svojstava, omogućio je relativno široku primjenu ovih materijala. Danas je odabirom odgovarajućih tehnoloških postupaka moguće proizvesti metalne pjene s otvorenom ili zatvorenom ćelijastom strukturom i vrlo visokim stupnjem poroznosti, prilagođenim zahtjevima konkretne primjene.

U odnosu na prvotne postupke proizvodnje, današnje suvremene tehnologije omogućuju niže proizvodne troškove, veću pouzdanost procesa i bolju ponovljivost svojstava, što je pridonijelo njihovoj široj primjeni u različitim područjima industrije. Tome ponajprije pridonosi jedinstvena kombinacija male gustoće, dobre sposobnosti apsorpcije udarne energije te prigušenja vibracija i zvuka, zbog čega su metalne pjene posebno zanimljive za primjenu u automobilske industriji [93–95]. Zbog male mase, aluminijske pjene omogućuju smanjenje ukupne mase vozila čime smanjuju potrošnju goriva i emisije ispušnih plinova te povećavaju doseg vozila. Potonje je osobito važno kod električnih vozila, kod kojih smanjenje mase izravno doprinosi povećanju radijusa kretanja između dva punjenja baterije.

U automobilske industriji već postoji nekoliko primjera serijskih primjena metalnih pjena, iako je broj razvijenih prototipnih rješenja danas znatno veći. Tvrtka Alulight (Ranshofen, Austrija), u suradnji s Institutom za materijale i mehaniku strojeva (IMMM, Bratislava, Slovačka), razvila je prigušivač udara ugrađen u stražnji dio vozila Audi Q7 prve generacije koji se proizvodio od 2006. godine do 2015. godine, slika 2.10a. Ovaj se aluminijski element proizvodio u količini od približno 120 000 komada godišnje, što ga čini najzastupljenijim serijski proizvedenim elementom od aluminijske pjene u automobilske industriji [96].

Ista tvrtka razvila je i proizvodila ojačanja okvira vrata za Ferrari 360 Spider i 430 Spider. Uklanjanjem krova kod ovih kabrioletskih izvedbi znatno je smanjena torzijska krutost karoserije, a time i ukupna sigurnost vozila. Taj je nedostatak otklonjen ojačanjem okvira vrata ispunom šupljih profila aluminijskom pjenom, slika 2.10b. Na taj je način povećana krutost vozila, kao i sigurnost putnika bez značajnijeg povećanja ukupne mase. Serijska proizvodnja ovih ojačanih okvira iznosila je približno 6000 komada godišnje u razdoblju od 1999. godine do 2009. godine [98].



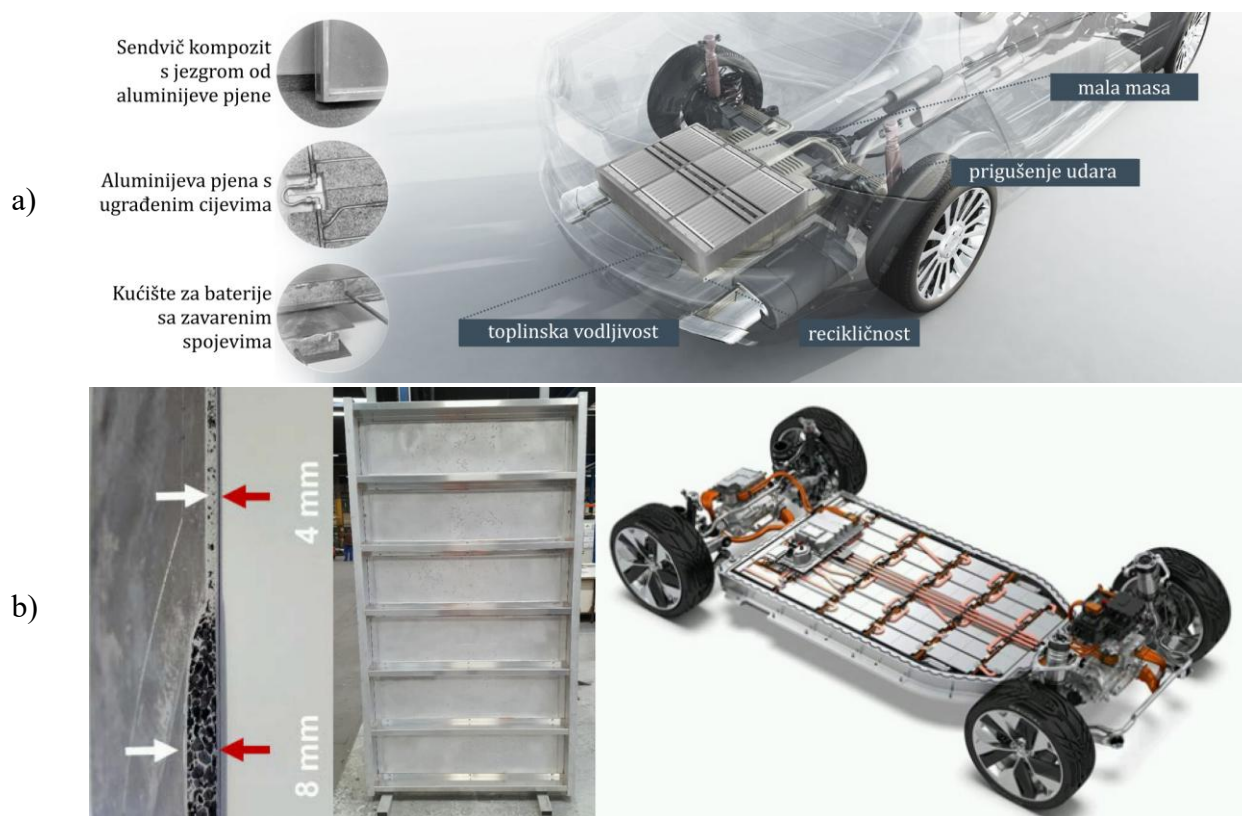
Slika 2.10 Primjena aluminijevih pjena u automobilskoj industriji: a) prigušivač udara za Audi Q7 [97]; b) ojačanje okvira vrata za Ferrari 360 Spider i 430 Spider [85]

Osim navedenih primjera serijske proizvodnje, razvijen je i velik broj konceptnih rješenja koja dodatno potvrđuju potencijal metalnih pjena u automobilskoj industriji. Primjerice, u jednom prototipu električnog vozila primijenjeni su aluminijski profili ispunjeni metalnom pjenom kako bi se povećala krutost konstrukcije i smanjile deformacije vozila pri sudaru [99]. Eksperimentalna ispitivanja provedena na prednjem krovnom nosaču Fordovog osobnog vozila pokazala su da primjena profila ispunjenog aluminijevom pjenom može povećati apsorpciju udarne energije za približno 30 % uz povećanje mase od svega 3 % u odnosu na standardnu izvedbu nosača [85].

Jedan od aktualnih projekata u ovom području jest ZEvRA (engl. *Zero Emission electric Vehicles enabled by haRmonised circulaRity*), koji se provodi uz financijsku potporu Europske unije. U projektu sudjeluju tvrtka Havel Metal Foam (Brandenburg an der Havel, Njemačka), Institut Fraunhofer za alatne strojeve i tehnologiju oblikovanja (Fraunhofer IWU, Chemnitz, Njemačka) te nekoliko sveučilišta i proizvođača automobila [100]. Cilj projekta nije samo razvoj pojedinačnih komponenti električnih vozila, već i optimizacija cjelokupnog proizvodnog procesa radi smanjenja emisija CO₂, budući da proizvodnja električnih vozila može rezultirati značajnim emisijama stakleničkih plinova [100].

Tvrtka Havel Metal Foam razvija i druge komponente poput odbojnika i ojačanih šupljih profila ispunjenih aluminijevom pjenom, s ciljem povećanja sigurnosti putnika i smanjenja vibracija tijekom vožnje. Osim toga, razvija i kućišta baterijskih sustava izrađena kao sendvič konstrukcije s jezgrom od aluminijeve pjene. Budući da baterijski sustavi električnih vozila imaju veliku masu te moraju biti učinkovito zaštićeni od mehaničkih oštećenja i istovremeno

osigurati učinkovito odvođenje topline, ovakva kućišta predstavljaju prikladno rješenje. Osim male mase i dobre sposobnosti apsorpcije udarne energije, u jezgrom od aluminijske pjene moguće je integrirati cijevni sustav za dodatno hlađenje baterija, slika 2.11a [97]. Slično kućište baterijskog sustava s jezgrom od aluminijske pjene konceptno je razvijeno i za izvedbu modela Jaguar I-Pace. U tom su rješenju baterije smještene u podvozju vozila, čime je sniženo težište i poboljšana vozna dinamika, slika 2.11b [99].



Slika 2.11 Kućišta baterija električnih vozila izrađena od aluminijskih pjena: a) kućište za baterije u prednjem dijelu vozila [97]; b) konceptno rješenje za Jaguar I-Pace s baterijama smještenim ispod putničkog dijela [99]

Tvrtka Pohltec (Köln, Njemačka), razvila je i serijski proizvodila nosače radnih platformi za kamionske dizalice izrađene u formi sendvič kompozita s jezgrom od aluminijske pjene. Primjenom takve konstrukcije masa nosača smanjena je za približno 100 kg, što je omogućilo da ukupna masa vozila ostane ispod 3,5 t uz doseg dizalice od 25 m. Time je znatno povećana komercijalna isplativost i dostupnost ovakvih kamionskih dizalica širem krugu korisnika jer je za njihovo upravljanje bila dovoljna vozačka dozvola B kategorije [85].

Zahvaljujući dobroj sposobnosti apsorpcije udarne energije, aluminijske pjene pronašle su važnu primjenu i u vojnoj i obrambenoj industriji. Tvrtka Cymat (Mississauga, Kanada)

proizvodi metalne pjene i sendvič konstrukcije koje se primjenjuju na vojnim vozilima, ponajprije za ojačanja karoserije i izradu zaštitnih panela. U takvim primjenama metalna pjena služi kao dodatni zaštitni sloj koji povećava sposobnost apsorpcije energije udara te razinu zaštite osoba unutar vozila u slučaju eksplozije ili drugih balističkih prijetnji [101].

U proizvodnji željezničkih vozila također postoji nekoliko primjera uspješne primjene aluminijskih pjena. Tvrtka Siemens (München, Njemačka) ugradila je prigušivače udara izrađene od aluminijske pjene proizvođača Alulight iza odbojnika tramvaja serije Combino, slika 2.12a. Slična rješenja primijenjena su i na električnim vlakovima u Nizozemskoj, gdje su prigušivači udara razvijeni u suradnji tvrtke Gleich (Kaltenkirchen, Njemačka) i Instituta za materijale i mehaniku strojeva (IMMM, Bratislava, Slovačka), slika 2.12b [85].



Slika 2.12 Apsorberi udara u pružnim vozilima: a) prigušivač za tramvaj; b) prigušivač za vlak [85]

Osim serijskih primjena, i u željezničkoj industriji razvijen je velik broj konceptnih rješenja koja potvrđuju značaj metalnih pjena. Jedan od takvih primjera je prototip prednjeg dijela lokomotive razvijen u suradnji tvrtki Havel Metal Foam, Voith (Ludwigsfelde, Njemačka) i Instituta Fraunhofer za alatne strojeve i tehnologiju oblikovanja (Fraunhofer IWU, Chemnitz, Njemačka), slika 2.13. Prototip je izrađen od zavarenih panela sendvič kompozita s jezgrom od aluminijske pjene i ugljičnih vlakana, čime je postignuto značajno smanjenje mase konstrukcije od približno 20 % uz zadržavanje potrebne krutosti i čvrstoće, te poboljšano prigušenje vibracija [97]. Dodatna prednost ovakvih sendvič panela jest mogućnost njihove primjene na zakrivljenim dijelovima konstrukcije, što kod sendvič kompozita sa sačastom jezgrom uglavnom nije moguće [85].



Slika 2.13 Prototip prednjeg dijela lokomotive izrađen od sendvič kompozita s jezgrom od aluminijske pjene [102]

Osim primjene u različitim prijevoznim sredstvima, metalne pjene sve se češće koriste i u sustavima za zaštitu od buke u prometu. Zahvaljujući dobroj sposobnosti apsorpcije zvuka, paneli izrađeni od aluminijskih pjena mogu se koristiti kao alternativa konvencionalnim bukobranima uz prometnice s velikim intenzitetom prometa, osobito u urbanim područjima, gdje je smanjenje buke važno za kvalitetu života. Budući da i željeznički promet predstavlja značajan izvor buke, bukobrani od aluminijskih pjena mogu se primijeniti i uz željezničke pruge [103]. Jedan od primjera takve primjene ostvarila je tvrtka Aluinvent (Felsőzsolca, Mađarska), koja je tijekom rekonstrukcije pojedinih postaja budimpeštanske podzemne željeznice ugradila panele od aluminijske pjene proizvedene recikliranjem aluminijskih limenki, slika 2.14. Njihova osnovna namjena bila je smanjenje razine buke na postajama, pri čemu su u panele ugrađeni i dodatni materijali s visokim koeficijentom apsorpcije zvuka. Završna ispitivanja pokazala su da tako izvedeni paneli premašuju zahtjeve investitora u pogledu učinkovitosti smanjenja buke [104].



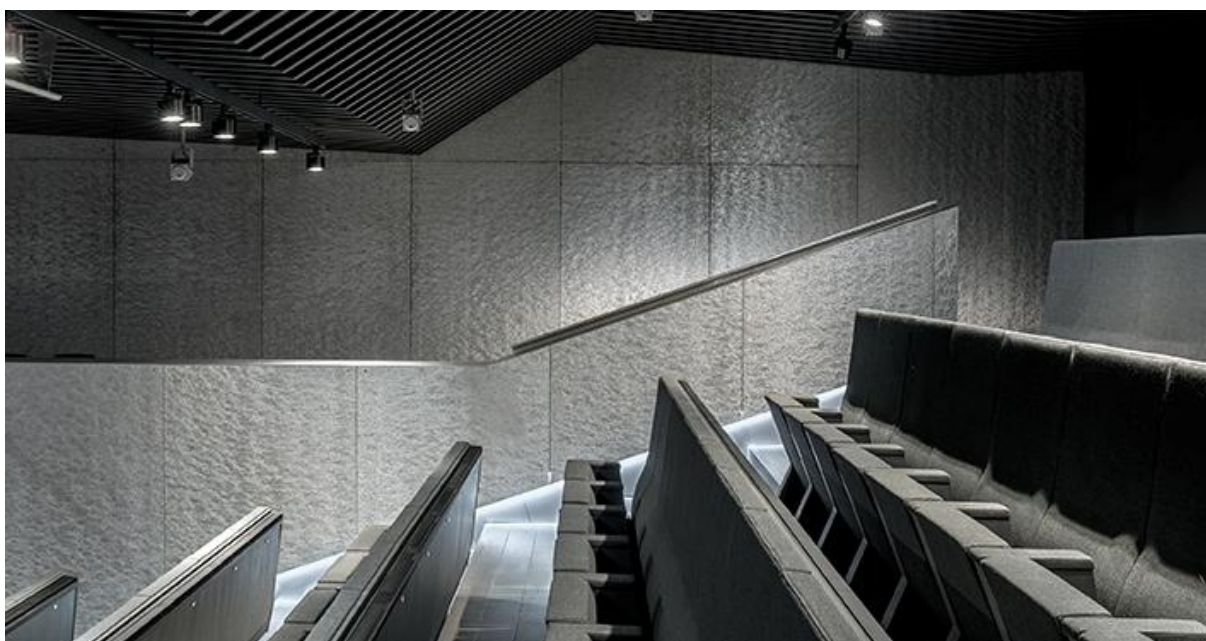
Slika 2.14 Zidni paneli za prigušenje buke na stanici podzemne željeznice u Budimpešti

Tvrtka Exxentis (Wettingen, Švicarska) proizvodi prigušivače od metalnih pjena za primjenu u pneumatskim uređajima i vatrenom oružju. U pneumatskim sustavima glavni izvor buke predstavlja naglo ispuštanje stlačenog zraka velike brzine. Ugradnjom prigušivača od aluminijskih pjena s otvorenim ćelijama, struja zraka prolazi kroz složenu mrežu međusobno povezanih ćelijastih kanala, pri čemu se značajno smanjuje intenzitet zvučnog vala. Osim smanjenja buke, takvi prigušivači imaju i dodatnu zaštitnu funkciju jer porozna struktura metalne pjene djeluje kao filter koji sprečava ulazak nečistoća u pneumatski sustav. Kod vatrene oružja izgaranjem baruta dolazi do naglog oslobađanja vrućih plinova visokog pritiska koji se pri izlasku iz cijevi brzo šire i stvaraju snažan zvučni udar. Prigušivači izrađeni od metalnih pjena smanjuju brzinu i temperaturu tih plinova jer oni prolaskom kroz otvorenu ćelijastu strukturu gube energiju uslijed trenja sa stijenkama ćelija, dok se toplina odvodi preko velike površine metalne strukture [105]. Primjeri različitih izvedbi prigušivača prikazani su na slici 2.15.



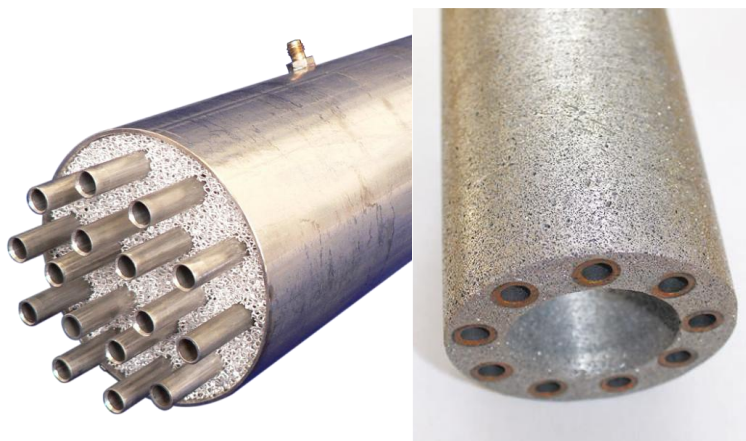
Slika 2.15 Primjeri prigušivača buke [105]

Sposobnost učinkovitog prigušenja zvuka aluminijevih pjena primjenjuje se i u arhitekturi, osobito u prostorima u kojima akustička svojstva imaju ključnu ulogu, poput koncertnih, kazališnih i konferencijskih dvorana, slika 2.16. U takvim prostorima odgovarajuće upravljanje zvukom važno je za postizanje optimalnog doživljaja slušatelja. Najčešće se koriste paneli izrađeni od metalnih pjena s otvorenim ćelijama, pri čemu se zvučni valovi višestruko reflektiraju unutar porozne strukture i gube dio energije pri prolasku kroz ćelije. Osim funkcionalne uloge u poboljšanju akustike prostora, aluminijeve pjene imaju i izraženu estetsku vrijednost. Njihova karakteristična porozna struktura i metalni izgled omogućuju arhitektima i dizajnerima oblikovanje vizualno atraktivnih i suvremenih interijera [85].



Slika 2.16 Zvučnoapsorpcijski paneli na zidu dvorane [101]

U području upravljanja topline posebno su zanimljive primjene aluminijevih pjena s otvorenim ćelijama. Zahvaljujući kombinaciji dobre toplinske vodljivosti osnovnog metala i velike specifične površine stijenci ćelija, aluminijeve pjene predstavljaju učinkovit materijal za primjenu u izmjenjivačima topline, hladnjacima elektroničkih sklopova te kao nosači fazno promjenjivih materijala (engl. *phase change materials*, PCM), slika 2.17 [106].



Slika 2.17 Izmjenjivači topline s aluminiјevim pjenama [105,106]

Kod dijelova koji sadrže PCM materijale, metalna pjena služi kao visokovodljiva matrica. Zahvaljujući njezinoj izvrsnoj toplinskoj vodljivosti, toplina se znatno brže prenosi u samo središte materijala [106,107]. Takvi se kompoziti koriste kao toplinski spremnici koji, ovisno o potrebama sustava, akumuliraju ili oslobađaju energiju. Taj se proces odvija primanjem i otpuštanjem latentne topline pri čemu materijal mijenja agregatno stanje, najčešće iz čvrstog u tekuće i obratno [108,109]. Pohrana latentne topline tijekom faznog prelaska omogućuje akumulaciju daleko veće količine energije u usporedbi s klasičnim, fazno stabilnim konstrukcijskim materijalima poput betona ili čelika. Međutim, većina PCM materijala ima relativno nisku toplinsku vodljivost, što ograničava brzinu izmjene topline. Integracijom PCM materijala u poroznu strukturu metalne pjene značajno se povećava efektivna toplinska vodljivost cijelog sustava, čime se ubrzava prijenos topline i podiže učinkovitost spremnika [109]. Implementacijom ovih materijala u zidove ili stropove zgrada omogućuje se pasivna regulacija unutarnje temperature bez dodatne potrošnje energije. Tijekom razdoblja visokih temperatura, PCM apsorbira višak topline i prelazi u kapljevito stanje, čime sprečava pregrijavanje prostora. Kada temperatura padne, materijal ponovo prelazi u čvrsto stanje i oslobađa pohranjenu toplinu, održavajući okolišnu temperaturu stabilnom. Za klimatski hladnija područja, gdje je cilj spriječiti prevelik pad unutarnje temperature, koriste se PCM materijali s temperaturom tališta između 18 °C i 22 °C, dok se za toplije krajeve odabiru materijali s nešto višim talištem. Ugradnjom panela s PCM materijalima koji mijenjaju agregatno stanje pri relativno niskim temperaturama znatno se unapređuje energetska učinkovitost modernih objekata [110].

Pjene s otvorenim ćelijama primjenjuju se i u sustavima za pročišćavanje tekućina i plinova gdje se čestice nečistoća mehanički zarobljavaju unutar pjenaste strukture i na površinama

stijenki njezinih ćelija. Primjer takve primjene je integracija ćelijastih metala u separatore zraka i ulja u mlaznim motorima koje proizvodi tvrtka ERG Aerospace (Sparks, Nevada, SAD), slika 2.18. Njihove metalne pjene, poznate pod komercijalnim nazivom Duocel, ugrađuju brojni renomirani proizvođači mlaznih motora. Metalna pjena u ovakvim separatorima omogućuje nesmetan prolazak smjese zraka i ulja kroz svoju visokoporoznu strukturu, pri čemu učinkovito odvaja kapljice ulja iz zračne struje [106].



Slika 2.18 Separator ulja i zraka u mlaznom motoru [106]

Osim tehničkih i funkcionalnih primjena, paneli aluminijskih pjena nalaze široku primjenu u arhitekturi i dizajnu. U tom kontekstu njihova primarna uloga nije konstrukcijska, već estetska, a temelji se na specifičnom vizualnom efektu porozne površine. Ovo područje ujedno predstavlja i ekonomski najisplativiji segment primjene ćelijastih metala. Budući da dizajn ne zahtijeva geometrijski složene oblike, proizvodnja je uglavnom orijentirana na jednostavne, ravne panele standardnih dimenzija, što rezultira relativno niskim proizvodnim troškovima. Primjer ovakve arhitektonske izvedbe nalazi se u Virovitici, gdje je fasada kogeneracijskog postrojenja bioenergane obložena panelima aluminijske pjene mađarskog proizvođača Aluinvent, slika 2.19. Slično kao kod panela korištenih za prigušivanje buke na stanicama podzemne željeznice u Budimpešti, i u ovom je projektu pjena proizvedena od recikliranog aluminija. Time se dodatno ističe ekološka komponenta cijelog objekta – ne samo kroz proizvodnju energije iz obnovljivih izvora, već i kroz implementaciju održivih, recikliranih materijala. Na fasadi su kombinirani paneli u različitim nijansama zelene boje, čime se i vizualno simbolizira koncept održivosti te proizvodnja energije iz biomase. Osim upečatljivog estetskog efekta, pjene s otvorenim ćelijama osiguravaju i prirodnu ventilaciju objekta. One omogućuju nesmetano odvođenje toplog zraka generiranog radom postrojenja, što izravno pridonosi hlađenju i povećanju ukupne energetske učinkovitosti građevine [104].



Slika 2.19 Fasadni paneli na kogeneracijskom postrojenju [104]

Brojne druge tvrtke, poput Cymata ili Pohlteca, također proizvode panele od aluminijskih pjena, primarno namijenjene izvedbi fasadnih obloga ili unutarnjem uređenju. Istaknuti primjeri implementacije ovih materijala obuhvaćaju interijersko rješenje Nacionalnog memorijalnog muzeja 11. rujna u New Yorku, kao i kompleks zgrade Fondacije Prada u Milanu. Na potonjem su objektu za oblikovanje eksterijera i interijera upotrijebljeni paneli Alusion kanadskog proizvođača Cymat, slika 2.20 [111].



Slika 2.20 Alusion paneli unutar Fondacije Prada [111]

3. EKSPERIMENTALNI DIO

Cilj ovog rada jest proizvodnja kompozitnih aluminijevih pjena ojačanih keramičkim česticama različitih udjela i promjera. Kao keramičko ojačanje odabrani su prahovi Al_2O_3 zbog njihove visoke tvrdoće i dobre kompatibilnosti s aluminijevom matricom. Očekuje se da će dodatak keramičkih čestica poboljšati mehanička svojstva aluminijevih pjena, posebice njihovu tlačnu čvrstoću.

Proces upjenjivanja proveden je uporabom praha CaCO_3 koji predstavlja troškovno isplativiju alternativu konvencionalno korištenom TiH_2 prahu. Tijekom toplinske razgradnje CaCO_3 oslobađa se plinoviti CO_2 koji omogućuje stvaranje porozne strukture unutar metalne matrice. Uzorci aluminijevih pjena izrađeni su metodom upjenjivanja kompaktiranih prekursora proizvedenih postupkom metalurgije praha.

Kako bi se ostvario cilj istraživanja i potvrdila hipoteza da je primjenom postupka upjenjivanja prekursora aluminijskog proizvedenog metalurgijom praha, koji sadrže kalcijev karbonat kao sredstvo za upjenjivanje i Al_2O_3 kao keramičko ojačanje, moguće proizvesti stabilne aluminijske pjene s jednakim ili poboljšanim mehaničkim svojstvima u odnosu na neojačane, konvencionalno upjenjene aluminijske pjene, metodologija istraživanja podijeljena je u sljedeće koraka:

- Izbor polaznih prahova;
- Karakterizacija polaznih prahova;
- Definiranje statističkog plana pokusa;
- Izrada prekursora aluminijevih pjena:
 - Miješanje prahova;
 - Hladno izostatsko prešanje;
 - Vruće ekstrudiranje;
- Ispitivanje ekspanzije prekursora;
- Izrada aluminijevih pjena;
- CT skeniranje aluminijevih pjena;
- Ispitivanje mehaničkih svojstava:
 - Određivanje tlačne čvrstoće;
 - Određivanje količine apsorbirane energije;
 - *In-situ* CT skeniranje tijekom tlačnog opterećivanja;

- Ispitivanje tvrdoće materijala;
- Statistička analiza i evaluacija dobivenih rezultata istraživanja.

Karakterizacija odabranih prahova napravljena je na Fakultetu kemijskog inženjerstva i tehnologije Sveučilišta u Zagrebu (FKIT), gdje su analizirana njihova morfološka, fizikalno-kemijska i toplinska svojstva. Izrada prekursora te njihovo upjenjivanje provedeni su na Institutu za materijale i mehaniku strojeva Slovačke akademije znanosti (engl. *Institute of Materials and Machine Mechanics, Slovak Academy of Sciences, IMMM*). Ispitivanja svojstava proizvedenih prekursora, kao i uzoraka aluminijskih pjena odrađena su na više ustanova. Mjerenje gustoće kompaktiranih prekursora također je provedeno na IMMM-u, dok su na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu (FSB) ispitana njihova upjenjivost i tvrdoća. Na Institutu za teorijsku i primijenjenu mehaniku Češke akademije znanosti (engl. *Institute of Theoretical and Applied Mechanics, Czech Academy of Sciences, ITAM*) provedena su ispitivanja tlačnih svojstava aluminijskih pjena, na temelju kojih je određena i njihova sposobnost apsorpcije energije. Na istoj ustanovi provedeno je i CT skeniranje upjenjenih uzoraka prije tlačnog opterećivanja, kao i *in-situ* CT skeniranje nekoliko uzoraka tijekom tlačnog ispitivanja.

3.1. Izbor polaznih prahova

U svrhu izrade aluminijskih pjena ojačanih keramičkim česticama postupkom metalurgije praha, kao osnovni materijal odabran je prah tehnički čistog aluminija (čistoća 99,7 %, Metallpulver24, Njemačka). Prednost je dana aluminijskom prahu zbog njegova relativno niskog tališta (660 °C) te činjenice da razgradnja CaCO_3 , praćena oslobađanjem plinovitog CO_2 , započinje tek pri temperaturama oko 650 °C [8,20], kada je aluminijska matrica već omekšana ili djelomično rastaljena, što omogućuje učinkovito upjenjivanje i stabilizaciju ćelijaste strukture. Nasuprot tome, kod legura s višim talištem, plin oslobođeni razgradnjom ovog sredstva ne bi mogao efikasno upjeniti matricu ili bi do upjenjivanja došlo samo djelomično, ovisno o temperaturi tališta legure. S druge strane, kod metala i legura čije je talište znatno niže od temperature razgradnje sredstva za upjenjivanje, matrica bi se prerano rastalila s obzirom na proces oslobađanja plina, što bi nepovoljno utjecalo na proces formiranja stabilne pjenaste strukture. Prema navodima dobavljača, promjer čestica odabranog aluminijskog praha iznosi do približno 100 μm .

Za proces upjenjivanja odabran je prah CaCO_3 (čistoća 98,5 %, Gram-mol, Hrvatska) zbog nekoliko prednosti u odnosu na konvencionalno sredstvo u obliku TiH_2 praha. Glavne prednosti CaCO_3 su niža cijena, koja omogućuje troškovno isplativiju proizvodnju te veću dostupnost i širu primjenu aluminijevih pjena, kao i temperatura njegove toplinske razgradnje, koja je vrlo bliska temperaturi tališta čistog aluminija. Nasuprot tome, razgradnja TiH_2 započinje pri znatno nižim temperaturama [7,8]. Dodatna prednost CaCO_3 jest njegova gustoća, koja je gotovo jednaka gustoći aluminija ($\rho(\text{Al}) = 2,7 \text{ g/cm}^3$; $\rho(\text{CaCO}_3) = 2,71 \text{ g/cm}^3$) [112], čime se olakšava miješanje prahova i postizanje homogenije raspodjele sredstva za upjenjivanje unutar aluminijeve matrice.

Za ojačanje aluminijevih pjena odabran je prah Al_2O_3 (Almatis, Njemačka). Ovaj keramički materijal odlikuju visoka tvrdoća i dobra kompatibilnost s aluminijevom matricom. Osim toga, prema recentnoj znanstvenoj literaturi, istraživanja aluminijevih pjena ojačanih Al_2O_3 česticama relativno su malobrojna u usporedbi s istraživanjima pjena ojačanih SiC česticama, za koje danas postoje dobro utemeljene spoznaje o utjecaju na mikrostrukturu i mehanička svojstva upjenjenog aluminija. Navedeni nedostatak posebno dolazi do izražaja uzme li se u obzir da se za upjenjivanje prekursora koristi prah CaCO_3 .

U istraživanju su korištene dvije vrste Al_2O_3 praha, PSG300 i PSG100. Prema podacima proizvođača, oba praha imaju čistoću od 99,7 %, a razlikuju se po promjeru čestica. Za prah PSG300 promjer čestica iznosi $d_{50} = 4,5 \text{ }\mu\text{m}$, dok je prah PSG100 kvantificiran s $d_{50} = 75 \text{ }\mu\text{m}$ [113]. Vrijednost d_{50} predstavlja medijalni promjer čestica, odnosno vrijednost pri kojoj je 50 % čestica manje, a 50 % veće od navedene vrijednosti. Kako bi se omogućilo ispitivanje utjecaja triju različitih promjera Al_2O_3 čestica, prah PSG100 dodatno je podvrgnut postupku prosijavanja na dvije različite frakcije. Prosijavanje je provedeno na vibracijskom situ AS 200 (Retsch, Njemačka) primjenom sita nazivnih dimenzija otvora $63 \text{ }\mu\text{m}$ i $100 \text{ }\mu\text{m}$.

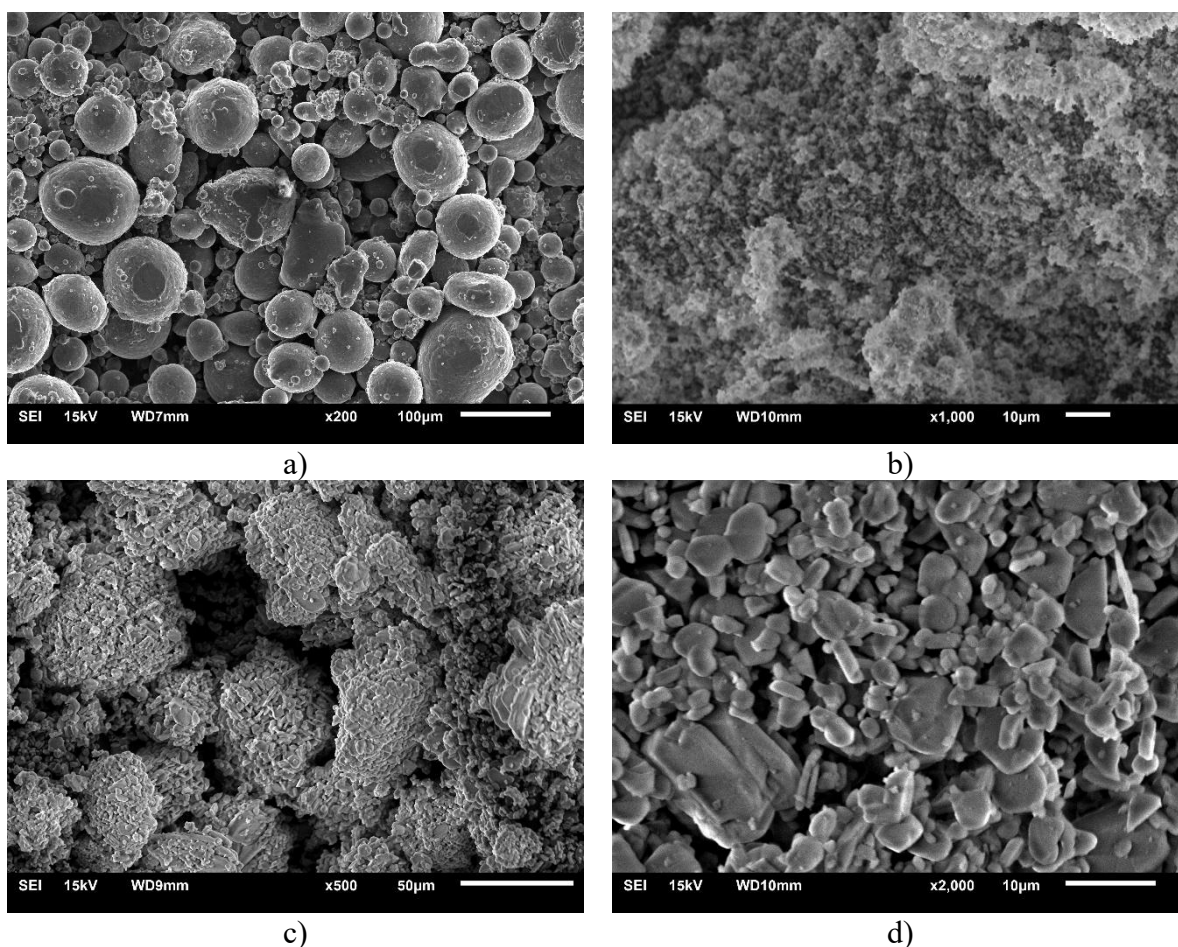
3.2. Karakterizacija polaznih prahova

Za karakterizaciju korištenih prahova primijenjene su različite metode kojima su određena njihova morfološka svojstva, fazni i kemijski sastav te raspodjela promjera čestica. Navedene analize provedene su na svim korištenim prahovima, dok je dodatno za CaCO_3 prah napravljena i analiza njegova ponašanja pri povišenim temperaturama radi određivanja temperature početka

toplinske razgradnje i oslobađanja plinovite faze. Poznavanje navedenih parametara ključno je za odabir odgovarajućih procesnih uvjeta upjenjivanja prekursora.

3.2.1. Analiza morfologije i kemijskog sastava

Morfološka analiza korištenih prahova provedena je na SEM uređaju JSM-7600F (JEOL, Japan) pri naponu od 15 kV i radnoj udaljenosti od 7 mm. SEM analiza omogućuje uvid u morfologiju čestica, uključujući njihov oblik, promjer i stupanj aglomeracije. Reprezentativni oblici korištenih prahova prikazani su na slici 3.1.



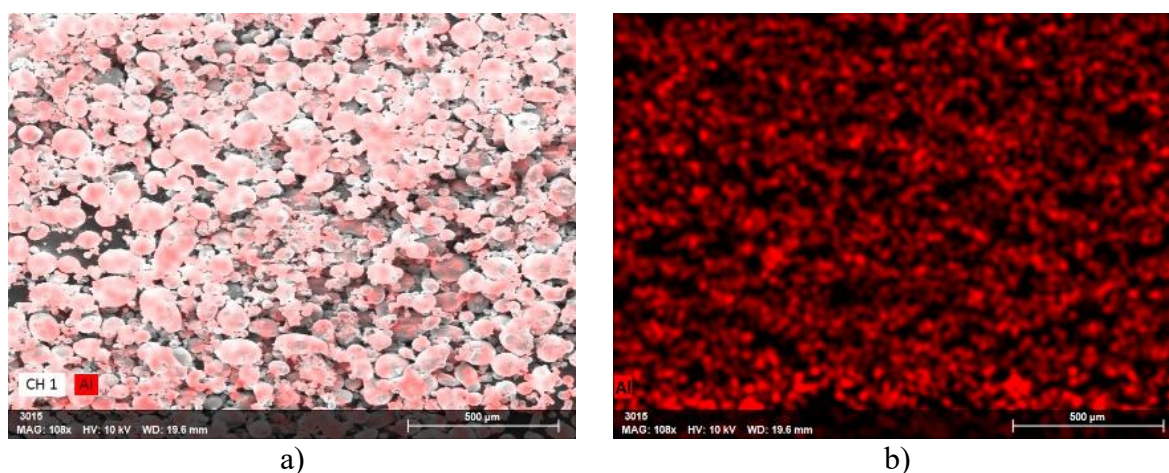
Slika 3.1 SEM slike prahova: a) aluminij; b) CaCO_3 ; c) Al_2O_3 (PSG100);
d) Al_2O_3 (PSG300)

Na slici 3.1a vidljivo je da je većina čestica aluminijevog praha zaobljenog, odnosno približno sferičnog oblika, uz manji udio elipsoidnih čestica, što je karakteristično za prahove proizvedene postupkom plinske atomizacije. Promjer čestica obuhvaćaju relativno širok raspon, od približno 10 μm do 100 μm , što je u skladu s podacima proizvođača [114]. Takva raspodjela

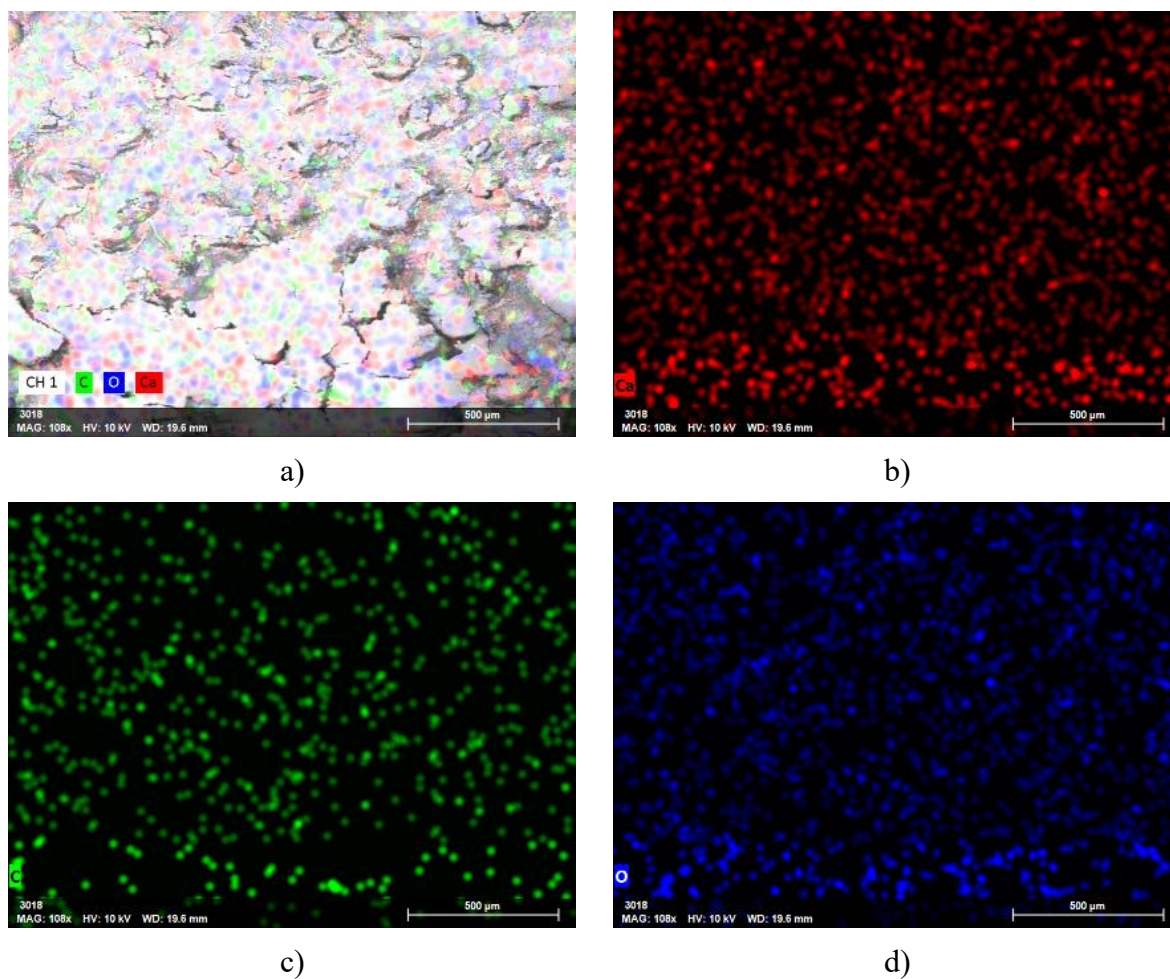
promjera čestica pogoduje procesu kompaktiranja jer manje čestice ispunjavaju međuprostore između većih čestica, čime se povećava gustoća prešanog prekursora.

CaCO_3 prah (slika 3.1b) sastoji se od aglomerata vrlo sitnih čestica nepravilnog oblika. Prah Al_2O_3 PSG100 (slika 3.1c) također karakteriziraju sitne, aglomerirane čestice pretežno izduženog oblika. Nasuprot tome, kod praha Al_2O_3 PSG300 (slika 3.1d) uočavaju se pojedinačne, neaglomerirane čestice koje su većinom štapičastog ili zaobljenog oblika.

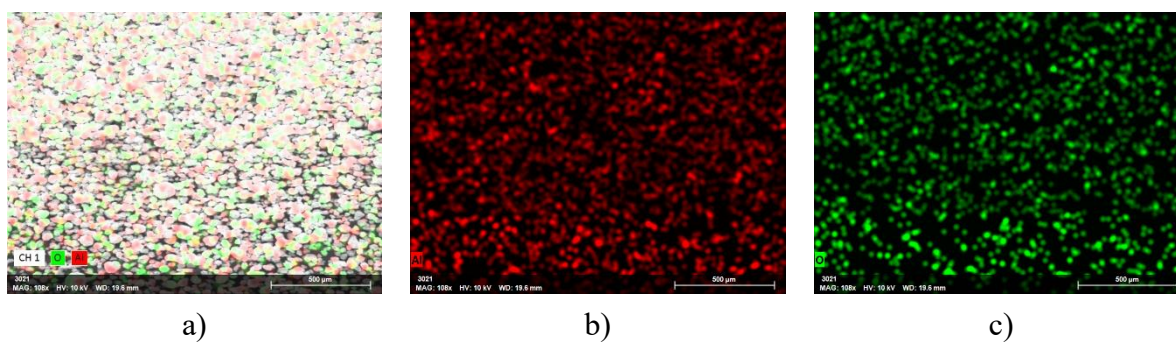
Mikroanaliza kemijskog sastava prahova provedeno je na SEM uređaju VEGA 3 Easyprobe (Tescan, Češka) opremljenog EDS detektorom XFlash 6-30 (Bruker, Massachusetts, SAD). Dobiveni rezultati prikazani su na slikama 3.2 – 3.5. Analiza je pokazala da kemijski sastavi svih ispitivanih prahova odgovaraju očekivanim vrijednostima za navedene materijale. Za prah CaCO_3 određeni su maseni udjeli Ca, C i O u omjeru 41,55 : 10,29 : 48,16, dok teorijski izračunat omjer, temeljen na relativnim atomskim masama, iznosi 40,04 : 12,00 : 47,96 [112]. Kod praha Al_2O_3 PSG100 izmjeren je maseni omjer Al i O od 53,73 : 46,27, dok je za prah Al_2O_3 PSG300 prah određen omjer 56,10 : 43,90. Teorijski maseni omjer za Al_2O_3 iznosi 52,93 : 47,07 [112]. Uočena manja odstupanja između izmjerenih i teorijskih vrijednosti mogu se pripisati ograničenjima EDS metode, koja je osjetljiva na topografiju uzorka, nečistoće na površini, hrapavost površine i lokalnu heterogenost analiziranog područja.



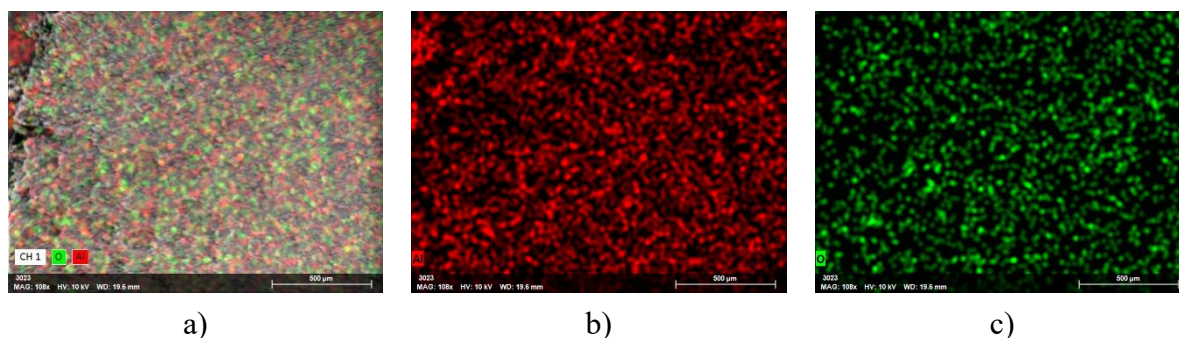
Slika 3.2 EDS analiza praha Al: a) mapiranje elemenata; b) raspodjela Al



Slika 3.3 EDS analiza praha CaCO_3 : a) mapiranje elemenata; b) raspodjela Ca; c) raspodjela C; d) raspodjela O



Slika 3.4 EDS analiza praha Al_2O_3 PSG100: a) mapiranje elemenata; b) raspodjela Al; c) raspodjela O



Slika 3.5 EDS analiza praha Al_2O_3 PSG300: a) mapiranje elemenata; b) raspodjela Al; c) raspodjela O

3.2.2. Analiza faznog sastava prahova

Za određivanje faza u strukturi korištena je XRD metoda koja općenito omogućuje identifikaciju faza, određivanje kristalne strukture s obzirom na tip kristalne rešetke i njezinu simetriju, određivanje Millerovih indeksa kristalnih ravnina, procjenu dimenzija kristala, te mjerenje stupnja kristalnosti.

XRD analiza temelji se na difrakciji rendgenskih zraka na kristalnim ravninama ispitivanog uzorka. Pri tome dolazi do interferencije raspršenih rendgenskih zraka kada je zadovoljen Braggov uvjet. Položaj i intenzitet difrakcijskih maksimuma određen je Braggovom jednadžbom, koja uspostavlja odnos između kuta difrakcije, valne duljine rendgenskog zračenja i međuravninskog razmaka kristalnih ravnina, jednadžba 3.1 [115]:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \quad (3.1)$$

gdje je:

n – red difrakcije;

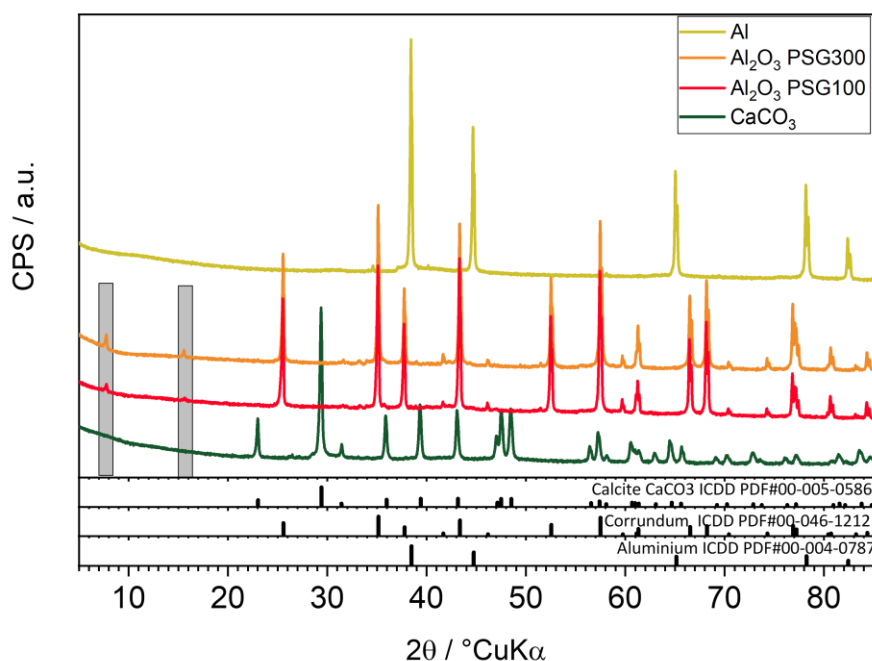
λ – valna duljina rendgenskih zraka, nm;

d – razmak između kristalnih ravnina, nm;

θ – kut između upadnih zraka i ravnine kristala, °.

U ovom radu XRD analiza provedena je radi određivanja faznog sastava svih korištenih prahova. Analiza je provedena na difraktometru D8 Advance (Bruker, Massachusetts, SAD) s bakrenom anodom ($\text{CuK}\alpha$) kao izvorom rendgenskog zračenja. Difraktogrami su snimani u području kuta difrakcije 2θ od 5° do 85° , uz korak snimanja od $0,02^\circ$ i vrijeme akvizicije od

0,6 s po koraku. Mjerenja su provedena pri naponu od 40 kV i jakosti struje od 25 mA. Dobiveni difraktogrami analiziranih prahova prikazani su na slici 3.6.



Slika 3.6 Difraktogrami analiziranih prahova

Analizom difraktograma CaCO_3 praha potvrđena je prisutnost kalcita, što je u skladu s očekivanim faznim sastavom ovog materijala. Difraktogram aluminijevog praha pokazuje karakteristične difrakcijske vrhove koji odgovaraju kristalnoj strukturi aluminija. Analizom Al_2O_3 prahova PSG100 i PSG300 utvrđena je dominantna prisutnost korunda ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), uz manje udjele kalcijeva aluminata ($\text{CaO}(\text{Al}_2\text{O}_3)_{11}$) pri čemu se njihov udio neznatno razlikuje između dvije vrste praha.

Dimenzija kristala određena je primjenom Scherrerove jednadžbe, koja uspostavlja odnos između širine difrakcijskih maksimuma i prosječne dimenzije kristala, jednadžba 3.2 [116]:

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \sin \theta} \quad (3.2)$$

gdje je:

D – dimenzija kristala, nm;

K – Scherrerova konstanta, 0,9;

λ – valna duljina rendgenskih zraka, za $\text{CuK}\alpha$: $\lambda = 0,15406$ nm;

β – širina difrakcijskog vrha, rad;

θ – kut između upadnih zraka i ravnine kristala, rad.

Izračunate vrijednosti dimenzija kristala (D , nm) i parametara kristalne rešetke prikazane su u tablici 3.1. Aluminij kristalizira u plošno centriranoj kubičnoj kristalnoj rešetci, pri čemu su sva tri parametra rešetke međusobno jednaka. Nasuprot tome, prahovi CaCO_3 i Al_2O_3 kristaliziraju u trigonskom sustavu. Kalcit (CaCO_3) ima romboedarsku kristalnu rešetku, dok korund (Al_2O_3) kristalizira u heksagonskoj gusto složenoj kristalnoj rešetci, zbog čega se parametri rešetke a i c međusobno razlikuju. U tablici 3.1 nisu prikazana standardna odstupanja dimenzija kristala CaCO_3 praha jer na njegovu difraktogramu prevladava samo jedan difrakcijski maksimum, što nije omogućilo statističku obradu rezultata.

Tablica 3.1 Izmjerene dimenzije kristala i parametri rešetki

Prah	D , nm	a , nm	c , nm
Aluminij	$67,0 \pm 9,7$	0,405	—
CaCO_3	40,2	0,499	1,705
Al_2O_3 (PSG100)	$57,2 \pm 5,6$	0,481	1,304
Al_2O_3 (PSG300)	$78,9 \pm 9,4$	0,478	1,301

3.2.3. Mjerenje promjera čestica prahova

Raspodjela promjera čestica prahova određena je metodom laserske difrakcije pomoću uređaja Analysette 22 (Fritsch, Njemačka). Analiza je provedena metodom mokre disperzije, pri čemu su čestice praha raspršene u tekućem mediju kako bi se dobila homogena suspenzija i omogućilo precizno određivanje raspodjele promjera čestica. Kod metode mokre disperzije prah se najčešće dispergira u destiliranoj vodi, pod uvjetom da s njom ne reagira i da se u njoj ne otapa. Prema potrebi mogu se dodati aditivi koji poboljšavaju disperziju čestica ili se umjesto vode mogu koristiti organska otapala. Tijekom mjerenja suspenzija se kontinuirano miješa, dok laserska zraka pogađa čestice praha. Ovisno o promjeru čestica, svjetlost se raspršuje pod različitim kutovima. Detektori bilježe intenzitet i raspodjelu raspršene svjetlosti, a softver uređaja na temelju dobivenih podataka izračunava promjere čestica.

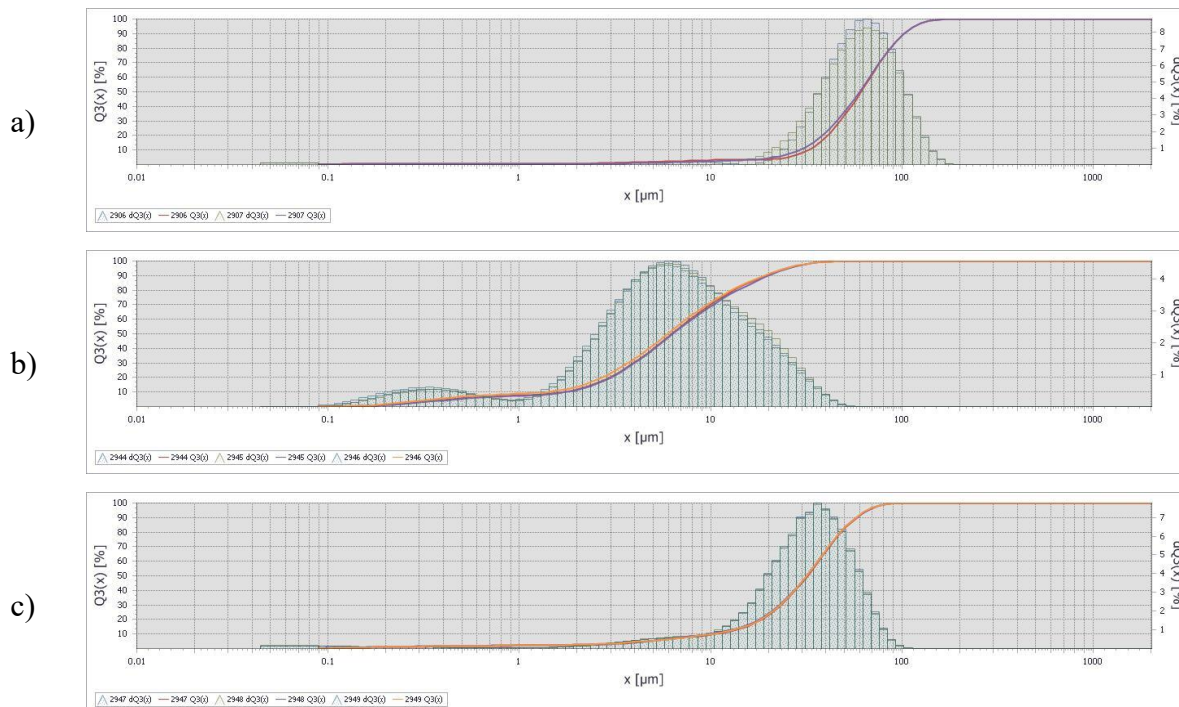
Analizirani su prahovi aluminija, CaCO_3 te Al_2O_3 s tri različita promjera čestica, a dobiveni rezultati prikazani su u tablici 3.2. Parametar d_{50} predstavlja medijan raspodjele promjera čestica kako je već ranije objašnjeno, dok d_{90} označava vrijednost ispod koje se nalazi 90 % ukupnog volumena čestica. Ispitivanja prahova aluminija i CaCO_3 provedena su dva puta, dok

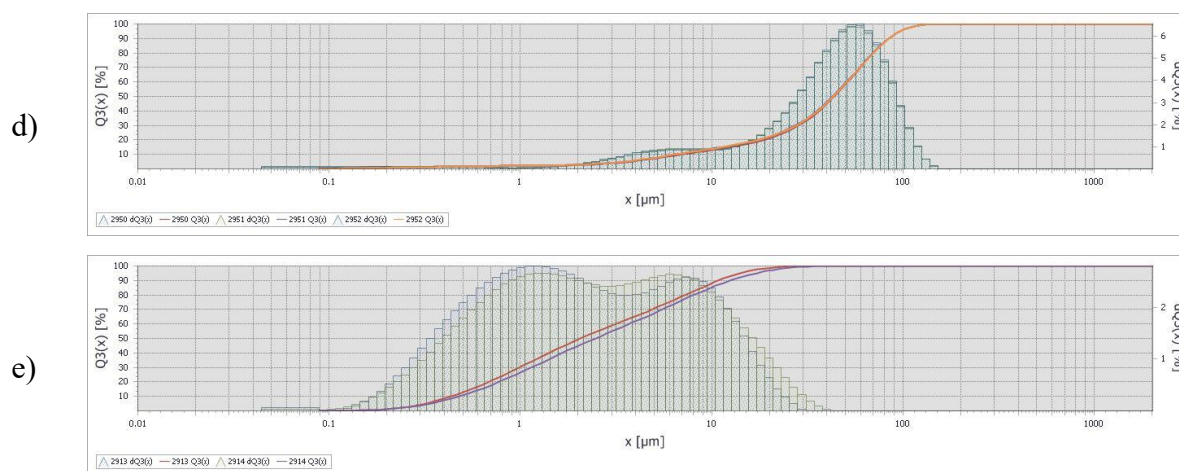
su za svaki Al_2O_3 prah provedena tri ponavljanja. U tablici 3.2 prikazane su srednje vrijednosti s pripadajućim standardnim odstupanjem.

Tablica 3.2 Izmjereni promjeri čestica prahova

Prah	d_{50} , μm	d_{90} , μm
Aluminij	$60,3 \pm 0,6$	$102,5 \pm 0,3$
CaCO_3	$2,3 \pm 0,2$	$11,7 \pm 0,8$
Al_2O_3 (PSG300)	$6,2 \pm 0,2$	$19,4 \pm 0,5$
Al_2O_3 (PSG100 prosijan na situ 63 μm)	$26,9 \pm 0,2$	$57,5 \pm 0,3$
Al_2O_3 (PSG100 prosijan na situ 100 μm)	$43,3 \pm 0,3$	$89,4 \pm 0,2$

Raspodjele promjera čestica analiziranih prahova prikazane su na slici 3.7. Svih pet dijagrama prikazuje raspodjelu promjera čestica u obliku stupičastih histogram-frekvencija i dvije ili tri kumulativnih krivulja. Promjer čestica prikazan je na osi apscisa u logaritamskom mjerilu. Na lijevoj ordinatnoj osi prikazane su kumulativne vrijednosti raspodjele, $Q_3(x)$, dok su na desnoj osi predočene individualne vrijednosti udjela čestica, $dQ_3(x)$.





Slika 3.7 Raspodjela promjera čestica analiziranih prahova: a) aluminij; b) Al_2O_3 PSG300; c) Al_2O_3 PSG100 (prosijan na situ 63 μm); d) Al_2O_3 PSG100 (prosijan na situ 100 μm); e) CaCO_3

Dijagrami pokazuju da se uzorci međusobno razlikuju po širini raspodjele, dominantnom promjeru čestica i nagibu kumulativnih krivulja. Za prah aluminija vidljiva je i unimodalna raspodjela promjera čestica, kod praha Al_2O_3 prisutna je blago bimodalna raspodjela, dok prah CaCO_3 karakterizira posve bimodalna distribucija promjera čestica. Kod praha aluminija histogram je relativno uzak te prevladavaju čestice koje su uglavnom jednakog promjera, slika 3.7a. Histogram na slici 3.7b pokazuje širi spektar promjera čestica praha Al_2O_3 PSG300. Ove čestice su heterogenije, a kumulativna krivulja je manje strma. Na slikama 3.7c i 3.7d uočava se blago bimodalna raspodjela promjera čestica praha Al_2O_3 PSG100 prosijanog na situ nazivne dimenzije otvora 63 μm , odnosno 100 μm . Histogrami pokazuju dvije više ili manje izražene grupe čestica te kumulativna krivulja ima karakteristične stepenaste prijelaze. Bimodalna i relativno široka distribucija promjera čestica praha CaCO_3 prikazana na slici 3.7e ukazuje na prisutnost većinom sitnih čestica koje se nalaze u širokom rasponu promjera, što potvrđuje i blago položena kumulativna krivulja.

Iako za prah Al_2O_3 PSG300 proizvođač navodi prosječan promjer čestica $d_{50} = 4,5 \mu\text{m}$, prilikom mjerenja izmjeren je nešto veći promjer čestica od $d_{50} = 6,187 \mu\text{m}$, dok je za neprosijan PSG100 prah utvrđena vrijednost $d_{50} = 68,370 \mu\text{m}$, što je nešto manje od deklarirane vrijednosti [113]. Zbog potrebe za razvrstavanjem čestica praha PSG100, njegovim prosijavanjem na situ granulacije 100 μm izmjeren je medijalni promjer čestica $d_{50} = 43,307 \mu\text{m}$, odnosno $d_{50} = 26,817 \mu\text{m}$ za prosijavanje na situ granulacije 63 μm . Prah CaCO_3 u pravilu sadrži vrlo sitne čestice, ali one pokazuju izraženu sklonost aglomeraciji, kako je ranije navedeno.

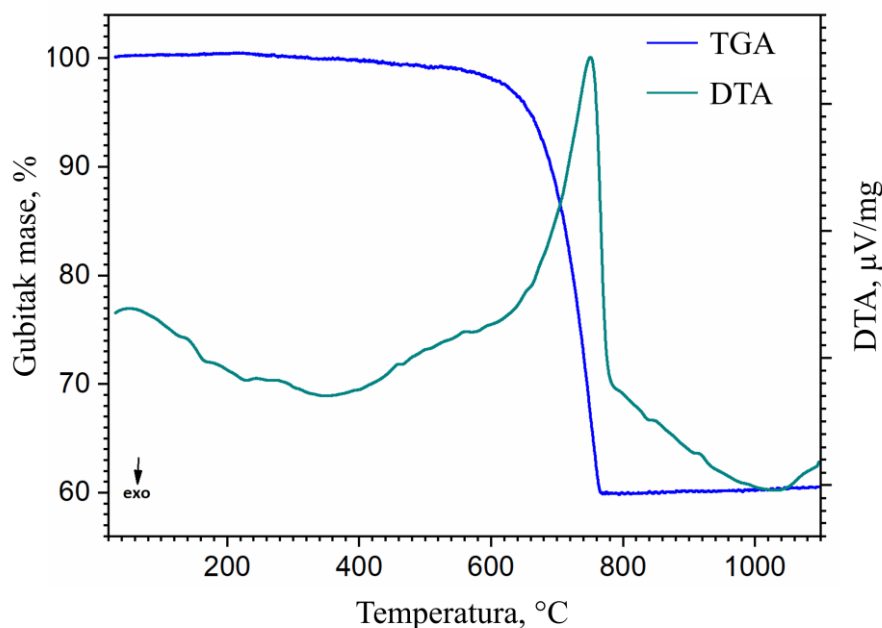
3.2.4. Toplinske analize sredstva za upjenjivanje

Kao sredstvo za upjenjivanje kompaktiranih prekursora korišten je prah CaCO_3 koji je zbog svoje sklonosti toplinskoj razgradnji pogodan za tu namjenu. Tijekom zagrijavanja CaCO_3 se razlaže na krutu (CaO) i plinovitu fazu (CO_2), pri čemu nastali CO_2 ostaje zarobljen unutar metalne matrice te uzrokuje formiranje ćelijaste strukture. Razgradnja CaCO_3 praha započinje tek pri povišenim temperaturama i odvija se unutar određenog temperaturnog intervala.

Kako bi se detaljnije analiziralo toplinsko ponašanje CaCO_3 praha, provedene su termogravimetrijska analiza (TGA) i diferencijalna toplinska analiza (DTA). Termogravimetrijska analiza omogućuje praćenje promjene mase uzorka (gubitka ili povećanja) u funkciji temperature i vremena tijekom zagrijavanja ili hlađenja u kontroliranoj atmosferi. U slučaju CaCO_3 promjena mase posljedica je procesa dekarbonizacije, odnosno razgradnje na CaO i CO_2 . Na temelju TGA krivulje moguće je odrediti karakteristične temperature početka i završetka razgradnje, kao i ukupni gubitak mase uzorka.

Diferencijalna toplinska analiza temelji se na mjerenju razlike u temperaturi između uzorka i referentnog materijala tijekom zagrijavanja ili hlađenja pri jednakoj brzini. Ovom metodom mogu se detektirati endotermni (apsorpcija topline) i egzotermni procesi (oslobađanje topline) koji prate fizikalne i kemijske promjene u materijalu. U slučaju CaCO_3 praha, razgradnja je praćena endotermnim efektom, budući da je za dekarbonizaciju potrebna apsorpcija toplinske energije.

Navedene analize provedene su na kombiniranom DTA/TGA uređaju STA 409C (Netzsch, Njemačka) u temperaturnom rasponu od $40\text{ }^\circ\text{C}$ do $1100\text{ }^\circ\text{C}$ uz brzinu zagrijavanja od $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$. Uzorci praha analizirani su u struji sintetičkog zraka pri protoku od $30\text{ cm}^3/\text{min}$, a kao referentni materijal korišten je korund (Al_2O_3). Rezultati DTA i TGA analize predloženi su dijagramom na slici 3.8, pri čemu plava linija označava promjenu mase uzorka (TGA krivulja), dok je DTA krivulja prikazana zelenom linijom.



Slika 3.8 DTA/TGA krivulje toplinske razgradnje CaCO_3 praha

Analizom TGA krivulje utvrđeno je da masa analiziranog praha ostaje gotovo nepromijenjena do približno 600 $^{\circ}\text{C}$. Zabilježeni, tek vrlo mali gubitak mase, može se pripisati isparavanju adsorbirane vlage. Iznad 600 $^{\circ}\text{C}$ započinje toplinska razgradnja CaCO_3 popraćena postupnim gubitkom mase uzorka. Značajniji gubitak mase javlja se pri temperaturi oko 640 $^{\circ}\text{C}$, kada dolazi do intenzivnijeg oslobađanja CO_2 . Razgradnja CaCO_3 nastavlja se s porastom temperature te završava na približno 770 $^{\circ}\text{C}$, uz ukupni gubitak mase od 40 %.

DTA krivulja pokazuje pojavu slabog endotermnog efekta u temperaturnom području od približno 400 $^{\circ}\text{C}$ do 600 $^{\circ}\text{C}$, što upućuje na početak procesa dekarbonizacije. Daljnjim zagrijavanjem intenzitet endotermnog efekta raste te doseže maksimum tijekom intenzivnije razgradnje CaCO_3 , koja se odvija do približno 770 $^{\circ}\text{C}$.

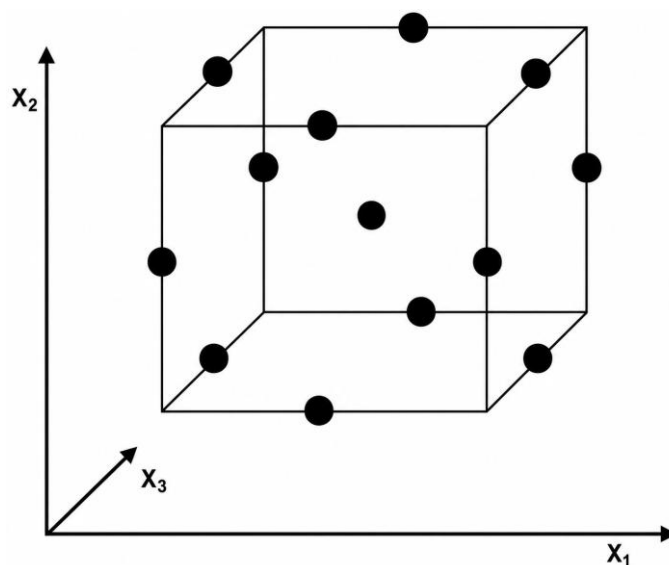
Dobiveni rezultati DTA i TGA analiza potvrđuju prikladnost CaCO_3 kao sredstva za upjenjivanje, budući da se njegova razgradnja odvija u temperaturnom području neposredno iznad tališta aluminija, čime se omogućuje učinkovito formiranje ćelijaste strukture.

3.3. Definiranje statističkog plana pokusa

Za izradu prekursora različitih kemijskih sastava primijenjen je Box-Behnkenov plan pokusa (engl. *Box-Behnken design*, BBD) čiji je cilj smanjiti ukupan broj potrebnih eksperimenata uz istovremeno omogućavanje analize utjecaja pojedinih procesnih parametara i njihovih međudjelovanja na promatrana svojstva materijala.

U ovom istraživanju razmatrane su tri varijable: maseni udio CaCO_3 , maseni udio Al_2O_3 i promjer čestica Al_2O_3 . Svaki od navedenih parametara analiziran je na tri razine. Potpuni faktorski plan pokusa zahtijevao bi ispitivanje svih mogućih kombinacija parametara, odnosno ukupno $3^3 = 27$ eksperimentalnih stanja. Primjenom BBD plana pokusa, broj potrebnih kombinacija smanjen je na 13, uz preporuku da se središnja (centralna) točka ponovi najmanje tri puta radi procjene eksperimentalne pogreške i provjere ponovljivosti rezultata.

Raspored ispitnih točaka prema BBD planu pokusa za tri varijable na tri razine prikazan je na slici 3.9.



Slika 3.9 Box-Behnken plan pokusa s pripadajućim kombinacijama parametara [117]

Kod BBD plana pokusa isključuju se kombinacije u kojima se sve varijable istovremeno nalaze na najvišoj ili najnižoj razini. Time se izbjegava provođenje eksperimenata pri ekstremnim vrijednostima parametara, koje često nisu nužne za pouzdano modeliranje odziva, a mogu biti tehnološki nepovoljne ili teško izvedive [117]. Ukupan broj potrebnih kombinacija parametara određuje se prema jednadžbi 3.2:

$$N = 2 \cdot k \cdot (k - 1) + C_0 \quad (3.2)$$

pri čemu je:

N – potreban broj kombinacija parametara;

k – broj promatranih parametara;

C_0 – broj ponavljanja centralne točke.

Vrijednosti razmatranih parametara prikazane su u tablici 3.3. U BBD planu pokusa srednja razina pojedinog parametara označava se vrijednošću „0“, dok su donja i gornja razina označene vrijednostima „-1“ i „+1“. Radi jednostavnijeg praćenja rezultata i označavanja uzoraka, prahovi Al_2O_3 s medijalnim promjerom čestica $d_{50} = 6,2 \mu\text{m}$, $d_{50} = 26,8 \mu\text{m}$ i $d_{50} = 43,3 \mu\text{m}$ u daljnjem tekstu su označeni kao prahovi promjera 5, 25 i 45 μm .

Tablica 3.3 Vrijednosti analiziranih parametara za izradu aluminijevih prekursora

Faktor	-1	0	+1
Maseni udio CaCO_3 , %	1	2	3
Maseni udio Al_2O_3 , %	1	2	3
Promjer Al_2O_3 , μm	5	25	45

Prema jednadžbi 3.2, za tri promatrana parametra na tri razine uz tri ponavljanja centralne točke, BBD plan pokusa obuhvaća ukupno 15 kombinacija ispitnih parametara. Uz kombinacije definirane BBD planom pokusa, dodane su i tri kombinacije uzoraka bez Al_2O_3 ojačala, s masenim udjelima CaCO_3 od 1 %, 2 % i 3 %. Time je obuhvaćeno ukupno 18 različitih ispitnih stanja prikazanih u tablici 3.4.

Tablica 3.4 Box-Behnkenov plan pokusa

Stanje pokusa	Faktor 1	Faktor 2	Faktor 3	Oznaka stanja pokusa
	Maseni udio CaCO_3 , %	Maseni udio Al_2O_3 , %	Promjer Al_2O_3 , μm	
1	1	1	25	1-1-25
2	1	2	5	1-2-5
3	1	2	45	1-2-45
4	1	3	25	1-3-25
5	2	1	5	2-1-5

Stanje pokusa	Faktor 1	Faktor 2	Faktor 3	Oznaka stanja pokusa
	Maseni udio CaCO_3 , %	Maseni udio Al_2O_3 , %	Promjer Al_2O_3 , μm	
6	2	1	45	2-1-45
7	2	2	25	2-2-25-1
8	2	2	25	2-2-25-2
9	2	2	25	2-2-25-3
10	2	3	5	2-3-5
11	2	3	45	2-3-45
12	3	1	25	3-1-25
13	3	2	5	3-2-5
14	3	2	45	3-2-45
15	3	3	25	3-3-25
16	1	0	0	1-0-0
17	2	0	0	2-0-0
18	3	0	0	3-0-0

U oznaci pojedinog stanja pokusa prva brojčana vrijednost označava maseni udio CaCO_3 , druga maseni udio Al_2O_3 , dok treća označava nominalni promjer čestica Al_2O_3 izražen u μm . Zbog trostrukog ponavljanja središnje točke (oznake 2-2-25), tim je stanjima dodana i četvrta znamenka koja označava broj ponavljanja.

Kako bi tlačna ispitivanja aluminijevih pjena bila u skladu s normom ISO 13314:2011, koja propisuje višestruko ponavljanje ispitivanja radi osiguravanja reprezentativnosti rezultata, simboli uzoraka, uz oznaku stanja pokusa sadrže i redni broj uzorka. Tako primjerice oznaka 1-1-25_1 označava prvi uzorak iz serije uzoraka za stanje pokusa 1-1-25.

Rezultati ispitivanja stupnja ekspanzije pjene te karakterističnih mehaničkih svojstava analizirani su za prvih petnaest stanja pokusa prikazanih u tablici 3.4 primjenom metode odzivne površine (engl. *response surface methodology*, RSM). RSM metoda omogućuje razvoj matematičkog modela kojim se opisuje ovisnost između ulaznih parametara i promatranih izlaznih vrijednosti, kao što su naprezanje platoa na dijagramu naprezanje – deformacija ili sposobnost apsorpcije energije.

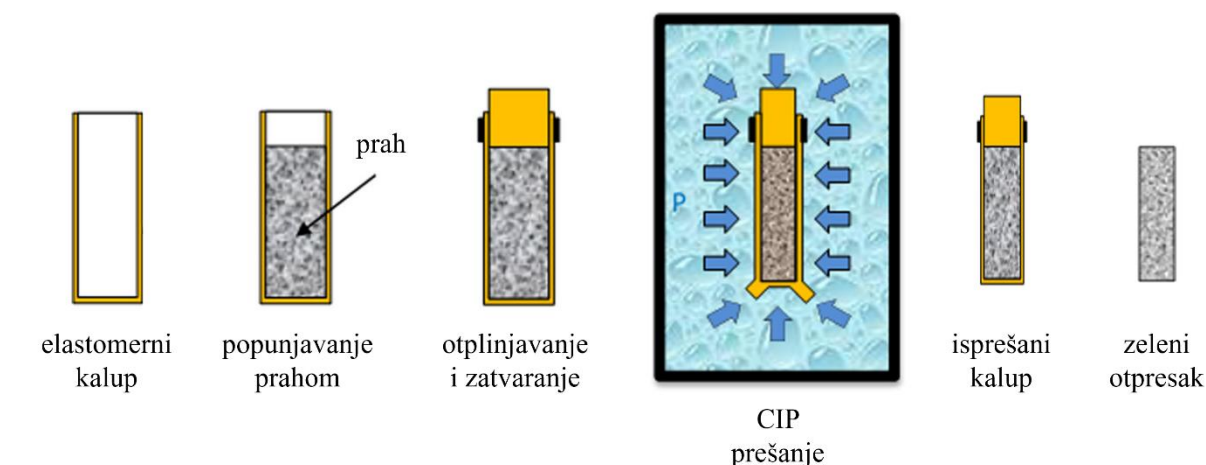
Preostala tri stanja pokusa oznaka 1-0-0, 2-0-0 i 3-0-0 uključuju kombinacije ulaznih parametara koji rezultiraju neojačanim aluminijskim pjena. Ta su stanja uključena radi usporedbe njihovog mehaničkog ponašanja i sposobnosti upjenjivosti s ponašanjem aluminijskih pjena ojačanih česticama.

Na temelju rezultata ispitivanja za svako stanje pokusa izračunate su srednje vrijednosti promatranih svojstava koje su zatim analizirane primjenom RSM metode u programskom paketu DesignExpert 13.0.5 (Stat-Ease, Minnesota, SAD). Pomoću navedenog softvera razvijeni su modeli odzivne površine kojima je opisana ovisnost između ulaznih parametara procesa i promatranih svojstava materijala. Za procjenu statističke značajnosti pojedinih parametara te njihovih međusobnih interakcija provedena je analiza varijance (engl. *analysis of variance*, ANOVA).

3.4. Izrada prekursora aluminijskih pjena

Sukladno statističkom planu pokusa prikazanom u tablici 3.4, pripremljene su mješavine prahova odgovarajućih masenih udjela pojedinih komponenti. Potrebne količine prahova za svaku kombinaciju odmjerene su na vagi Kern 572-45 (Kern & Sohn, Njemačka) s preciznošću od 0,05 g. Nakon vaganja prahovi su homogenizirani u mješalici Turbula T2F (WAB, Švicarska) pri brzini od 72 okretaja/min tijekom 60 minuta. Miješanje je provedeno suhom metodom u okolišnoj atmosferi.

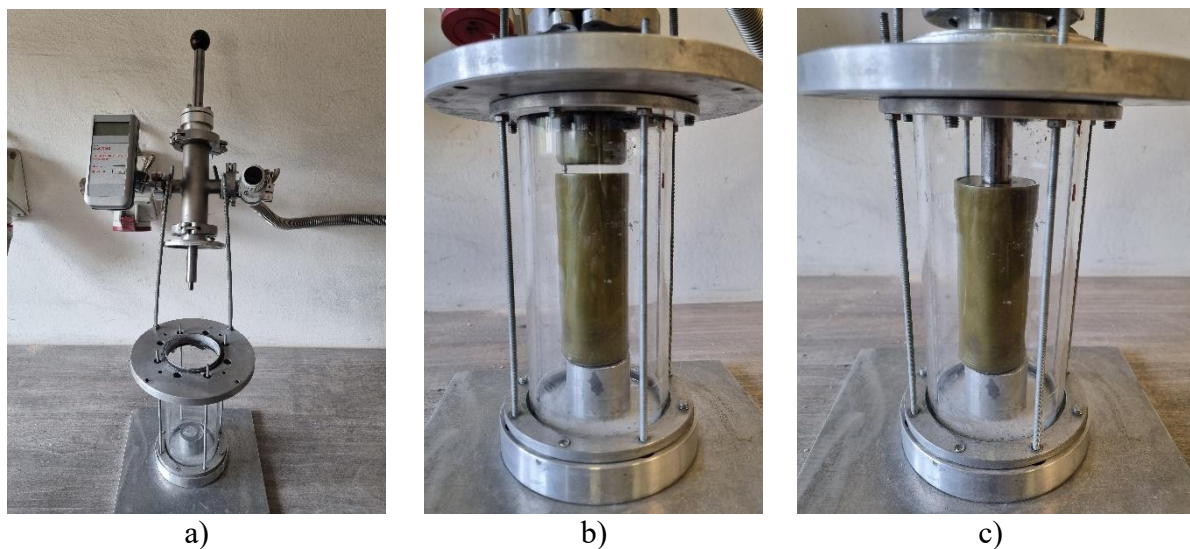
Za izradu prekursora potom su primijenjeni postupci hladnog izostatskog prešanja te naknadnog ekstrudiranja. Postupak hladnog izostatskog prešanja sastoji se od nekoliko koraka prikazanih na slici 3.10. U prvom koraku elastomerni kalup puni se pripremljenom mješavinom prahova, nakon čega se otplinjuje i hermetički zatvara. Zatim se kalup stavlja u komoru uređaja za izostatsko prešanje ispunjenu fluidom, najčešće uljem. Primjenom tlaka na fluid opterećenje se ravnomjerno prenosi na cijelu površinu kalupa, čime se postiže ujednačenija raspodjela gustoće nego kod konvencionalnog prešanja. Takav način prešanja omogućuje jednoliko zbijanje materijala te rezultira visokom homogenošću gustoće u cijelom volumenu otpreska.



Slika 3.10 Postupak hladnog izostatskog prešanja [118]

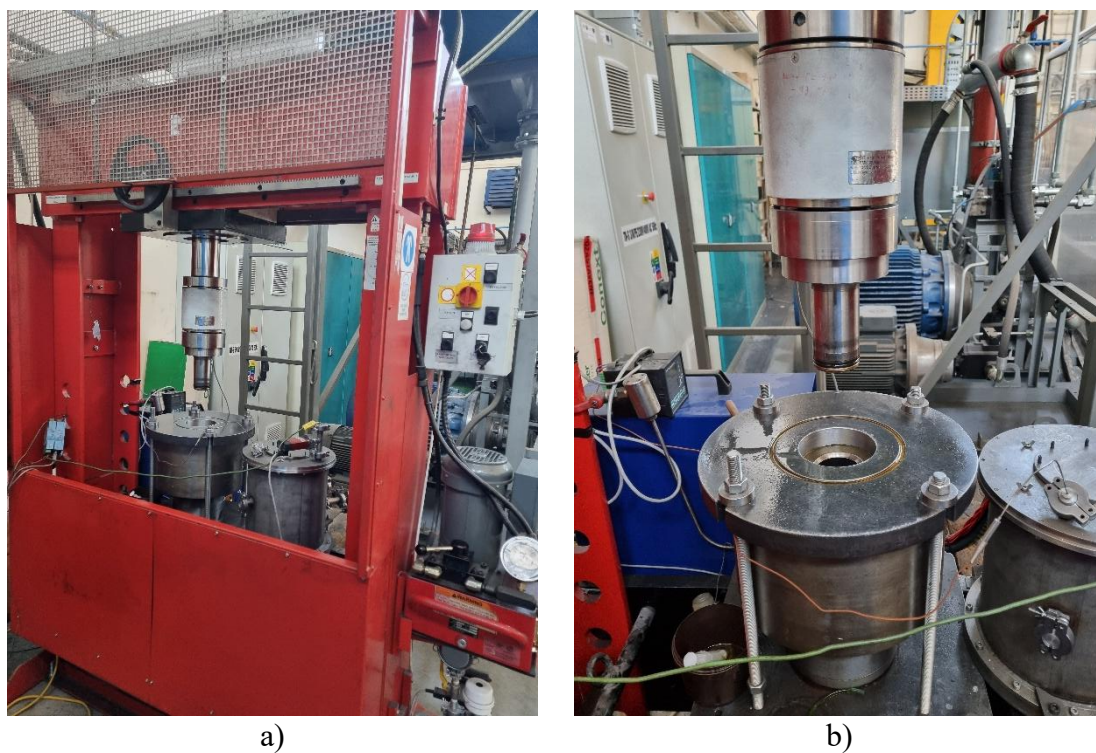
Gustoća otpreska prvenstveno je određena primijenjenim tlakom te geometrijom, odnosno oblikom i dimenzijama izratka, dok vrijeme zadržavanja pri maksimalnom tlaku ima znatno manji utjecaj. Zbog toga postupak može biti relativno kratak te često traje svega nekoliko sekundi. Po završetku prešanja kalup se uklanja iz komore, otvara, te se iz njega vadi otpresak. Izradak dobiven u ovoj fazi naziva se zeleni otpresak ili sirovac. U njemu su čestice praha povezane isključivo mehaničkim vezama, pri čemu je ostvarena dovoljna čvrstoća za sigurno rukovanje i daljnu obradu. Međutim, zbog prisutnosti pora između kompaktiranih čestica, njegova gustoća nije u potpunosti zadovoljavajuća za uspješno upjenjivanje. Stoga se sirovac u pravilu podvrgava dodatnom postupku kompaktiranja, primjerice ekstrudiranju, kojim se dodatno povećava gustoća.

U postupku hladnog izostatskog prešanja korišten je elastomerni kalup unutarnjeg promjera $\varnothing 38$ mm ispunjen s približno 150 g mješavine prahova. Nakon uklanjanja zraka iz kalupa pomoću vakuumske pumpe Duo 2.5 (Pfeiffer, Njemačka), isti je hermetički zatvoren čepom kako bi se spriječio prodor ulja i njegovo miješanje s prahom tijekom postupka prešanja. Vakuumska pumpa te koraci vakuumiranja i hermetičkog zatvaranja kalupa prikazani su na slici 3.11.



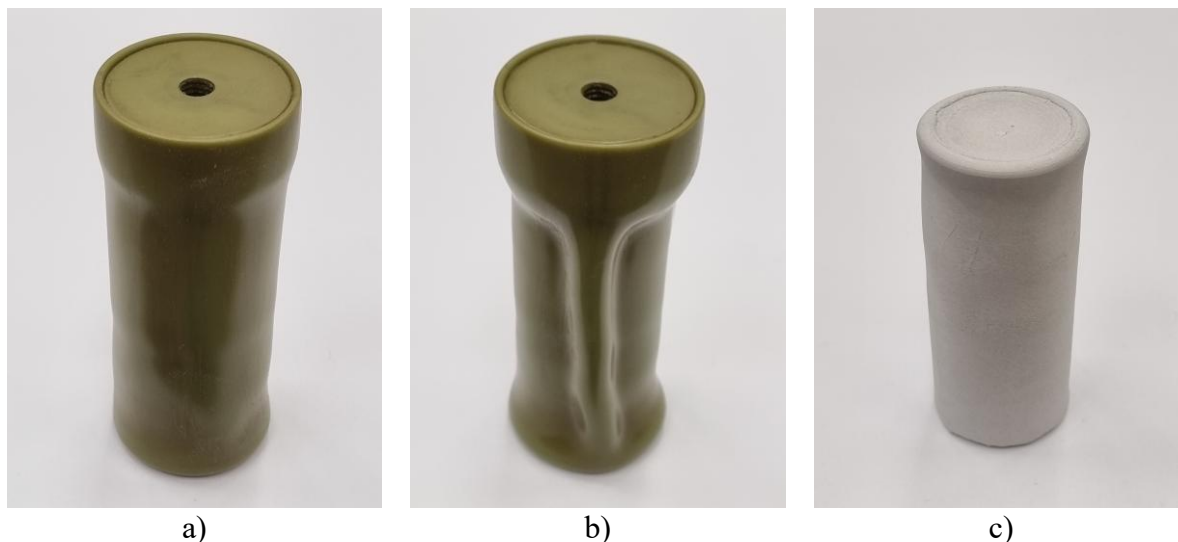
Slika 3.11 Priprema kalupa za hladno izostatsko prešanje: a) vakuum komora; b) vakuumiranje kalupa; c) hermetičko zatvaranje kalupa

Tako pripremljen kalup postavljen je u komoru uređaja za CIP prešanje (IMMM, Slovačka) smještenu na hidrauličnoj preši, slika 3.12. Nakon pozicioniranja kalupa, komora je ispunjena uljem koje je ravnomjerno prenosilo tlak na njegovu površinu. Prešanje je provedeno pri sobnoj temperaturi primjenom tlaka od 150 MPa.



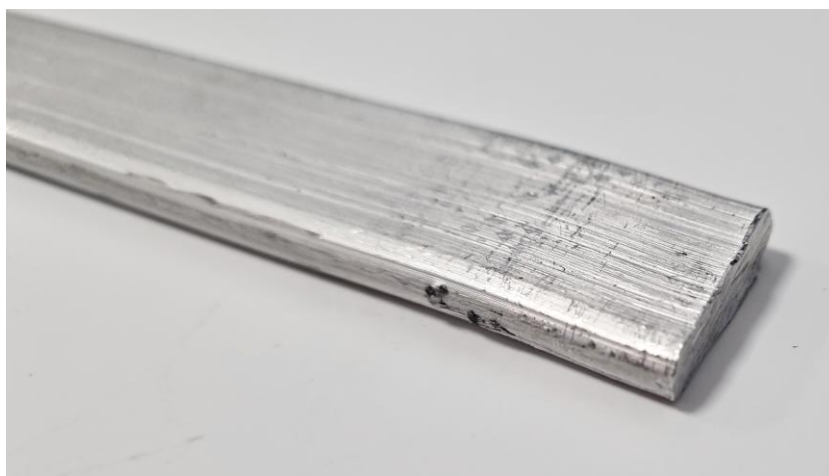
Slika 3.12 Hladno izostatsko prešanje: a) hidraulična preša; b) komora za hladno izostatsko prešanje

Slika 3.13 prikazuje zatvoreni kalup ispunjen mješavinom prahova prije provedenog CIP prešanja (a), nakon prešanja (b) te dobiveni otpresak (c).



Slika 3.13 Kalup ispunjen mješavinom prahova: a) prije CIP prešanja; b) nakon prešanja; c) zeleni otpresak

Budući da hladnim izostatskim prešanjem nije postignuta maksimalna gustoća otpresaka, već ona od približno 80 % teorijske gustoće, u sljedećem koraku kompaktiranja primijenjen je postupak direktnog ekstrudiranja pri temperaturi od 450 °C uz brzinu pomaka klipa od 0,5 mm/s i omjer ekstruzije 9:1. Tijekom procesa ekstrudiranja materijal prolazi kroz intenzivnu plastičnu deformaciju, pri čemu se uklanja preostala poroznost te dodatno povećava gustoća izratka. Tako dobiveni prekursori pravokutnog su poprečnog presjeka dimenzija 5 mm × 20 mm, kako prikazuje slika 3.14.



Slika 3.14 Kompaktirani prekursor aluminijske pjene

Gustoća prešanih i ekstrudiranih prekursora određena je s visokom točnošću primjenom Arhimedova zakona. Mjerenja su provedena na analitičkoj vagi AS220/X (Radwag, Poljska) opremljenoj priborom za određivanje gustoće, pri čemu su određene masa uzorka na zraku i prividna masa uzorka uronjenog u destiliranu vodu. Za svaku kombinaciju masenih udjela prahova Al, Al₂O₃ i CaCO₃ provedena su tri mjerenja gustoće. Na temelju dobivenih vrijednosti izračunata je relativna gustoća prekursora određena kao omjer izmjerene gustoće i teorijski postizive gustoće materijala, prema jednadžbi 3.3:

$$\rho_{\text{prek.rel}} = \frac{\rho_{\text{prek.izmj}}}{\rho_{\text{prek.teor}}} \cdot 100 \quad (3.3)$$

gdje je:

$\rho_{\text{prek.rel}}$ – relativna gustoća prekursora, %;

$\rho_{\text{prek.izmj}}$ – izmjerena gustoća prekursora, g/cm³;

$\rho_{\text{prek.teor}}$ – teorijska gustoća prekursora, g/cm³.

Vrijednosti teorijske gustoće za pojedina stanja pokusa određena su na temelju masenih udjela korištenih prahova i njihovih gustoća, sukladno jednadžbi 3.4:

$$\rho_{\text{prek.teor}} = w(\text{Al}) \cdot \rho(\text{Al}) + w(\text{CaCO}_3) \cdot \rho(\text{CaCO}_3) + w(\text{Al}_2\text{O}_3) \cdot \rho(\text{Al}_2\text{O}_3) \quad (3.4)$$

pri čemu je:

w – maseni udio praha, %;

ρ – gustoća praha, g/cm³.

Pri izračunu su korištene sljedeće vrijednosti gustoća: $\rho(\text{Al}) = 2,7 \text{ g/cm}^3$; $\rho(\text{CaCO}_3) = 2,71 \text{ g/cm}^3$; $\rho(\text{Al}_2\text{O}_3) = 3,99 \text{ g/cm}^3$ [112]. Srednje vrijednosti izmjerenih gustoća prekursora, zajedno sa standardnim devijacijama te izračunatim teorijskim i relativnim gustoćama, prikazane su u tablici 3.5.

Tablica 3.5 Izmjerene, teorijske i relativne gustoće prekursora

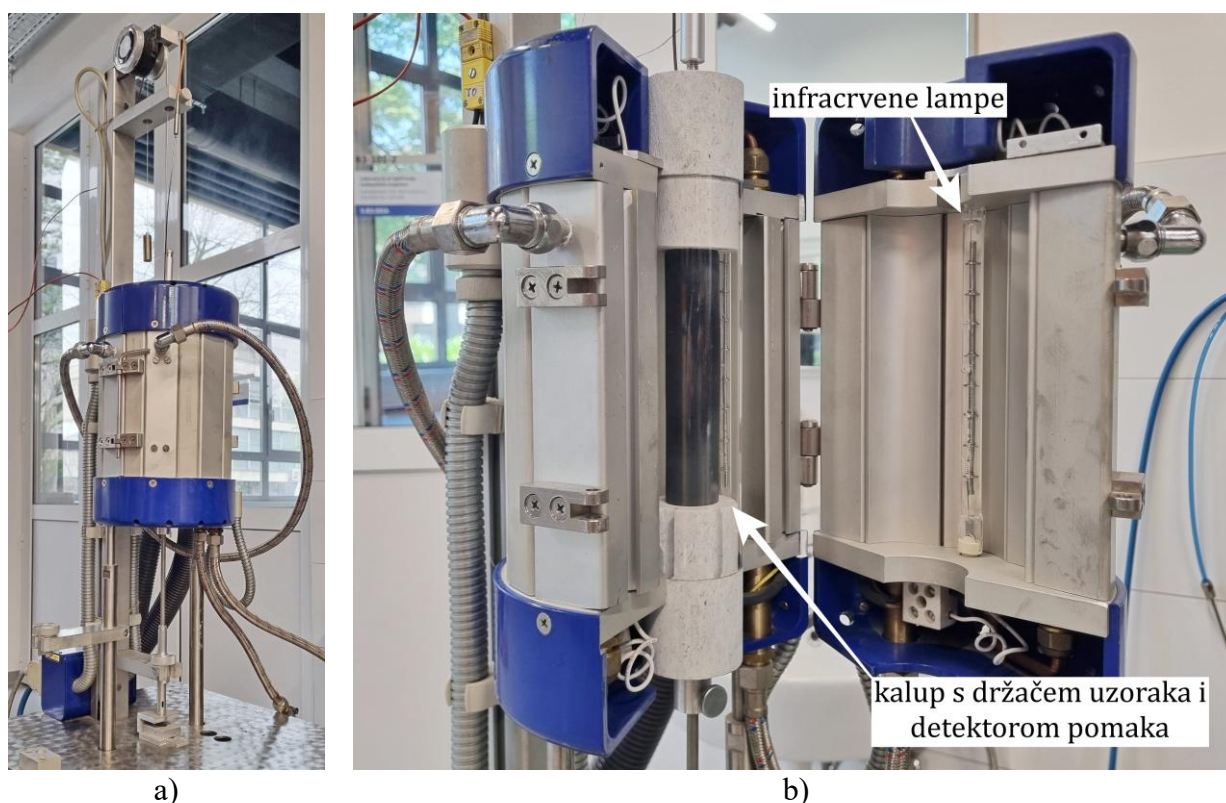
Stanje pokusa	Izmjerena gustoća, g/cm ³	Teorijska gustoća, g/cm ³	Relativna gustoća, %
1-1-25	2,6861 ± 0,0021	2,7130	99,01
1-2-5	2,7006 ± 0,0018	2,7259	99,07
1-2-45	2,7035 ± 0,0020	2,7259	99,18
1-3-25	2,7101 ± 0,0024	2,7388	98,95
2-1-5	2,6884 ± 0,0017	2,7131	99,09
2-1-45	2,6917 ± 0,0021	2,7131	99,21
2-2-25-1	2,7098 ± 0,0013	2,7260	99,41
2-2-25-2	2,7112 ± 0,0017	2,7260	99,46
2-2-25-3	2,7033 ± 0,0015	2,7260	99,17
2-3-5	2,7216 ± 0,0019	2,7389	99,37
2-3-45	2,7242 ± 0,0011	2,7389	99,46
3-1-25	2,6855 ± 0,0016	2,7132	98,98
3-2-5	2,6947 ± 0,0019	2,7261	98,85
3-2-45	2,6972 ± 0,0015	2,7261	98,94
3-3-25	2,6981 ± 0,0023	2,7390	98,51
1-0-0	2,6782 ± 0,0021	2,7001	99,19
2-0-0	2,6723 ± 0,0019	2,7002	98,97
3-0-0	2,6627 ± 0,0024	2,7003	98,61

Kod svih prekursora postignuta je relativna gustoća veća od 98,5 %, što odgovara udjelu preostale poroznosti manjem od 1,5 %. Ostvarene vrijednosti relativne gustoće potvrđuju visoku učinkovitost primijenjenih postupaka kompaktiranja te upućuju na stvaranje gotovo potpuno zgusnutih izradaka, što predstavlja jedan od ključnih preduvjeta za uspješno upjenjivanje prekursora [71,72].

3.5. Ispitivanje ekspanzije prekursora

Za određivanje upjenjivosti prekursora različitih kemijskih sastava korišten je eksperimentalni uređaj ekspandometar (IMMM, Slovačka), prikazan na slici 3.15. Uređaj se sastoji od komore za zagrijavanje, držača uzorka te detektora pomaka. Uzorak prekursora odgovarajućih dimenzija postavlja se u držač uzorka, nakon čega se tijekom zagrijavanja odvija proces njegovog upjenjivanja. Zbog ograničenog bočnog širenja, uzorak ekspandira isključivo u vertikalnom smjeru. Detektor pomaka smješten na gornjoj površini uzorka kontinuirano bilježi promjenu njegove visine tijekom zagrijavanja.

Analizom dobivenih dijagrama moguće je odrediti kinetiku procesa upjenjivanja uključujući temperaturu pri kojoj je započelo, te onu pri kojoj se postiže maksimalna ekspanzija, kao i najveću ostvarenu visinu pjene te završetak procesa upjenjivanja, kada započinje urušavanje ćelijaste strukture.



Slika 3.15 Uređaj za ispitivanje ekspanzije: a) vanjski dio; b) komora za zagrijavanje

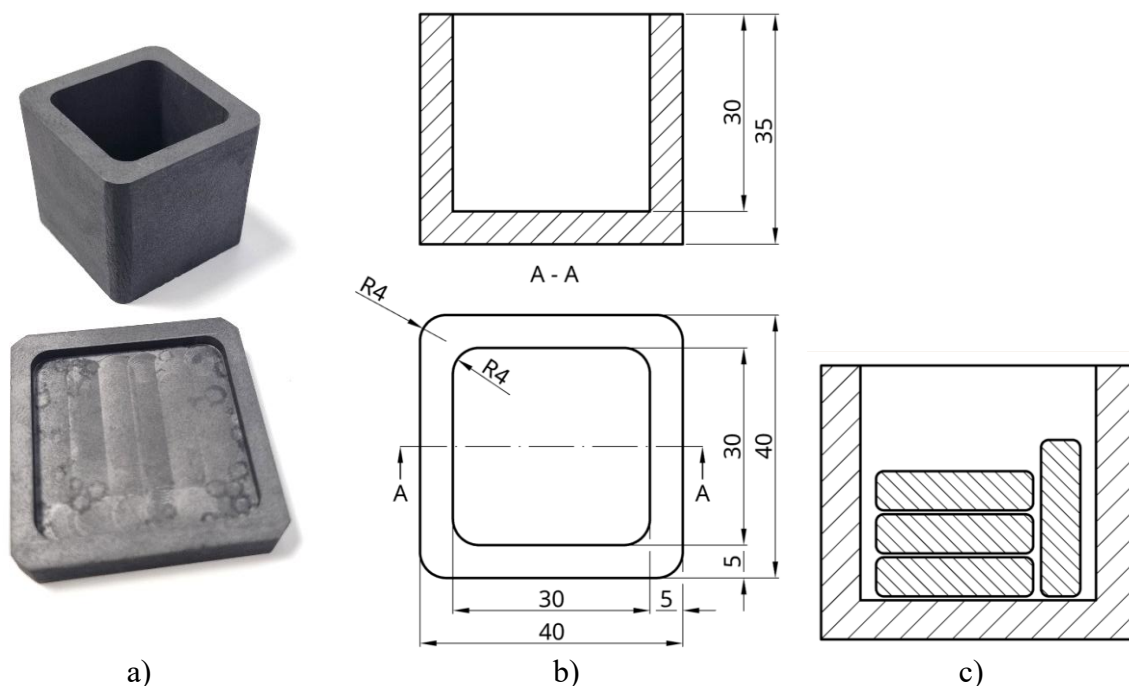
Za potrebe ovog ispitivanja pripremljeni su uzorci dimenzija $\varnothing 19 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$, slika 3.16. Rezanje uzoraka provedeno je elektroerozijskom obradom žicom (engl. *electric discharge machining*, EDM) na uređaju CUT 30 P (Aggie Charmilles, Švicarska). Uzorci su ispitani u temperaturnom području od $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ do $850 \text{ }^{\circ}\text{C}$, uz brzinu zagrijavanja od 1 i $2 \text{ }^{\circ}\text{C/s}$.



Slika 3.16 Uzorci za ispitivanje ekspanzije

3.6. Izrada aluminijevih pjena

Aluminijeve pjene proizvedene su postupkom upjenjivanja prekursora u elektrootpornoj peći KO2 (VEB Elektro, Njemačka) pri temperaturi od 750 °C. Prije početka upjenjivanja, prekursori su izrezani na manje segmente, duljine približno 25 mm pomoću tračne pile Ergonomic 320.250 DGH (Bomar, Češka). Tako pripremljeni komadi prekursora stavljeni su u grafitni kalup, unutarnjih dimenzija 30 mm × 30 mm × 30 mm, prikazan na slikama 3.17a i 3.17b.



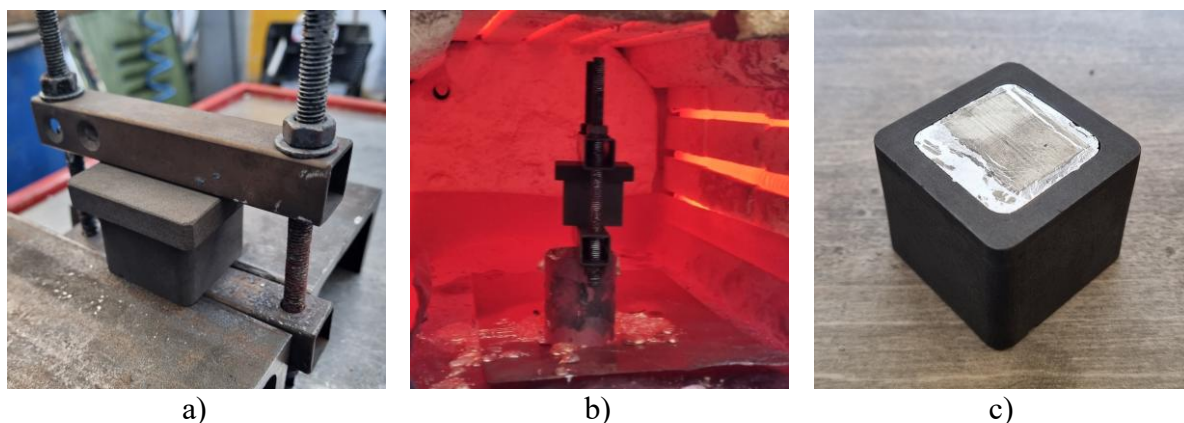
Slika 3.17 Kalup za izradu aluminijevih pjena: a) izgled kalupa; b) dimenzije kalupa; c) položaj prekursora u kalupnoj šupljini

Za izradu svake aluminijeve pjene korištena su četiri komada prekursora, ukupne mase približno 25 g, što bi prema teorijskom izračunu trebalo rezultirati pjenama poroznosti oko 65 %. Međutim, stvarna poroznost dobivenih pjena bila je nešto veća zbog djelomičnog istjecanja taline iz kalupa tijekom završne faze upjenjivanja, ali i činjenice da se sredstvo za upjenjivanje rastvara na krutu i plinovitu fazu.

Radi osiguravanja ponovljivosti procesa i smanjenja mogućih morfoloških varijacija ćelijaste strukture, prekursori su u kalup uvijek postavljeni na jednak način, kao što je prikazano na slici 3.17c.

Nakon umetanja prekursora u kalup, isti je čvrsto zatvoren i stavljen u prethodno zagrijanu peć na temperaturu od 750 °C te je držan na ovoj temperaturi približno deset minuta. Proces upjenjivanja završen je u trenutku kada je aluminijeva talina počela istjecati na spoju gornjeg i donjeg dijela kalupa. Nakon toga kalup je izvađen iz peći i hlađen komprimiranim zrakom. Kada je temperatura kalupa dovoljno snižena za sigurno rukovanje, pristupilo se njegovom otvaranju i vađenju uzorka.

Pri uspješno provedenom procesu upjenjivanja, dobiveni uzorak aluminijeve pjene poprima oblik kocke dimenzija 30 mm × 30 mm × 30 mm, što odgovara dimenzijama kalupne šupljine. U slučaju neuspješnog upjenjivanja, koje može biti posljedica nedovoljne upjenjivosti prekursora ili prekratkog, odnosno predugog držanja kalupa u peći, dolazi do značajnog odstupanja dimenzija uzorka, osobito u njegovom gornjem dijelu. Pri prekratkom vremenu zagrijavanja na 750 °C, proces upjenjivanja nije u potpunosti ostvaren, dok kod predugog držanja u peći započinje urušavanje ćelijaste strukture. Prikaz kalupa prije, tijekom i nakon završetka upjenjivanja dan je na slici 3.18.



Slika 3.18 Upjenjivanje prekursora: a) zatvoreni kalup; b) kalup u komori peći; c) kalup s upjenjenim uzorkom

Za svaki kemijski sastav prekursora, određen masenim udjelima polaznih prahova Al, Al₂O₃ i CaCO₃, izrađeno je približno dvadeset uzoraka pjena, prikazane na slici 3.19. Budući da gustoća dobivenih pjena nije uvijek jednaka zbog različite količine izgubljene taline pri završetku procesa upjenjivanja, za daljnja ispitivanja odabrani su uzorci jednakih ili približno jednakih gustoća.



Slika 3.19 Uzorak aluminijeve pjene

Gustoća aluminijevih pjena izračunata je kao omjer mase i volumena uzorka sukladno jednadžbi 3.5:

$$\rho_p = \frac{m_p}{V_p} \quad (3.5)$$

pri čemu je:

ρ_p – gustoća pjene, g/cm³;

m_p – masa pjene, g;

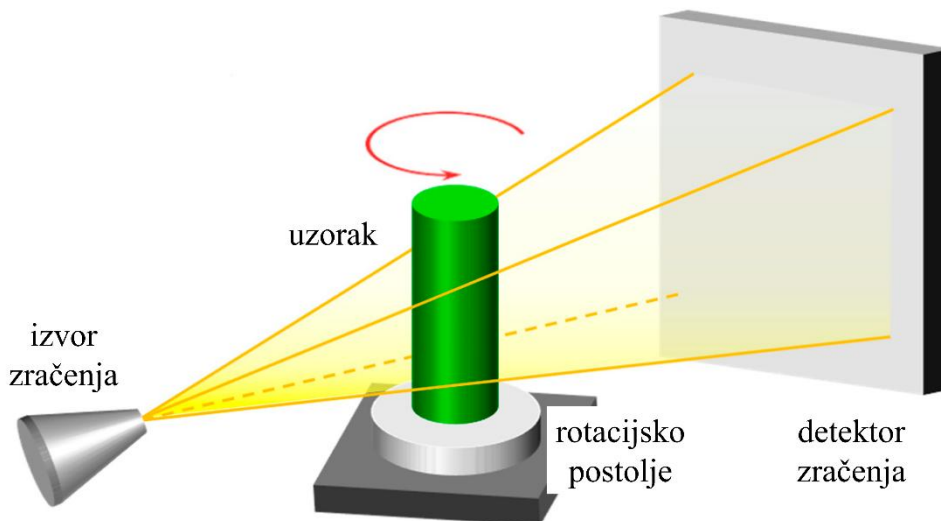
V_p – volumen pjene, cm³.

Masa uzoraka izmjerena je na vagi Kern 572-45 (Kern & Sohn, Njemačka), dok je volumen određen na osnovu njegovih dimenzija (duljine, širine, visine i zaobljenosti bridova), te iznosi 26,59 cm³. Vrijednosti poroznosti uzoraka (p) i relativne gustoće (ρ_{rel}) određene su prema jednadžbama 2.1, odnosno 2.2. Pojedinačne vrijednosti mase, gustoće i poroznosti za sve ispitivane uzorke navedene su u prilogu 1.

3.7. Karakterizacija strukture računalnom tomografijom

Računalna tomografija (CT skeniranje) predstavlja nerazornu metodu ispitivanja kojom se omogućuje uvid u unutarnju strukturu materijala bez potrebe za njegovim rezanjem ili drugim destruktivnim postupcima. Ova metoda osobito je značajna pri analizi poroznih materijala, poput metalnih pjena, budući da omogućuje detaljnu analizu njihove unutarnje strukture. Osim za porozne materijale, CT skeniranje široko se primjenjuje i kod monolitnih materijala punog presjeka radi otkrivanja unutarnjih nepravilnosti, poput pora, pukotina i drugih defekata koji mogu nastati tijekom proizvodnje, naknadne tehnološke obrade ili eksploatacije.

Osnovni dijelovi uređaja za industrijsko CT skeniranje su izvor i detektor rendgenskog zračenja te rotacijsko postolje na kojem je smješten ispitivani uzorak, slika 3.20. Tijekom skeniranja izvor zračenja emitira rendgenske zrake koje prolaze kroz uzorak te dopijevaju na detektor. Intenzitet zabilježenog zračenja na detektoru ovisi o debljini, gustoći i kemijskom sastavu materijala. Materijali veće gustoće apsorbiraju veći dio rendgenskog zračenja, dok porozne strukture omogućuju njegov lakši prolaz. Shodno tome, detektor bilježi raspodjelu intenziteta zračenja koja odgovara unutarnjoj građi skeniranog uzorka.



Slika 3.20 Princip rada CT skenera [119]

Tijekom procesa skeniranja uzorak rotira oko svoje osi, pri čemu se nakon svakog zakreta za unaprijed definirani kut snima nova projekcija. Na taj način dobiva se velik broj dvodimenzionalnih projekcija tijekom potpune rotacije uzorka za 360°. Prikupljene projekcije potom se obrađuju i rekonstruiraju u odgovarajućem računalnom programu, čime se dobiva trodimenzionalni model skeniranog uzorka. Na rekonstruiranom modelu moguće je analizirati

proizvoljne presjeke ili cijeli volumen uzorka, što omogućuje detaljnu karakterizaciju njegove unutarnje strukture.

Kvaliteta rekonstruiranog trodimenzionalnog modela ovisi o više parametara skeniranja. Među najvažnijima su snaga izvora rendgenskog zračenja, međusobna udaljenosti izvora i detektora, položaj i dimenzije uzorka te broj snimljenih projekcija, odnosno inkrement kuta zakreta tijekom rotacije uzorka.

Skeniranje je provedeno na industrijskom CT uređaju (ITAM, Češka) opremljenom izvorom rendgenskog zračenja L10321 (Hamamatsu Photonics, Japan) i detektorom zračenja CMOS Dexela 1512 (Varex, Njemačka), slika 3.21. Tijekom skeniranja primijenjen je napon izvora zračenja od 100 kV i struja od 200 μ A. Za svaki uzorak snimljeno je ukupno 1912 projekcija, pri čemu je postignuta rezolucija vokselâ od 27,55 μ m.

Rekonstrukcija dobivenih projekcija i analiza trodimenzionalnih modela provedena je u programskom paketu VGStudioMax 2025.1 (Volume Graphics, Njemačka) uz korištenje dodatnih modula „Foam/Powder Analysis“ i „Porosity/Inclusion Analysis“, koji omogućuju detaljnu karakterizaciju porozne strukture te identifikaciju i kvantifikaciju pora i drugih unutarnjih nepravilnosti.



Slika 3.21 Uređaj za računalnu tomografiju s uvećanim prikazom položaja uzorka

Analizom rekonstruiranih trodimenzionalnih modela određeni su promjeri ćelija te raspodjela poroznosti unutar volumena uzoraka. Ukupno su skenirana po tri uzorka iz osam polaznih stanja kako je prikazano u tablici 3.6. Skenirani uzorci imali su približno jednaku poroznost u granicama od 78,3 % do 80,2 %.

Tablica 3.6 Uzorci korišteni za CT skeniranje

Stanje pokusa	Poroznost uzoraka, %		
	1	2	3
1-1-25	79,7	79,7	78,6
1-2-5	78,3	79,2	79,7
1-3-25	78,6	79,0	79,6
2-1-5	79,1	79,3	78,9
2-2-25	79,2	78,9	79,2
3-2-5	79,8	78,6	79,4
1-0-0	79,4	79,6	79,0
3-0-0	78,6	80,2	79,2

3.8. Ispitivanje mehaničkih svojstava

Najvažnija mehanička svojstva aluminijevih pjena očituju se pri tlačnom opterećenju, zbog čega je provedeno standardno kvazi-statičko tlačno ispitivanje u skladu s normom ISO 13314:2011 [73]. Ispitivanja su provedena pri sobnoj temperaturi na uzorcima svih polaznih stanja navedenih u tablici 3.4.

Osim ovih ispitivanja, na određenim uzorcima provedena su i *in-situ* tlačna ispitivanja unutar CT uređaja, pri čemu su uzorci skenirani pri unaprijed definiranim razinama deformacije. Takav pristup omogućuje uvid u mehanizme deformacije i kolapsa ćelijaste strukture pod djelovanjem tlačnog opterećenja.

3.8.1. Tlačna svojstva

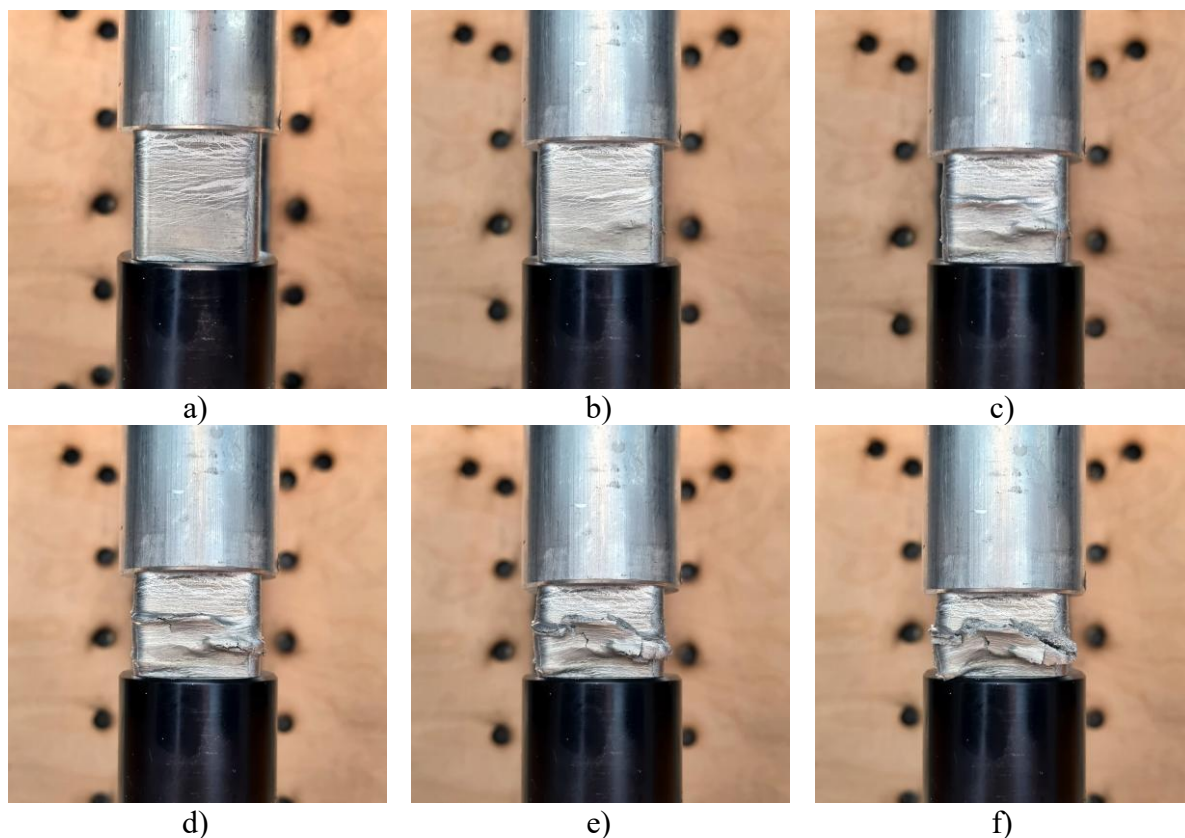
Kvazi-statička tlačna ispitivanja provedena su na univerzalnom ispitnom uređaju Vertex (ITAM, Češka) s mjernim područjem do 65 kN. Brzina pomaka traverze iznosila je 30 $\mu\text{m/s}$, što odgovara brzini deformacije od 10^{-3} s^{-1} , u skladu s normom ISO 13314:2011 [73].

Frekvencija uzorkovanja podataka tijekom ispitivanja bila je postavljena na 60 Hz. Tlačna ispitivanja napravljena su za svako stanje pokusa na pet uzoraka poroznosti približno 79 %, kako je prikazano u tablici 3.7.

Tablica 3.7 Poroznosti uzoraka za kvazi-statička tlačna ispitivanja

Stanje pokusa	Poroznost uzoraka, %					Prosječna poroznost, %
	1	2	3	4	5	
1-1-25	79,7	79,7	78,6	79,7	78,5	79,2 ± 0,6
1-2-5	78,3	79,2	79,7	78,5	79,4	79,0 ± 0,5
1-2-45	79,1	78,9	79,2	79,4	79,2	79,2 ± 0,2
1-3-25	78,6	79,0	79,6	78,8	78,9	79,0 ± 0,3
2-1-5	79,1	79,3	78,9	78,8	79,0	79,0 ± 0,2
2-1-45	79,0	78,4	80,1	78,6	79,8	79,2 ± 0,7
2-2-25-1	79,2	78,5	78,4	78,5	79,7	78,9 ± 0,5
2-2-25-2	78,9	79,4	78,8	78,7	78,3	78,8 ± 0,4
2-2-25-3	79,2	79,0	79,6	78,8	79,3	79,2 ± 0,3
2-3-5	80,1	77,8	78,2	77,6	78,9	78,5 ± 0,9
2-3-45	79,3	78,2	80,0	79,2	79,4	79,2 ± 0,6
3-1-25	78,8	79,4	79,3	79,4	78,7	79,1 ± 0,3
3-2-5	79,8	78,6	79,4	78,5	78,2	78,9 ± 0,6
3-2-45	78,6	78,4	79,1	78,3	79,0	78,7 ± 0,3
3-3-25	78,2	77,6	79,0	78,0	78,4	78,2 ± 0,4
1-0-0	79,4	79,6	79,0	79,8	80,1	79,6 ± 0,3
2-0-0	79,0	79,3	78,9	78,1	79,9	79,1 ± 0,6
3-0-0	78,6	80,2	79,2	78,6	78,9	79,1 ± 0,6

Ujednačen stupanj poroznosti ispitivanih uzoraka, uz relativno niske vrijednosti standardnog odstupanja, omogućuje pouzdanu međusobnu usporedbu mehaničkih svojstava uzoraka različitih polaznih stanja. Na slici 3.22 prikazani su različiti stadiji deformacije uzorka aluminijske pjene tijekom kvazi-statičkog tlačnog ispitivanja.



Slika 3.22 Tijek tlačnog ispitivanja pri deformacijama od približno: a) 0 %; b) 10 %; c) 15 %; d) 20 %; e) 30 %; f) 40 %

Budući da dijagrami sila – pomak dobiveni kvazi-statičkim tlačnim ispitivanjem ne omogućuju izravnu usporedbu mehaničkih svojstava materijala, preračunati su u dijagrame naprezanje – deformacija, uzimajući u obzir početnu površinu poprečnog presjeka i početnu visinu uzoraka. Na temelju tako dobivenih dijagrama određene su vrijednosti naprezanja platoa (σ_{pl}) za interval deformacija 20 – 40 %, te naprezanja i deformacije na kraju platoa (σ_{130} i ε_{ple}), sukladno normi ISO 13314:2011 [73]. U skladu s navedenom normom i jednadžbama 2.6 i 2.7, određene su također i vrijednosti apsorbirane energije (W), odnosno učinkovitosti apsorpcije energije (W_e).

3.8.2. *In-situ* tlačna ispitivanja u CT uređaju

Standardna kvazi-statička tlačna ispitivanja omogućuju određivanje osnovnih mehaničkih svojstava ispitivanog materijala, ali ne pružaju uvid u promjene koje se tijekom procesa deformiranja odvijaju u njegovoj unutarnjoj strukturi. Takav uvid osobito je važan kod nemonolitnih materijala, poput metalnih pjena, čija je porozna ćelijasta struktura podložna

lokalnom izvijanju, lomu i kolapsu stijenki ćelija tijekom tlačnog opterećivanja. Navedeni mehanizmi izravno utječu na ponašanje metalnih pjena.

Jedan od načina analize unutarnje strukture jest CT skeniranje prethodno deformiranog uzorka. U tom se postupku tlačno ispitivanje prekida pri unaprijed definiranoj razini deformacije, nakon čega se uzorak premješta u CT uređaj radi skeniranja. Postupak se zatim ponavlja do završetka ispitivanja. Takav pristup nije praktičan jer prilikom rasterećenja dolazi do elastičnog povrata materijala, dok premještanje uzorka može uzrokovati dodatna oštećenja ili izloženost drugim neželjenim utjecajima koji mogu narušiti vjerodostojnost rezultata.

Kako bi se navedeni nedostaci izbjegli, razvijena je metoda *in-situ* CT skeniranja, pri kojoj se uzorak opterećuje na kidalici smještenoj unutar CT uređaja. Zbog ograničenog prostora unutar CT skenera, kao i potrebe za postizanjem što veće rezolucije rekonstruiranih modela, takvi su ispitni uređaji u pravilu manjih dimenzija i manje nazivne sile u odnosu na standardne laboratorijske kidalice. Tijekom tlačnog ispitivanja opterećenje se zaustavlja pri unaprijed definiranim razinama deformacije, pri čemu se uzorak ne rasterećuje u potpunosti. U tim se trenucima provodi CT skeniranje, nakon čega se ispitivanje nastavlja do sljedeće vrijednosti tražene deformacije. Po završetku ispitivanja rekonstruiraju se trodimenzionalni modeli koji prikazuju razvoj deformacije cijelog volumena uzorka tijekom djelovanja opterećenja.

Na temelju tako dobivenih modela moguće je analizirati deformacijsko ponašanje stijenki ćelija primjenom metode korelacije digitalnih volumena (engl. *digital volume correlation*, DVC). Ova metoda predstavlja trodimenzionalnu nadogradnju metode korelacije digitalnih slika (engl. *digital image correlation*, DIC). Za razliku od DIC metode, koja pomoću optičkih kamera prati deformacije na površini ispitnog tijela, DVC metoda koristi trodimenzionalne modele dobivene CT skeniranjem pri različitim razinama deformacije, čime omogućuje određivanje polja pomaka i deformacija unutar cijelog volumena uzorka.

In-situ tlačna ispitivanja provedena su na CT uređaju (ITAM, Češka) opremljenom izvorom rendgenskog zračenja MetalJet D2+ (Excillum, Švedska) i detektorom zračenja XRD 3025 (Varex Imaging, Njemačka). Za razliku od konvencionalnih izvora rendgenskog zračenja, MetalJet D2+ koristi leguru galija i indija kao anodni materijal, koja je pri sobnoj temperaturi u rastaljenom stanju [120]. Takva izvedba omogućuje postizanje znatno veće gustoće snage rendgenskog snopa te posljedično kvalitetnije CT snimke.

Tlačno opterećivanje provedeno je na istom univerzalnom ispitnom stroju Vertex koji je korišten i za standardna kvazi-statička tlačna ispitivanja, uz jednake parametre ispitivanja, odnosno brzinu pomaka traverze od $30 \mu\text{m/s}$ što odgovara brzini deformacije od 10^{-3} s^{-1} . *In-situ* tlačna ispitivanja provedena su na dva uzorka aluminijevih pjena: jednom uzorku s keramičkim ojačanjem (skupina 2-2-25) i jednom uzorku bez ojačanja (skupina 2-0-0). Oba su uzorka imala približno jednak stupanj poroznost od oko 80 %.

Uzorci su skenirani u devet ispitnih točaka, pri čemu je početno skeniranje provedeno nakon uspostavljanja kontakta između tlačnog žiga i uzorka, a zatim pri pomacima traverze od 150, 300, 600, 900, 1500, 3000, 6000 i 12 000 μm , što odgovara deformacijama uzorka od 0,5, 1, 2, 3, 5, 10, 20 i 40 %. Krajnja deformacija od 40 % približno odgovara završetku područja platoa određenog standardnim kvazi-statičkim tlačnim ispitivanjem.

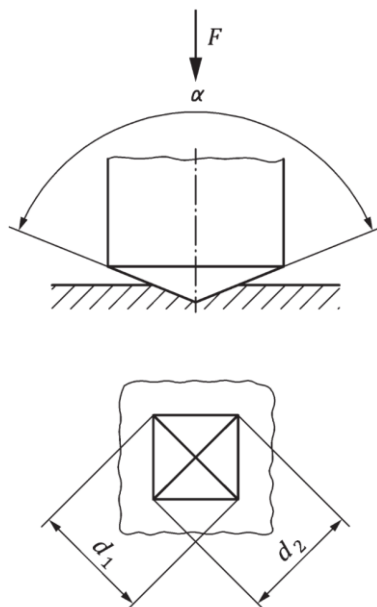
Tijekom svakog skeniranja snimljeno je ukupno 2400 projekcija uz prostornu rezoluciju vokselu od 36,49 μm . Napon izvora zračenja iznosio je 160 kV, dok je jakost struje bila 1500 μA . Rekonstrukcija projekcija i izrada trodimenzionalnih modela te njihova daljnja analiza također je provedena u programskom paketu VGStudioMax 2025.1, u ovom slučaju uz korištenje dodatnog modula „*Digital Volume Correlation*“.

3.8.3. Ispitivanje tvrdoće stijenki ćelija

Tvrdoća je jedno od osnovnih mehaničkih svojstava materijala te predstavlja mjeru njegove otpornosti prodiranju drugog, znatno tvrdjeg tijela. Ispitivanje tvrdoće metalnih pjena specifično je zbog njihove porozne strukture i male debljine stijenki ćelija, što otežava dobivanje reprezentativnih rezultata. Stoga je potrebno primijeniti niska opterećenja pri utiskivanju indentora te pažljivo odabrati ispitna mjesta.

Ako se mjerenje provodi na stijenci ćelije ispod koje se nalazi šupljina, postoji mogućnost lokalnog savijanja ili probijanja stijenke tijekom utiskivanja indentora. U tom slučaju vrijednosti tvrdoće neće odgovarati stvarnoj tvrdoći materijala, već će biti niže. Kako bi se osigurala reprezentativnost rezultata, mjerenja je potrebno provoditi na područjima s većim udjelom metalne osnove, gdje lokalna geometrija porozne strukture ima zanemariv utjecaj na izmjerene vrijednosti.

Mjerenja tvrdoće provedena su metodom po Vickersu, slika 3.23, u skladu s normom ISO 6507-1:2023 – *Metallic materials – Vickers hardness test – Part 1: Test method* [121].



Slika 3.23 Princip mjerenja tvrdoće Vickersovom metodom [121]

Kod Vickersove metode kao indenter koristi se četverostrana pravilna dijamantna piramida s kutom između nasuprotnih stranica $\alpha = 136^\circ$. Ovisno o primijenjenoj sili utiskivanja indentora (F), ovom se metodom može određivati mikro- ili makrotvrdoća. Vrijeme zadržavanja ispitne sile u pravilu iznosi od 10 s do 15 s.

Vickersova tvrdoća određuje se kao omjer sile utiskivanja i površine otiska indentora nakon rasterećenja. Površina otiska izračunava se na osnovu srednje vrijednosti (d_{sr}) izmjerenih duljina dviju međusobno okomitih dijagonala otiska (d_1, d_2), prema jednadžbi 3.6 [121]:

$$HV = \frac{1}{g} \cdot \frac{2F \cdot \sin \frac{\alpha}{2}}{d_{sr}^2} \quad (3.6)$$

gdje je:

HV – vrijednost tvrdoće po Vickersu;

g – gravitacijsko ubrzanje, m/s^2 ;

F – sila utiskivanja indentora, N;

α – kut između stranica indentora, $^\circ$;

d_{sr} – srednja vrijednost duljina dijagonala otiska, mm.

Uvrštavanjem gravitacijskog ubrzanja od $9,80665 \text{ m/s}^2$ i kuta $\alpha = 136^\circ$, slijedi pojednostavljena jednačba 3.7 prema kojoj se računa Vickersova tvrdoća:

$$HV = 0,1891 \cdot \frac{F}{d_{sr}^2} \quad (3.7)$$

Zbog otežanog mjerenja tvrdoće na stijenkama ćelija metalnih pjena koje sadrže velik broj sitnih ćelija, za određivanje tvrdoće materijala osnove korištene su vrijednosti izmjerene na prekursorima. Ispitivanje je provedeno na uzorcima svih stanja pokusa koja su navedena u tablici 3.4.

Mjerenja su provedena na tvrdomjeru ZHV μ (ZwickRoell, Njemačka), prikazanom na slici 3.24, primjenom ispitne sile od 4,903 N, što odgovara metodi HV 0,5. Prije ispitivanja uzorci prekursora metalografski su pripremljeni brušenjem brusnim papirima granulacija P320, P600, P1200, P2400 i P4000, nakon čega su polirani dijamantnom pastom kako bi se postigla glatka i zrcalno sjajna površina pogodna za mjerenje tvrdoće. Na svakom prekursoru provedeno je pet ponovljenih mjerenja, a za daljnju analizu korištena je njihova srednja vrijednost.



Slika 3.24 Uređaj za ispitivanje tvrdoće Vickersovom metodom

4. REZULTATI I RASPRAVA

Za potvrdu hipoteze i ostvarenje postavljenih ciljeva provedena su ispitivanja na prekursorima i upjenjenim uzorcima, opisana u prethodnom poglavlju. Rezultati su prikazani po skupinama, te detaljno obrađeni i sveobuhvatno analizirani u poglavljima koja slijede.

4.1. Rezultati ispitivanja tvrdoće prekursora

Izravno mjerenje tvrdoće stijenki ćelija vrlo je otežano zbog njihove male debljine, nepravilne građe i nemogućnosti odabira reprezentativnog ispitnog mjesta. Zbog navedenih obilježja nije moguće osigurati vjerodostojne rezultate, te je tvrdoća mjerena na neupjenjenim prekursorima istog kemijskog sastava kao i naknadno proizvedene pjene. Za razliku od pjena, prekursori imaju monolitnu i gotovo neporoznu strukturu koja omogućuje pouzdanije i ponovljivo određivanje tvrdoće. Dobiveni rezultati stoga predstavljaju referentne vrijednosti tvrdoće materijala od kojeg su izrađene stijenke aluminijskih pjena, te omogućuju procjenu utjecaja kemijskog sastava na vrijednosti tvrdoće.

Tvrdoća svake skupine prekursora određena je metodom po Vickersu HV 0,5 uz opterećenje utiskivanja indentera od 4,903 N i pet ponavljanja. Vrijednosti izmjerenih tvrdoća prekursora s različitim udjelima CaCO_3 (1 mas.% – 3 mas.%) i Al_2O_3 (0 mas.% – 3 mas.%), te različitim promjerima čestica Al_2O_3 (5 μm , 25 μm i 45 μm), određene su u skladu s BBD planom pokusa (tablica 3.4) i prikazane u tablici 4.1.

Tablica 4.1 Izmjerene vrijednosti tvrdoće prekursora

Oznaka prekursora	Izmjerena tvrdoća, HV 0,5					Srednja vrijednost, HV 0,5
	1	2	3	4	5	
1-1-25	29	28	28	29	29	28,6 ± 0,5
1-2-5	30	30	29	29	30	29,6 ± 0,5
1-2-45	30	30	30	29	31	30,0 ± 0,6
1-3-25	28	29	30	28	29	28,8 ± 0,7
2-1-5	31	31	30	31	30	30,6 ± 0,5
2-1-45	31	31	31	32	31	31,2 ± 0,4
2-2-25-1	32	30	30	30	30	30,4 ± 0,8
2-2-25-2	32	30	31	31	31	31,0 ± 0,6

Oznaka prekursora	Izmjerena tvrdoća, HV 0,5					Srednja vrijednost, HV 0,5
	1	2	3	4	5	
2-2-25-3	30	31	30	32	31	30,8 ± 0,7
2-3-5	33	29	31	30	30	30,6 ± 1,4
2-3-45	33	31	31	31	31	31,4 ± 0,8
3-1-25	31	30	30	31	30	30,4 ± 0,5
3-2-5	29	29	30	29	29	29,2 ± 0,4
3-2-45	31	32	31	31	31	31,2 ± 0,4
3-3-25	30	30	29	31	31	30,2 ± 0,7
1-0-0	26	29	28	29	29	28,2 ± 1,2
2-0-0	28	27	29	29	28	28,2 ± 0,7
3-0-0	28	28	29	28	29	28,4 ± 0,5

Rezultati tvrdoće pokazuju da prekursori koji sadrže Al_2O_3 čestice kao ojačalo u pravilu imaju nešto veću tvrdoću, u rasponu 29 HV 0,5 – 31 HV 0,5, u odnosu na one neojačane (1-0-0, 2-0-0 i 3-0-0), čija tvrdoća iznosi približno 28 HV 0,5.

Analizom površine poliranog uzorka u neposrednoj blizini otiska indentora mogu se uočiti nepravilnosti, među kojima su i sitne pore u strukturi prekursora. One su prisutne unatoč visokoj relativnoj gustoći prekursora (> 98,5 %) postignutoj prešanjem i naknadnim ekstrudiranjem (tablica 3.5). Dio uočenih nesavršenosti posljedica je površinskog istrgnuća Al_2O_3 i CaCO_3 čestica tijekom metalografske pripreme brušenjem i poliranjem.

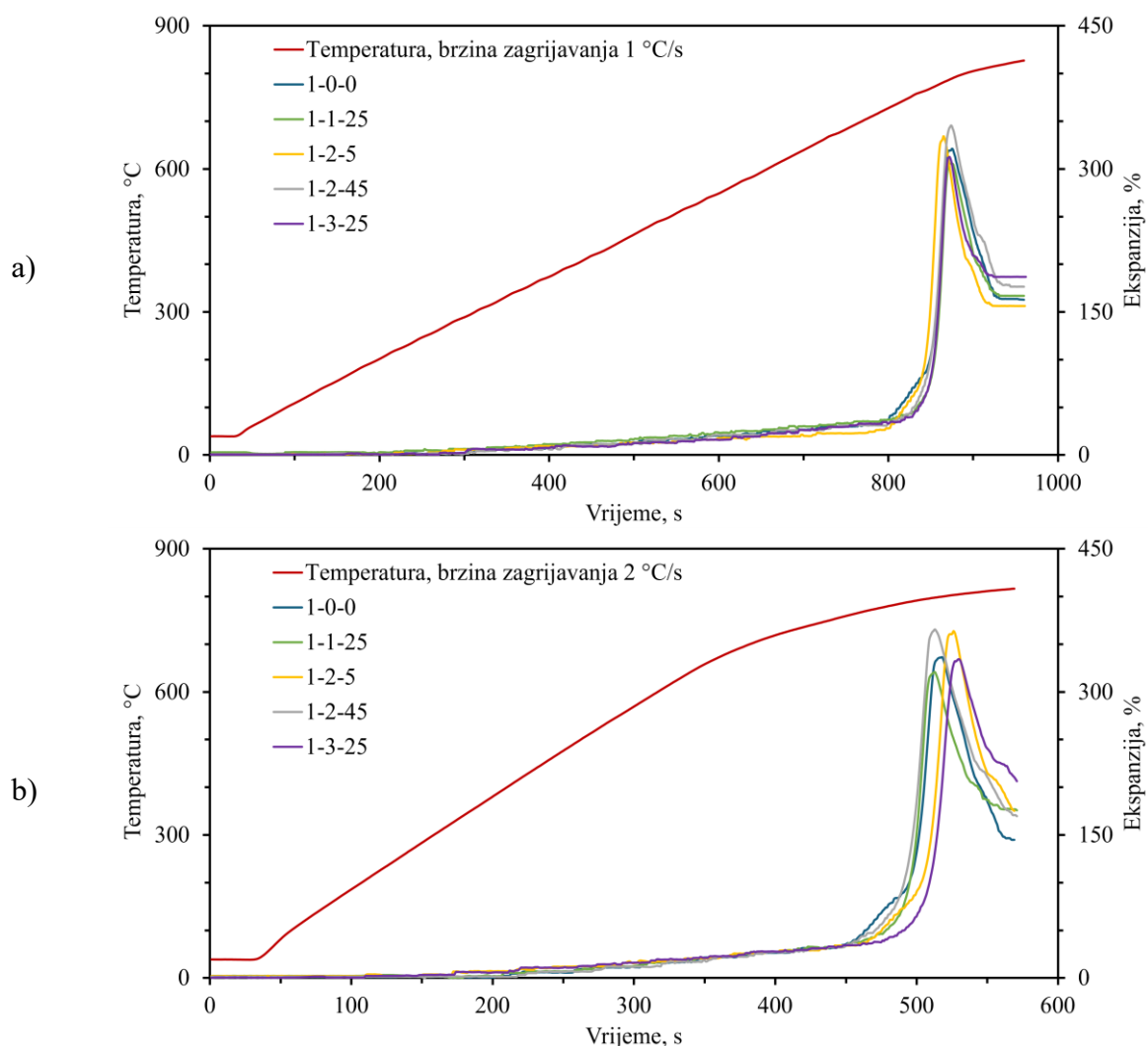
4.2. Analiza ekspanzije prekursora

Za određivanje utjecaja sadržaja sredstva za upjenjivanje (CaCO_3), kao i čestica za ojačanje (Al_2O_3) na sposobnost upjenjivanja prekursora, korišten je ekspandometar (IMMM, Slovačka) s komorom zagrijavanom infracrvenim lampama, kako je opisano u poglavlju 3.5. Ispitivanja su provedena pri dvjema brzinama zagrijavanja komore, 1 °C/s i 2 °C/s, s ciljem analize utjecaja brzine prirasta temperature na stupanj ekspanzije i temperaturu maksimalne ekspanzije. Mjerenja su provedena tri puta za svaki sastav prekursora i svaku brzinu zagrijavanja radi osiguravanja pouzdanosti i vjerodostojnosti rezultata.

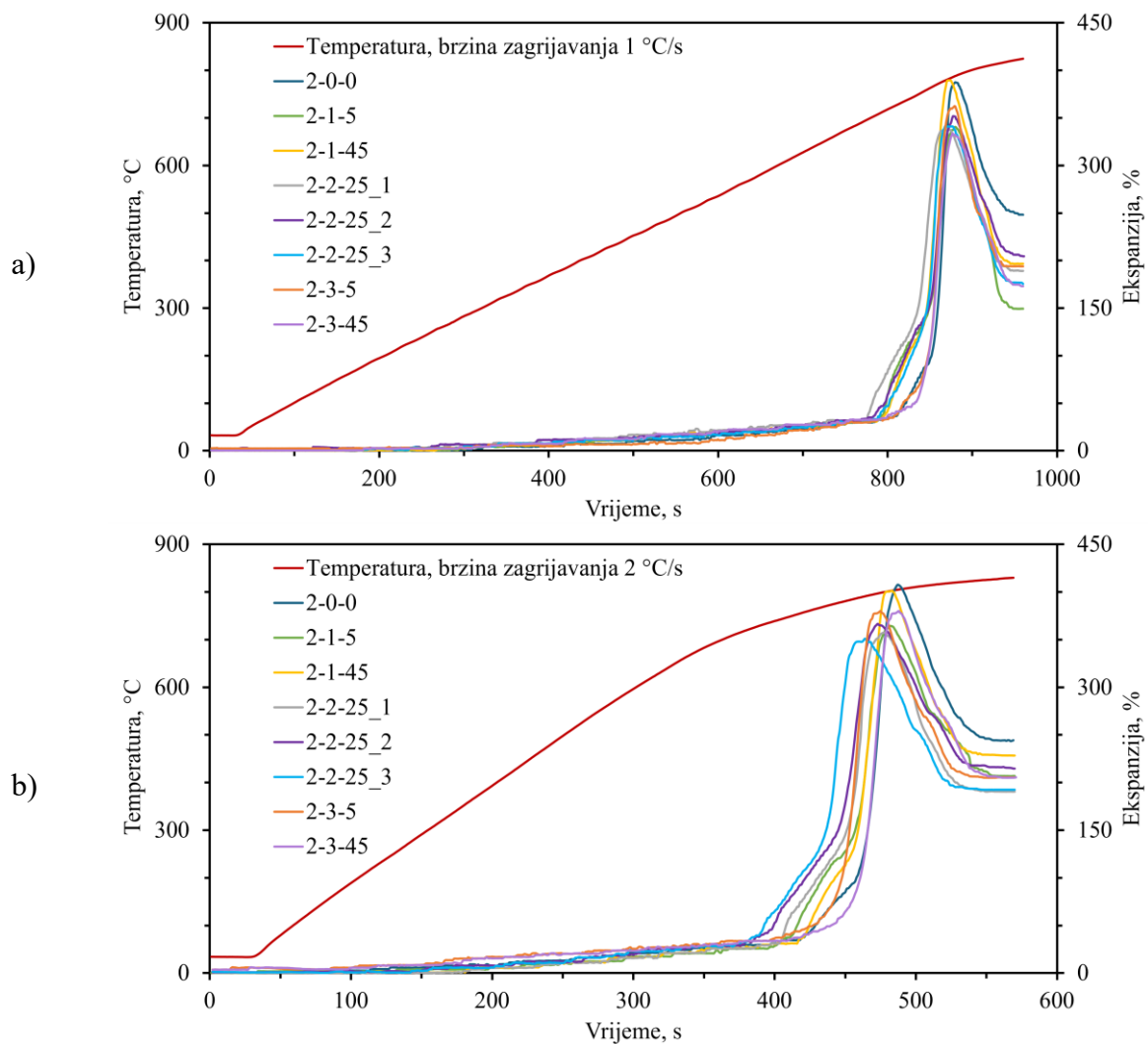
Komora je podešena na zagrijavanje do maksimalne temperature od 850 °C, ali su ispitivanja prekinuta i nešto ranije, neposredno nakon postizanja maksimalnog volumena pjene. Valja

spomenuti da temperatura nije mjerena izravno na prekursoru, već pomoću senzora smještenog u stijenci kalupa, zbog čega se može pretpostaviti nešto niža temperatura samog uzorka od one izmjerene.

Na slici 4.1 dijagramski je prikazana ovisnost stupnja ekspanzije prekursora o temperaturi i vremenu ispitivanja za uzorke koji sadrže 1 mas.% sredstva za upjenjivanje (CaCO_3) pri brzinama zagrijavanja od $1\text{ }^\circ\text{C/s}$ i $2\text{ }^\circ\text{C/s}$. Dijagrami ekspanzijskog ispitivanja uzoraka s 2 mas.% CaCO_3 prezentirani su na slici 4.2, dok slika 4.3 predočava rezultate ovih ispitivanja za uzorke s 3 mas.% CaCO_3 . Pojedinačni rezultati mjerenja ekspanzije uzoraka svih polaznih stanja dani su u prilogu 2 za brzinu zagrijavanja od $1\text{ }^\circ\text{C/s}$, te u prilogu 3 za zagrijavanje brzinom od $2\text{ }^\circ\text{C/s}$.

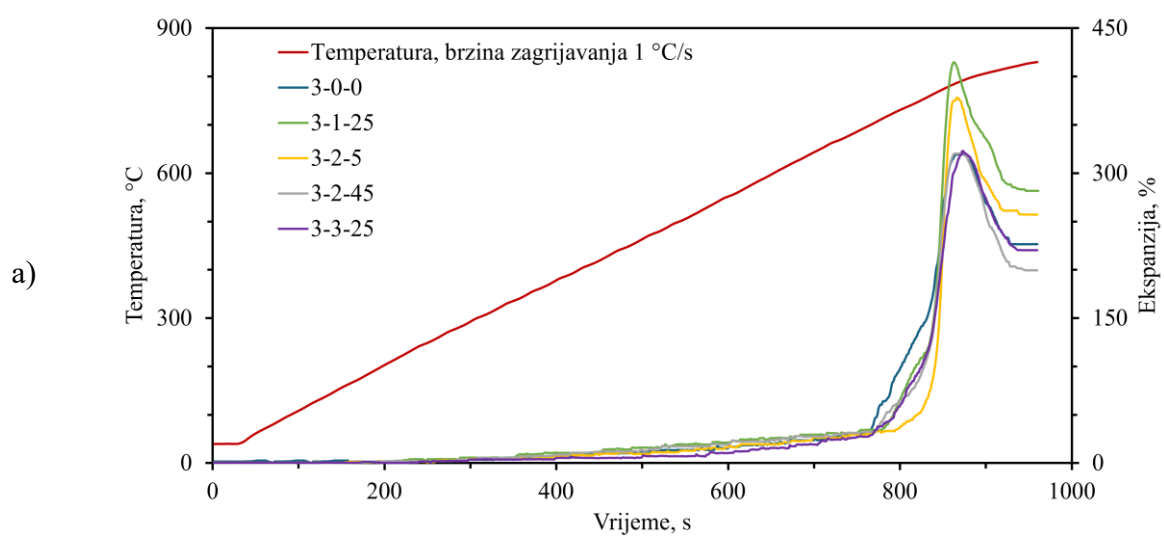


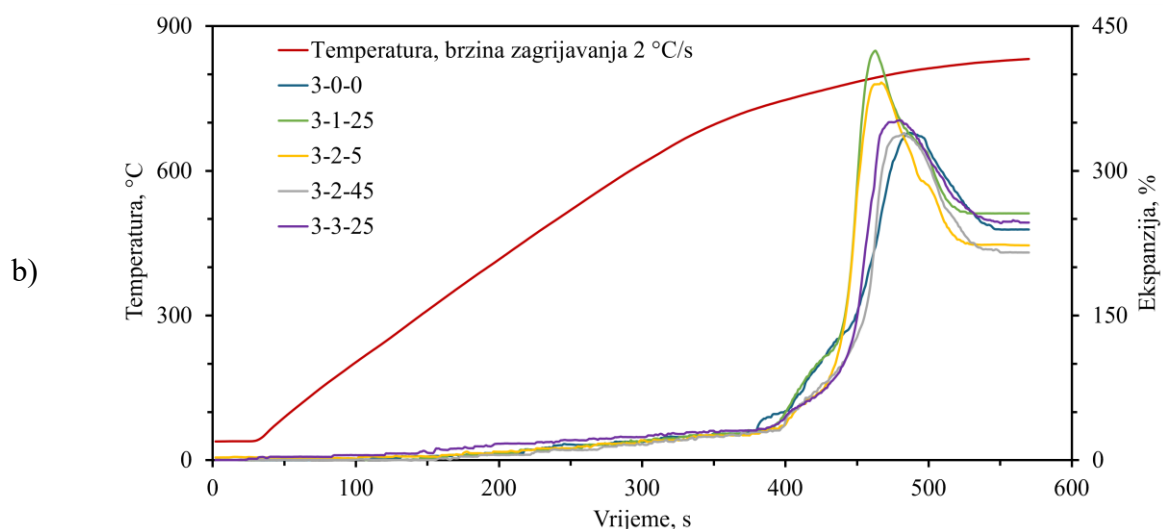
Slika 4.1 Dijagram ekspanzije prekursora s 1 mas.% CaCO_3 pri brzini zagrijavanja od:
a) $1\text{ }^\circ\text{C/s}$; b) $2\text{ }^\circ\text{C/s}$



Slika 4.2 Dijagram ekspanzije prekursora s 2 mas.% CaCO_3 pri brzini zagrijavanja od:

a) 1 °C/s; b) 2 °C/s





Slika 4.3 Dijagram ekspanzije prekursora s 3 mas.% CaCO_3 pri brzini zagrijavanja od:
a) 1 °C/s; b) 2 °C/s

Iz grafičkih prikaza na slikama 4.1 - 4.3 vidljivo je da se krivulja ekspanzije može podijeliti u tri karakteristična stadija. U prvom stadiju, tijekom zagrijavanja peći od sobne temperature do 750 °C – 800 °C, ovisno o sastavu prekursora, ne dolazi do upjenjivanja. Uzorak u ovom stadiju još uvijek nije dovoljno zagrijan, budući da je njegova temperatura niža od temperature kalupa, što ograničava oslobađanje plinovite faze iz sredstva za upjenjivanje. Povećanje volumena u ovom temperaturnom području uglavnom je posljedica toplinskog širenja prekursora. Drugi stadij obilježen je naglim porastom volumena i traje do postizanja maksimalnog stupnja ekspanzije. U tom stadiju prekursor je već dovoljno zagrijan te omogućuje oslobađanje plina iz sredstva za upjenjivanje koji unutar materijala oblikuje ćelije. Širenje prekursora vrlo je intenzivno te traje svega nekoliko desetaka sekundi, tijekom kojih se njegov volumen može povećati i do nekoliko puta te potom započinje ubrzano propadanje ćelija. Stoga je prilikom upjenjivanja uzoraka u peći potrebno pravodobno reagirati nakon pojave prvih znakova istjecanja taline iz kalupa. Nakon postizanja maksimalne ekspanzije započinje treći stadij, obilježen urušavanjem ćelijaste građe. Do toga dolazi jer je osnovni materijal prešao u rastaljeno stanje, pri čemu viskoznost taline nije dovoljna za zadržavanje porozne strukture. Osim toga, preostali plin koji se i dalje oslobađa iz sredstva za upjenjivanje više ne formira nove ćelije, već slobodno izlazi iz materijala u okolinu. U procesu ohlađivanja, materijal ponovo prelazi iz rastaljenog u kruto stanje, zadržavajući neupjenjenu, ili samo djelomično upjenjenu strukturu. Međutim, uzorak u takvom stanju više nije prikladan za daljnja ispitivanja. Kod pojedinih uzoraka zabilježeno je prodiranje dijela rastaljenog aluminija u uski prostor

između kalupa i detektora pomaka, koji se prilikom ohlađivanja skrućuje, zbog čega detektor više nije u mogućnosti registrirati daljnje urušavanje ćelijaste strukture.

Praćenjem temperaturnih krivulja na slikama 4.1 - 4.3 vidljivo je da u višem temperaturnom području brzina prirasta temperature u jedinici vremena postupno opada i to pri obje brzine zagrijavanja. To je posljedica ograničenja ugrađenih grijaćih elemenata, tj. infracrvenih lampi koje se mogu zagrijati do temperature od maksimalno 900 °C. Smanjenje brzine porasta temperature izraženije je pri većoj brzini zagrijavanja, gdje su zabilježene i nešto više temperature maksimalne ekspanzije.

Srednje vrijednosti stupnja maksimalne ekspanzije, izražene u postocima u odnosu na polaznu visinu prekursora od 5 mm, određene iz tri ponovljena ispitivanja za svako polazno stanje, kao i pripadajuće srednje vrijednosti temperatura, prikazane su tablicom 4.2, dok su sve izmjerene vrijednosti navedene u prilogu 4.

Tablica 4.2 Maksimalni stupanj ekspanzije prekursora i temperatura maksimalne ekspanzije pri brzinama zagrijavanja od 1 °C/s i 2 °C/s

Oznaka prekursora	Prosječni maksimalni stupanj ekspanzije, %		Prosječna temperatura maksimalne ekspanzije, °C	
	1 °C/s	2 °C/s	1 °C/s	2 °C/s
1-1-25	305,6 ± 12,1	320,9 ± 6,6	787,9 ± 0,5	797,6 ± 3,9
1-2-5	334,3 ± 2,9	363,8 ± 13,1	781,9 ± 4,7	802,8 ± 2,6
1-2-45	345,5 ± 8,2	365,5 ± 6,9	788,9 ± 0,7	797,6 ± 6,6
1-3-25	312,4 ± 6,9	334,4 ± 6,0	787,8 ± 4,6	804,5 ± 4,0
2-1-5	340,7 ± 4,0	364,5 ± 20,1	787,8 ± 1,0	802,8 ± 5,3
2-1-45	389,7 ± 19,5	401,4 ± 13,0	782,7 ± 3,6	803,1 ± 2,1
2-2-25-1	338,8 ± 9,1	357,6 ± 2,2	780,4 ± 0,9	800,3 ± 4,2
2-2-25-2	351,7 ± 6,5	366,7 ± 12,8	785,4 ± 5,0	796,8 ± 1,2
2-2-25-3	341,0 ± 6,8	351,0 ± 10,9	778,5 ± 3,5	790,8 ± 0,6
2-3-5	362,3 ± 6,2	380,0 ± 5,8	787,1 ± 2,1	798,5 ± 2,0
2-3-45	333,7 ± 10,6	354,1 ± 14,8	785,6 ± 2,3	805,1 ± 1,9
3-1-25	414,7 ± 7,5	424,5 ± 5,3	784,5 ± 3,6	793,0 ± 0,8
3-2-5	378,2 ± 4,6	391,6 ± 4,6	787,1 ± 3,3	795,8 ± 0,7
3-2-45	322,6 ± 6,3	339,1 ± 10,4	790,9 ± 2,1	804,4 ± 3,7
3-3-25	322,8 ± 6,9	352,3 ± 14,3	791,5 ± 2,8	803,3 ± 3,3
1-0-0	321,2 ± 4,8	336,3 ± 4,5	789,5 ± 2,6	799,7 ± 8,3

Oznaka prekursora	Prosječni maksimalni stupanj ekspanzije, %		Prosječna temperatura maksimalne ekspanzije, °C	
	1 °C/s	2 °C/s	1 °C/s	2 °C/s
2-0-0	387,4 ± 8,9	407,6 ± 10,8	787,9 ± 3,3	804,6 ± 5,4
3-0-0	337,0 ± 8,4	339,6 ± 8,4	791,4 ± 2,4	806,5 ± 1,5

Iz rezultata prikazanih u tablici 4.2 proizlazi da zagrijavanje većom brzinom (2 °C/s) pogoduje širenju prekursora. Pri toj brzini zagrijavanja postiže se nešto veća ekspanzija u usporedbi sa sporijim zagrijavanjem brzinom od 1 °C/s. Razlog tome je naglije zagrijavanje kojim se olakšava otpuštanje plina, što rezultira intenzivnijim procesom upjenjivanja. Međutim, potrebno je navesti i određene iznimke kod kojih je zabilježeno gotovo identično širenje prekursora pri obje brzine zagrijavanja, a u pojedinim slučajevima čak i nešto veća ekspanzija pri sporijem zagrijavanju brzinom od 1 °C/s, što je vidljivo iz rezultata prikazanih u prilogu 4.

Valja istaknuti da je najveća ekspanzija zabilježena kod uzoraka skupine 3-1-25 koji sadrže 3 mas.% CaCO₃, 1 mas.% Al₂O₃ čestice promjera 25 µm. Ostvarena ekspanzija iznosila je 415 % pri brzini zagrijavanja od 1 °C/s, odnosno 425 % pri brzini zagrijavanja od 2 °C/s. Vrlo visoki iznosi ekspanzije, također veće od 400 %, zabilježene su i kod uzoraka skupina 2-0-0 (2 mas.% CaCO₃, 0 mas.% Al₂O₃) i 2-1-45 (2 mas.% CaCO₃, 1 mas.% Al₂O₃ promjera čestica 45 µm) zagrijavanih brzinom od 2 °C/s. S druge strane, najmanje volumno širenje uočeno je kod prekursora skupina 1-1-25 (1 mas.% CaCO₃, 1 mas.% Al₂O₃ promjera čestica 25 µm) i 1-3-25, koji sadrži identičan udjel CaCO₃ ali veću koncentraciju Al₂O₃ (3 mas.%). Ovi prekursori ostvaruju stupanj ekspanzije u iznosu od 306 % (1-1-25), odnosno 312 % (1-3-25) pri brzini zagrijavanja od 1 °C/s, te 321 % i 334 % pri većoj brzini zagrijavanja (2 °C/s).

Usporedbom rezultata za prekursore s 1 mas.% CaCO₃ (skupine 1-x-x), uočava se veća ekspanzija uzoraka koji sadrže 2 mas.% Al₂O₃ u odnosu na one neojačane, dok se isti trend ne opaža kod uzoraka koji sadrže 1 i 3 mas.% Al₂O₃, koji ostvaruju nižu ekspanziju. Kod uzoraka s 2 mas.% sredstva za upjenjivanje (skupine 2-x-x), najveća ekspanzija bilježi se kod prekursora bez keramičkih čestica (2-0-0), dok se dodatkom Al₂O₃ sposobnost širenja u pravilu smanjuje. Iznimku predstavlja skupina 2-1-45 koja sadrži 1 mas.% Al₂O₃ promjera čestica 45 µm, kod koje je ostvaren stupanj ekspanzije usporediv s neojačanim stanjem 2-0-0. Za uzorke s najvećim udjelom CaCO₃ od 3 mas.% (skupine 3-x-x), uočava se znatno veća ekspanzija prekursora skupina 3-1-25 (3 mas.% CaCO₃, 1 mas.% Al₂O₃ promjera čestica 25 µm) i 3-2-5 (3 mas.% CaCO₃, 2 mas.% Al₂O₃ promjera čestica 5 µm), od približno 400 %, u usporedbi s

neojačanim stanjem (3-0-0), karakteriziranim porastom volumena u iznosu od 320 % pri brzini zagrijavanja od 1 °C/s, odnosno 340 % za zagrijavanje brzinom 2 °C/s. Kod ostalih ispitivanih uzoraka ove skupine, sadržaj keramičkih čestica nije imao značajan utjecaj na stupanj ekspanzije.

Razmatrajući isključivo prekursore bez keramičkih čestica (1-0-0, 2-0-0, 3-0-0), najveće volumno povećanje je kod uzoraka s 2 mas.% CaCO₃, u iznosu od 387 % pri brzini zagrijavanja od 1 °C/s, odnosno 408 % za brzinu od 2 °C/s. Pri većim udjelima sredstva za upjenjivanje, vrijednosti ostvarene ekspanzije se smanjuju. Iz navedenog proizlazi da povećanje udjela CaCO₃ u prekursoru ne dovodi nužno do porasta stupnja ekspanzije, što upućuje na to da se već pri 2 mas.% CaCO₃ postiže dovoljna koncentracija sredstva za upjenjivanje.

Iz drugog dijela rezultata prikazanih u tablici 4.2, koji se odnosi na temperature pri kojima se postiže maksimalna ekspanzija, zamjetno je da se pri većoj brzini zagrijavanja promatrana temperatura povećava za približno 10 °C ili više. Razlog tome je intenzivnije zagrijavanje kalupa, pri čemu je zbog toplinske vodljivosti materijala, prekursoru potrebno nešto više vremena da dosegne temperaturu pri kojoj započinje oslobađanje plina iz sredstva za upjenjivanje, zbog čega se cijeli proces pomiče u područje viših temperatura.

Rezultati provedene analize varijance (ANOVA) za zagrijavanje brzinom od 1 °C/s prikazani su u tablici 4.3. Izračunata *p*-vrijednost modela manja od 0,05 potvrđuje da je razvijeni model za opis maksimalne ekspanzije statistički značajan, dok odstupanje nije statistički značajno jer je *p*-vrijednost odstupanja od modela veća od 0,1. Koeficijent determinacije ($R^2 = 0,8713$) ukazuje na to da regresijski model objašnjava 87,13 % ukupne varijabilnosti maksimalne ekspanzije prekursora, odnosno da je 87,13 % promjene zavisne varijable objašnjeno promjenama nezavisnih varijabli.

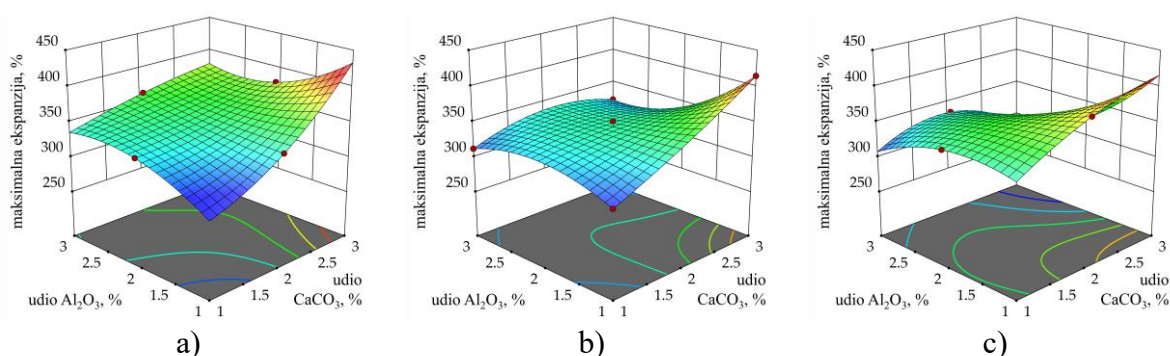
Tablica 4.3 Analiza varijance maksimalne ekspanzije za brzinu zagrijavanja od 1 °C/s

Izvor varijacije	Suma kvadrata odstupanja	Stupnjevi slobode	Srednji kvadrat odstupanja	<i>F</i> -vrijednost	<i>p</i> -vrijednost
Model	10639,67	8	1329,96	5,08	0,0315
<i>A</i> – udio CaCO₃, %	109,62	1	109,62	0,42	0,5417
<i>B</i> – udio Al₂O₃, %	1779,96	1	1779,96	6,79	0,0403
<i>C</i> – promjer Al₂O₃, μm	71,34	1	71,34	0,27	0,6205

Izvor varijacije	Suma kvadrata odstupanja	Stupnjevi slobode	Srednji kvadrat odstupanja	F-vrijednost	p-vrijednost
<i>AB</i>	2441,35	1	2441,35	6,32	0,0224
<i>AC</i>	1119,57	1	1119,57	4,27	0,0842
<i>BC</i>	1506,60	1	1506,60	5,75	0,0534
<i>B</i> ²	37,58	1	37,58	0,14	0,7179
<i>AB</i> ²	1215,74	1	1215,74	4,64	0,0747
Ostatak	1571,87	6	261,98		
Odstupanje od modela	1477,07	4	369,27	7,79	0,1170
Čista pogreška	94,80	2	47,40		
Ukupno	12211,54	14			

Prilikom procjene značajnosti pojedinih parametara primijenjen je kriterij prema kojem se članovi modela s *p*-vrijednošću manjom od 0,05 smatraju statistički značajnima za promatrani proces. Iako su pojedini parametri, kao i njihova međudjelovanja, statistički neznačajni ($p > 0,1$), zadržani su u modelu radi očuvanja njegove hijerarhijske strukture te mogućeg doprinosa točnosti razvijenog regresijskog modela.

Na slici 4.4 prikazane su trodimenzionalne odzivne površine koje opisuju utjecaj udjela CaCO_3 (faktor *A*) i Al_2O_3 (faktor *B*) na maksimalnu ekspanziju prekursora za različite promjere Al_2O_3 čestica (faktor *C*) pri brzini zagrijavanja od 1 °C/s.



Slika 4.4 Utjecaj udjela CaCO_3 i Al_2O_3 na maksimalni stupanj ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja od 1 °C/s za različite promjere Al_2O_3 čestica: a) 5 μm; b) 25 μm; c) 45 μm

Vidljivo je da maksimalni stupanj ekspanzije ovisi o međudjelovanju svih ulaznih parametara, pri čemu njihov utjecaj nije linearan. Kod uzoraka s 1 mas.% Al_2O_3 , povećanjem udjela sredstva za upjenjivanje s 1 mas.% na 3 mas.% nastupa povećanje stupnja ekspanzije, neovisno

o promjeru čestica. S druge strane, pri udjelu od 3 mas.% Al_2O_3 čestica, povećanje udjela CaCO_3 ne uzrokuje značajniju promjenu stupnja ekspanzije. Razmatrajući uzorke s 1 mas.% CaCO_3 , također nisu uočene značajne promjene stupnja ekspanzije pri promjeni udjela Al_2O_3 , osim u slučaju čestica promjera 5 μm , kada se povećanjem udjela ojačala bilježi umjeren porast volumnog širenja. Nasuprot tome, kod uzoraka s 3 mas.% CaCO_3 dolazi do smanjenja stupnja ekspanzije uslijed porasta sadržaja Al_2O_3 i to za sve tri promjere keramičkih čestica.

Kod najsitnijih čestica, slika 4.4a, zamjetan je izražen utjecaj njihova udjela na stupanj ekspanzije. Pri nižem udjelu CaCO_3 , povećanje udjela Al_2O_3 dovodi do povećanja ekspanzije, dok pri višem udjelu isti trend rezultira smanjenjem stupnja ekspanzije. Ova potonja zakonitost može se uočiti i kod većih čestica (25 μm i 45 μm), kada porast udjela Al_2O_3 uzrokuje smanjenje volumnog širenja. Općenito, najveći stupanj ekspanzije postiže se kod prekursora s najvećim udjelom CaCO_3 i najmanjim udjelom Al_2O_3 .

Na temelju provedene analize razvijena je modificirana kubna regresijska jednadžba koja opisuje utjecaj ulaznih parametara na maksimalni stupanj ekspanzije pri brzini zagrijavanja od 1 $^\circ\text{C/s}$, jednadžba 4.1:

$$\begin{aligned} \text{Exp}_{\max,1} = & -6,03915 + 174,1775 \cdot A + 243,30241 \cdot B + 3,46444 \cdot C \\ & - 123,325 \cdot AB - 0,8365 \cdot AC - 0,970375 \cdot BC \\ & - 46,13732 \cdot B^2 + 24,655 \cdot AB^2 \end{aligned} \quad (4.1)$$

gdje je:

$\text{Exp}_{\max,1}$ – maksimalna ekspanzija prekursora pri brzini zagrijavanja od 1 $^\circ\text{C/s}$, %;

A – maseni udio CaCO_3 , %;

B – maseni udio Al_2O_3 , %;

C – promjer Al_2O_3 čestica, μm .

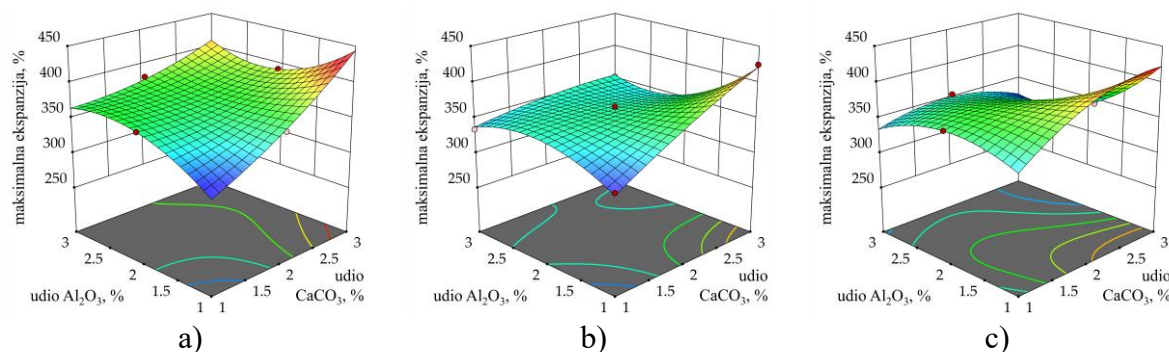
Tablica 4.4 prikazuje rezultate ANOVA analize za ispitivanje maksimalne ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja od 2 $^\circ\text{C/s}$. Izračunata p -vrijednost modela i u ovom je slučaju manja od 0,05, što potvrđuje njegovu statističku značajnost. Izračunati koeficijent determinacije (R^2) iznosi 0,9783, što upućuje na vrlo dobro slaganje razvijenog regresijskog modela s eksperimentalnim rezultatima. Drugim riječima, model objašnjava 97,83 % ukupne varijabilnosti maksimalne ekspanzije, odnosno 97,83 % promjene zavisne varijable objašnjeno je promjenama nezavisnih varijabli.

Tablica 4.4 Analiza varijance maksimalne ekspanzije za brzinu zagrijavanja od 2 °C/s

Izvor varijacije	Suma kvadrata odstupanja	Stupnjevi slobode	Srednji kvadrat odstupanja	F-vrijednost	p-vrijednost
Model	9670,80	11	879,16	12,31	0,0311
A – udio CaCO₃, %	0,4970	1	0,4970	0,007	0,9388
B – udio Al₂O₃, %	1022,20	1	1022,20	14,31	0,0324
C – promjer Al₂O₃, μm	30,20	1	30,20	0,4228	0,5619
AB	1836,98	1	1836,98	25,72	0,0148
AC	733,60	1	733,60	10,27	0,0491
BC	986,90	1	986,90	13,82	0,0339
A²	100,10	1	100,10	1,40	0,3217
B²	86,26	1	86,26	1,21	0,3521
C²	511,14	1	511,14	7,16	0,0754
A²C	478,02	1	478,02	6,69	0,0813
AB²	1803,90	1	1803,90	25,26	0,0152
Ostatak	214,26	3	71,42		
Odstupanje od modela	90,38	1	90,38	1,46	0,3505
Čista pogreška	123,88	2	61,94		
Ukupno	9885,06	14			

Odstupanje od modela, kao i pojedini izvori varijacije, nisu statistički značajni ($p > 0,1$). Unatoč tome, pojedini faktori i interakcijski članovi zadržani su u modelu radi očuvanja njegove hijerarhijske strukture i postizanja veće točnosti regresijskog modela.

Na slici 4.5 prikazane su odzivne površine koje predočavaju utjecaj udjela CaCO₃ (faktor A) i Al₂O₃ (faktor B) na vrijednosti maksimalne ekspanzije prekursora s različitim promjerima čestica Al₂O₃ (faktor C) pri brzini zagrijavanja od 2 °C/s.



Slika 4.5 Utjecaj udjela CaCO_3 i Al_2O_3 na maksimalni stupanj ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja od $2\text{ }^\circ\text{C/s}$ za različite promjere Al_2O_3 čestica: a) $5\text{ }\mu\text{m}$; b) $25\text{ }\mu\text{m}$; c) $45\text{ }\mu\text{m}$

I pri ovoj brzini zagrijavanja također je primjetno da stupanj ekspanzije ovisi o međudjelovanju svih ulaznih faktora, te navedena ovisnost nije linearna. Porastom masenog udjela CaCO_3 povećava se stupanj ekspanzije prekursora s $1\text{ mas.}\%\text{ Al}_2\text{O}_3$, kao i pri brzini zagrijavanja od $1\text{ }^\circ\text{C/s}$. Pri većim udjelima Al_2O_3 , povećanje udjela sredstva za upjenjivanje ne utječe u tolikoj mjeri na ostvarenu ekspanziju.

Provedenom analizom dobivena je modificirana kubna jednadžba koja povezuje utjecaj svih ulaznih parametara i njihovih međudjelovanja na vrijednost maksimalne ekspanzije pri brzini zagrijavanja od $2\text{ }^\circ\text{C/s}$, jednadžba 4.2:

$$\begin{aligned} \text{Exp}_{\max,2} = & 71,97724 + 123,79729 \cdot A + 272,11729 \cdot B - 1,50035 \cdot C \\ & - 141,56 \cdot AB + 2,41488 \cdot AC - 0,785375 \cdot BC \\ & + 14,11833 \cdot A^2 - 55,23167 \cdot B^2 + 0,029415 \cdot C^2 \\ & - 0,773 \cdot A^2C + 30,0325 \cdot AB^2 \end{aligned} \quad (4.2)$$

gdje je:

$\text{Exp}_{\max,2}$ – maksimalna ekspanzija prekursora pri brzini zagrijavanja od $2\text{ }^\circ\text{C/s}$, %;

A – maseni udio CaCO_3 , %;

B – maseni udio Al_2O_3 , %;

C – promjer Al_2O_3 čestica, μm .

Usporedbom dijagrama na slikama 4.4 i 4.5 može se zaključiti da povećanje brzine zagrijavanja s $1\text{ }^\circ\text{C/s}$ na $2\text{ }^\circ\text{C/s}$ ne mijenja osnovni oblik odzivnih površina, neovisno o promjeru Al_2O_3 čestica. To ukazuje na istovjetnu tendenciju utjecaja parametara A (udio CaCO_3) i B (udio Al_2O_3) na postignuto volumno širenje, pri čemu se razlika očituje samo u njegovoj vrijednosti. U oba slučaja najveći stupanj ekspanzije postiže se pri visokom udjelu CaCO_3 i niskom udjelu Al_2O_3 . Zagrijavanjem prekursora brzinom od $2\text{ }^\circ\text{C/s}$ odzivne površine pomaknute su prema višim vrijednostima ekspanzije, što ukazuje na to da brže zagrijavanje pogoduje učinkovitijem

upjenjivanju prekursora. Naime, brže zagrijavanje ubrzava rastvaranje CaCO_3 i oslobađanje CO_2 u trenutku kada materijal posjeduje još uvijek dovoljno visoku viskoznost da bi zadržao plin, što doprinosi formiranju ćelija.

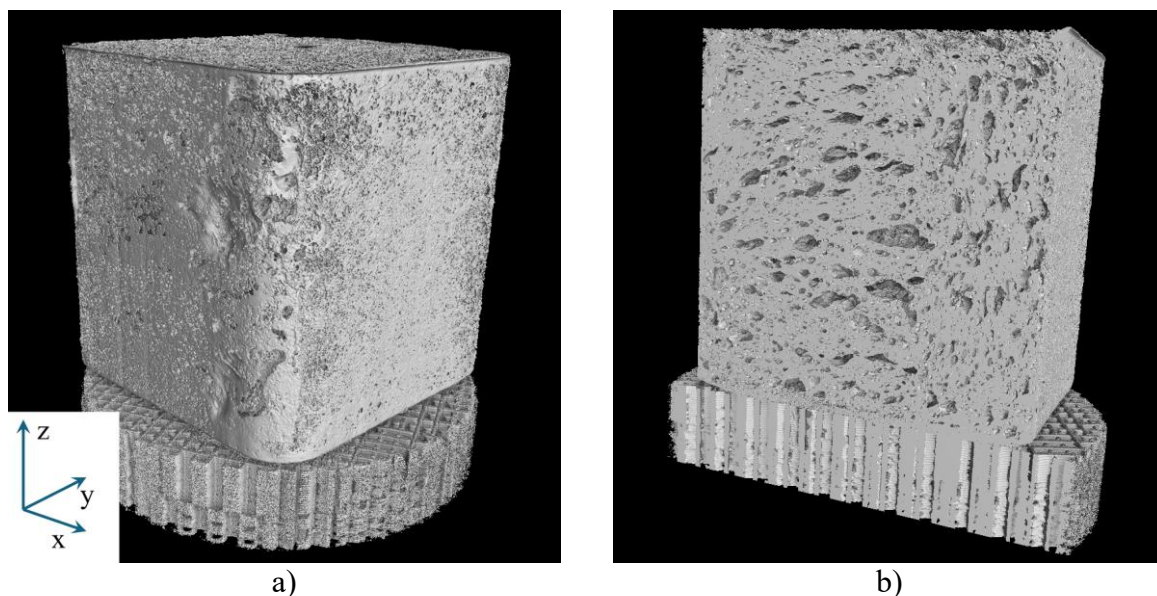
Potrebno je napomenuti da se pri upjenjivanju prekursora u kalupu unutar peći, u stvarnim proizvodnim uvjetima, postižu znatno veće brzine zagrijavanja nego u provedenom ispitivanju. Osim toga, zagrijavanje ne započinje od sobne temperature, već se kalup stavlja u peć prethodno zagrijanu na zadanu temperaturu. Prilikom umetanja kalupa dolazi do kratkotrajnog pada temperature zbog otvaranja vrata peći, no pad te temperature ovisi o dimenzijama otvora, snazi grijača te spretnosti rukovatelja. U pravilu, peć se ponovo zagrije na zadanu temperaturu prije nego što prekursor dosegne temperaturu mekšanja.

Dodatna razlika u odnosu na provedeno ispitivanje jest činjenica da se uzorak tijekom laboratorijskog ispitivanja može širiti isključivo u visinu, dok se prekursori unutar kalupa mogu širiti u sva tri smjera. Unatoč navedenim razlikama između laboratorijskih i stvarnih uvjeta upjenjivanja, rezultati ovog ispitivanja omogućuju procjenu stupnja ekspanzije prekursora različitih kemijskih sastava, a time i određivanje njihove potrebne količine da bi se kalup potpuno ispunio pjenom.

4.3. Analiza upjenjene strukture pomoću računalne tomografije

CT skeniranje provedeno je na po tri uzorka iz osam različitih skupina, od kojih je šest skupina sadržavalo keramičke čestice, dok dvije skupine nisu imale ojačanje, kako je navedeno u tablici 3.5. Parametri korišteni prilikom skeniranja navedeni su u poglavlju 3.7, a rekonstrukcija dobivenih projekcija, kao i daljnja analiza trodimenzionalnih modela uzoraka provedene su u programu VGStudioMax 2025.1 (Volume Graphics, Njemačka).

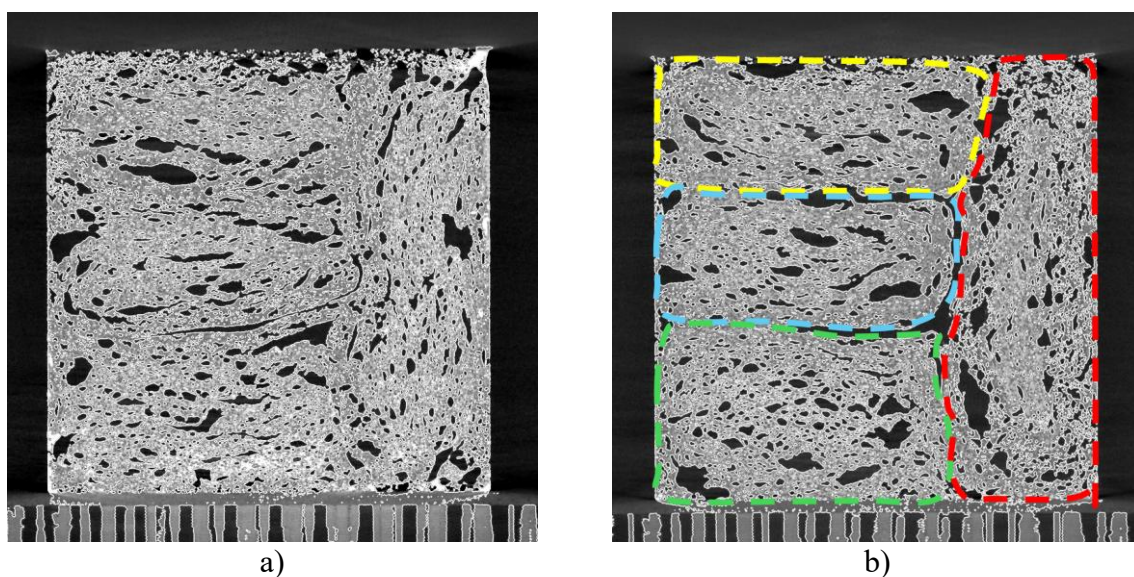
Primjer rekonstruiranog modela uzorka iz skupine 2-2-25 dan je na slici 4.6a, dok je njegov uzdužni presjek prikazan na slici 4.6b. Na presjeku je vidljiv velik broj ćelija, što je karakteristično za pjene upjenjene pomoću CaCO_3 , za razliku od TiH_2 sredstva za upjenjivanje koje daje znatno manji broj ćelija većeg volumena.



Slika 4.6 Rekonstruirani model uzorka iz skupine 2-2-25: a) trodimenzionalni prikaz;
b) uzdužni presjek uzorka

Za preostale ispitivane uzorke, njihovi rekonstruirani trodimenzionalni modeli s pripadajućim presjekom prikazani su u prilogu 5.

Slika 4.7 prikazuje uzdužne presjeke uzoraka iz dviju različitih skupina koje se razlikuju prema stupnju srašćivanja prekursora tijekom upjenjivanja. Kod uzorka 2-1-5 prevladava gotovo potpuno srašćivanje prekursora (slika 4.7a), dok su kod uzorka skupine 3-0-0 jasno uočljive granice između pojedinačnih prekursora, položenih u kalup prema slici 3.16c. Navedene granice dodatno su istaknute isprekidanom linijom na slici 4.7b.



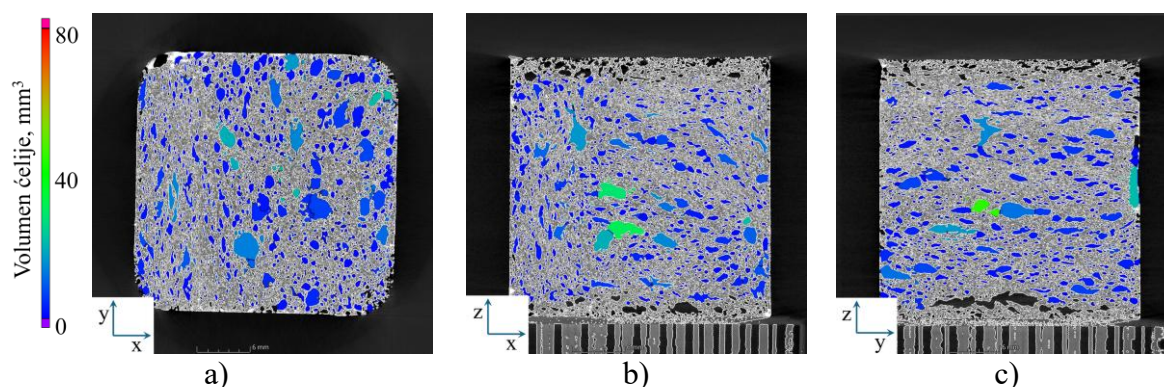
Slika 4.7 Rekonstruirani modeli uzoraka s različitim stupnjevima spajanja prekursora:
a) uzorak 2-1-5; b) uzorak 3-0-0 s vidljivim granicama prekursora

Na kvalitetu međusobnog spajanja prekursora može utjecati nekoliko čimbenika. Jedan od mogućih razloga slabijeg spajanja je nedovoljno visoka temperatura, uvjetovana položajem prekursora unutar kalupa, pri kojoj on ne omekša dovoljno te ne postiže odgovarajuću sposobnost upjenjivanja. Drugi mogući razlog je formiranje stabilnog oksidnog sloja na površini prekursora, čije je talište znatno više od temperature upjenjivanja, što otežava međusobno spajanje.

Na slici 4.7b jasno se uočava da je donji prekursor, koji je najvećom površinom bio u kontaktu s dnom kalupa, ostvario najveću ekspanziju, budući da se najbrže zagrijavao do temperature pri kojoj započinje proces upjenjivanja. Prekursori položeni iznad njega u kontaktu su sa stijenkama kalupa samo bočnim površinama, zbog čega su se sporije zagrijavali i nešto manje upjenili. Vertikalno položen prekursor također je samo djelomično ostvario kontakt sa stijenkama kalupa, tako da se njegov donji dio bolje upjenio, što se može pripisati boljem kontaktu s dnom kalupa i bržem zagrijavanju tog područja.

Iako su kod pojedinih uzoraka zabilježene određene nesavršenosti na spojevima prekursora, one su prisutne isključivo u unutrašnjosti uzoraka, dok je njihova vanjska površina prekrivena korom bez vidljivih nepravilnosti.

Na slici 4.8 prikazani su presjeci uzorka iz skupine 2-2-25 u trima međusobno okomitim ravninama. Na poprečnom i uzdužnom presjeku vidljive su mnogobrojne pore prikazane različitim bojama, ovisno o njihovom volumenu. Plavo obojane ćelije su najbrojnije i predstavljaju manje pore, dok svijetlozelene do tirkizne predočavaju veće pore.



Slika 4.8 Raspodjela volumena ćelija na središnjim presjecima uzorka iz skupine 2-2-25 u ravninama: a) XY; b) XZ; c) YZ

Analizom raspodjele i volumena ćelija na pojedinim presjecima može se uočiti njihova relativno podjednaka raspodjela u ravninama XZ i YZ, u kojima su zastupljene ćelije svih

volumena. Nasuprot tome, u ravnini XY prevladavaju ćelije srednjeg volumena, pri čemu je uočena i drugačija orijentacija ćelijaste strukture.

Na temelju ovih, ali i drugih rekonstruiranih presjeka, provedena je analiza volumena ćelija za uzorke ispitivanih skupina, a rezultati su sažeti u tablici 4.5. Analiza broja i volumena ćelija provedena je na cjelokupnom volumenu uzorka kako bi se dobile reprezentativne vrijednosti, a ne vrijednosti karakteristične samo za pojedine presjeke. Pri analizi nisu uzete u obzir površinske ćelije, označene crnom bojom na slici 4.8, budući da jednim dijelom izlaze na površinu uzorka.

Tablica 4.5 Analiza broja i volumena ćelija

Stanje pokusa	Prosječan broj ćelija po uzorku	Volumen najmanje ćelije, mm ³	Volumen najveće ćelije, mm ³	Prosječni volumen ćelija, mm ³
1-1-25	5704	0,0003	93,1434	1,3126 ± 3,0586
1-2-5	5567	0,0003	90,6686	1,3526 ± 3,3692
1-3-25	5110	0,0003	97,9616	1,4792 ± 4,1161
2-1-5	5168	0,0003	93,6276	1,2393 ± 3,0074
2-2-25	6639	0,0003	90,8333	1,1080 ± 2,6212
3-2-5	3717	0,0003	87,1879	1,7138 ± 3,6860
1-0-0	6377	0,0003	87,9814	0,9641 ± 2,4707
3-0-0	4445	0,0003	94,8060	1,4173 ± 2,9066

Sukladno rezultatima prikazanim u tablici 4.5, uočava se da svi ispitni uzorci sadrže ćelije vrlo različitih promjera, čiji volumeni se kreću od svega 0,0003 mm³, pa do gotovo 98 mm³. Najveće ćelije zabilježene su kod uzoraka skupine 3-2-5, koji sadrže 3 mas.% CaCO₃ i 2 mas.% Al₂O₃ promjera čestica 5 μm, dok su najmanje prisutne kod uzoraka skupine 1-0-0, koji ne sadrže keramičke čestice i upjenjeni su s 1 mas.% CaCO₃. Dodatak keramičkih čestica u pravilu smanjuje broj ćelija, ali povećava njihov volumen. Povećanje udjela sredstva za upjenjivanje na 3 mas.% također rezultira manjim brojem ćelija, uz istovremeno povećanje njihova volumena, što je potvrđeno i preliminarnim istraživanjima provedenima na uzorcima s 3 mas.% i 5 mas.% CaCO₃ [122]. Prosječni volumen ćelija kod razmatranih uzoraka, neovisno o prisutnosti keramičkih čestica, kreće se u rasponu od 0,96 mm³ do 1,71 mm³.

Najmanje ćelije kod svih ispitivanih uzoraka imaju volumen od svega 0,0003 mm³, što ujedno predstavlja granicu prostorne rezolucije primijenjenog sustava koja ovisi o parametrima provedenog skeniranja, ali i o postupku rekonstrukcije modela i mogućnosti određivanja granica između materijala i šupljina. Kod vrlo sitnih ćelija navedenu granicu nije moguće odrediti s potpunom sigurnošću, zbog čega je moguće da dio najmanjih ćelija nije ni detektiran. Kod većine skeniranih uzoraka, više od 95 % ćelija ima volumen manji od 5 mm³, što potvrđuje i prosječni volumen ćelija, koji u većini slučajeva iznosi nešto više od 1 mm³. Međutim, zbog prisutnosti malog broja velikih ćelija, standardna odstupanja relativno su velika.

U tablici 4.6 sažeti su rezultati analize oblika ćelija dobiveni računalnom tomografijom. Uspoređene su prosječne vrijednosti ekvivalentnog promjera, sferičnosti i kompaktnosti. Ekvivalentni promjer (d_{eq}) predstavlja promjer kugle čiji je volumen identičan volumenu promatrane ćelije, sferičnost je definirana kao omjer površine kugle jednakog volumena (A_{sfera}) i površine ćelije ($A_{ćelija}$), jednačba 4.3, dok je kompaktnost omjer volumena ćelije ($V_{ćelija}$) i volumena kugle opisane oko ćelije (V_{sfera}), jednačba 4.4 [123]:

$$Sferičnost = \frac{A_{sfera}}{A_{ćelija}} \quad (4.3)$$

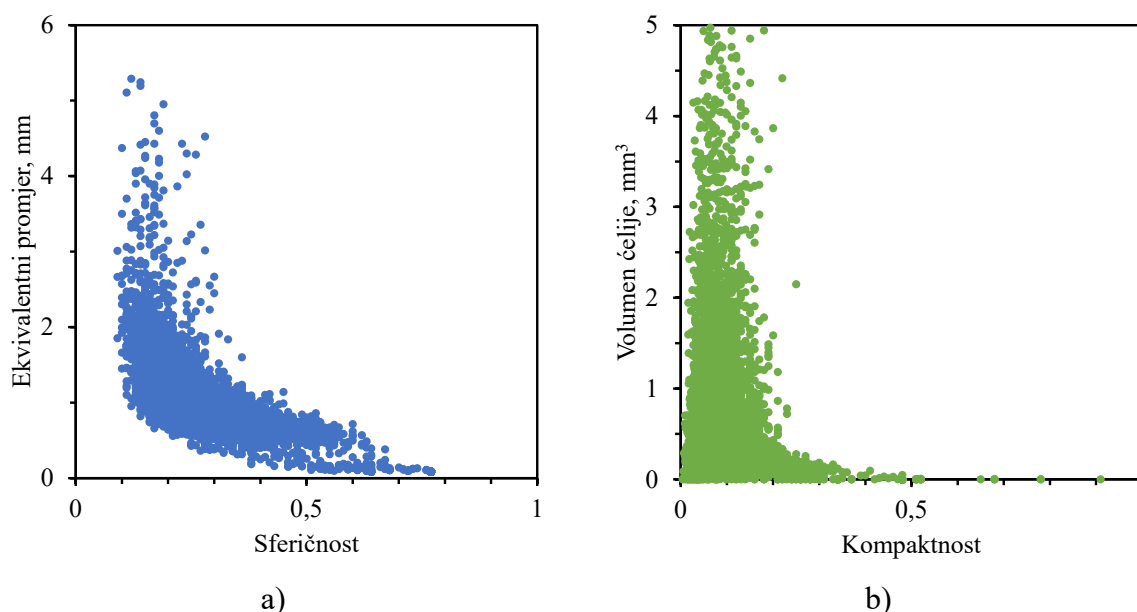
$$Kompaktnost = \frac{V_{ćelija}}{V_{sfera}} \quad (4.4)$$

Navedeni parametri opisuju geometrijski oblik ćelija, pri čemu vrijednosti sferičnosti i kompaktnosti bliže 1, odnosno 100 %, upućuju na pravilniji oblik ćelije.

Tablica 4.6 Analiza oblika ćelija

Stanje pokusa	d_{eq} , mm	Sferičnost	Kompaktnost
1-1-25	1,1403 ± 0,4840	0,2726 ± 0,0981	0,0895 ± 0,0521
1-2-5	1,1179 ± 0,5248	0,2835 ± 0,1154	0,0968 ± 0,0658
1-3-25	1,1335 ± 0,5459	0,2907 ± 0,1056	0,0946 ± 0,0571
2-1-5	1,1163 ± 0,4760	0,2580 ± 0,0930	0,0755 ± 0,0483
2-2-25	1,0750 ± 0,4599	0,2857 ± 0,0934	0,0896 ± 0,0529
3-2-5	1,2540 ± 0,5259	0,2471 ± 0,0984	0,0802 ± 0,0540
1-0-0	1,0224 ± 0,4463	0,2706 ± 0,1166	0,0831 ± 0,0624
3-0-0	1,1796 ± 0,4979	0,2506 ± 0,0970	0,0762 ± 0,0522

Prosječne vrijednosti ekvivalentnog promjera u pravilu slijede isti trend promjene kao i prosječni volumeni ćelija (tablica 4.5). Tako najmanjem prosječnom volumenu odgovara i najmanji ekvivalentni promjer i obrnuto. Ćelije skeniranih uzoraka izrazito su nepravilnog oblika, što potvrđuju niske prosječne vrijednosti sferičnosti ($< 0,3$) i kompaktnosti ($< 0,1$). Primjer odnosa između sferičnosti i ekvivalentnog promjera ćelija, te kompaktnosti i volumena ćelija za odabrani uzorak iz skupine 1-2-5 dan je na slici 4.9. Ovisnosti sferičnosti i ekvivalentnog promjera ćelija svih skeniranih uzoraka dani su u prilogu 6, a ovisnosti kompaktnosti i volumena ćelija u prilogu 7.

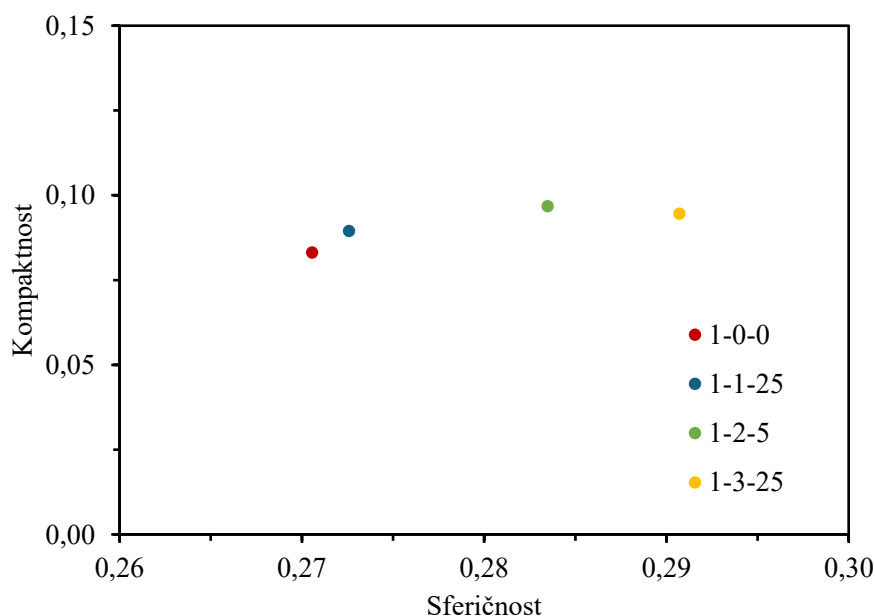


Slika 4.9 Analiza geometrijskog oblika ćelija uzorka skupine 1-2-5: a) ovisnost sferičnosti i ekvivalentnog promjera; b) ovisnost kompaktnosti i volumena ćelija

Najveće vrijednosti sferičnosti (0,6 – 0,8) imaju ćelije malog ekvivalentnog promjera, odnosno malog volumena, slika 4.9a. Povećanjem ekvivalentnog promjera sferičnost se kontinuirano smanjuje, što upućuje na to da su najveće ćelije ujedno i najnepravilnijeg oblika. Iz prikaza ovisnosti kompaktnosti o volumenu ćelija (slika 4.9b) vidljivo je da ćelije malog volumena imaju veću kompaktnost ($> 0,5$). Kompaktnost većine ćelija manja je od 0,3, što, zajedno s niskim vrijednostima sferičnosti potvrđuje da su ćelije pretežno nepravilnog oblika. Radi veće preglednosti, na slici 4.9b prikazane su vrijednosti za ćelije volumena manjeg od 5 mm³, što uključuje više od 95 % ćelija. Kod najvećih ćelija, koje nisu prikazane na ovoj slici, vrijednosti kompaktnosti također su manje od 0,3.

Grafički prikaz na slici 4.10 prikazuje korelaciju između sferičnosti i kompaktnosti za uzorke upjenjene s 1 mas.% CaCO₃ uz dodatak keramičkih čestica različitog masenog udjela i

promjera. Prikazane su srednje vrijednosti dobivene za tri skenirana uzorka iz svake skupine. Vidljivo je da su vrijednosti kompaktnosti ćelija među skupinama vrlo slične, dok s porastom masenog udjela Al_2O_3 čestica dolazi do blagog povećanja stupnja sferičnosti. Najmanja prosječna sferičnost zabilježena je kod skupine bez keramičkih čestica, dok je najveća zabilježena kod skupine s dodatkom 3 mas.% Al_2O_3 čestica.



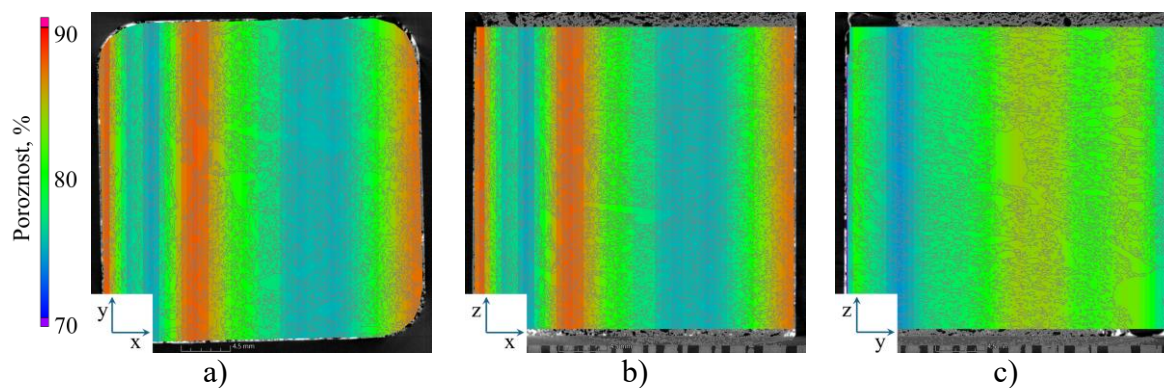
Slika 4.10 Usporedba sferičnosti i kompaktnosti ćelija uzoraka s 1 mas.% CaCO_3

Vrijednosti poroznosti rekonstruiranih modela izračunate su kao srednje vrijednosti poroznosti slojeva debljine 0,5 mm, pri čemu su u obzir uzeti slojevi u sve tri ravnine (XY, XZ, YZ). Srednje vrijednosti poroznosti za tri uzorka iz svake skupine prikazane su u tablici 4.7, te uspoređene s eksperimentalno određenim vrijednostima poroznosti, izračunatim na temelju omjera mase i volumena uzoraka. Rezultati usporedbe pokazuju vrlo dobro podudaranje dviju metoda, uz odstupanja manja od ± 1 %.

Tablica 4.7 Usporedba izmjerene poroznosti i poroznosti određene analizom rekonstruiranih modela

Stanje pokusa	Poroznost uzoraka, %					
	Uzorak 1		Uzorak 2		Uzorak 3	
	Izmjereno	CT	Izmjereno	CT	Izmjereno	CT
1-1-25	79,7	79,4	79,7	79,5	78,6	79,4
1-2-5	78,3	79,1	79,2	79,4	79,7	78,9
1-3-25	78,6	79,4	79,0	78,9	79,6	79,6
2-1-5	79,1	79,9	79,3	79,3	78,9	79,6
2-2-25	79,2	79,5	78,9	79,6	79,2	79,8
3-2-5	79,8	79,8	78,6	78,6	79,4	79,7
1-0-0	79,4	79,0	79,6	79,4	79,0	78,8
3-0-0	78,6	78,7	80,2	80,4	79,2	78,8

Raspodjela poroznosti u trima međusobno okomitim ravninama XY, XZ i YZ za jedan uzorak iz skupine 3-2-5 prikazana je na slici 4.11.

**Slika 4.11** Analiza poroznosti uzorka iz skupine 3-2-5 u ravninama: a) XY; b) XZ; c) YZ

Uočava se da je poroznost heterogeno raspoređena u ravninama XY i XZ, dok je u ravnini YZ raspodjela poroznosti ujednačenija. Kod svih skeniranih uzoraka poroznost pojedinih slojeva najčešće se kreće u rasponu od 70 % do 90 %.

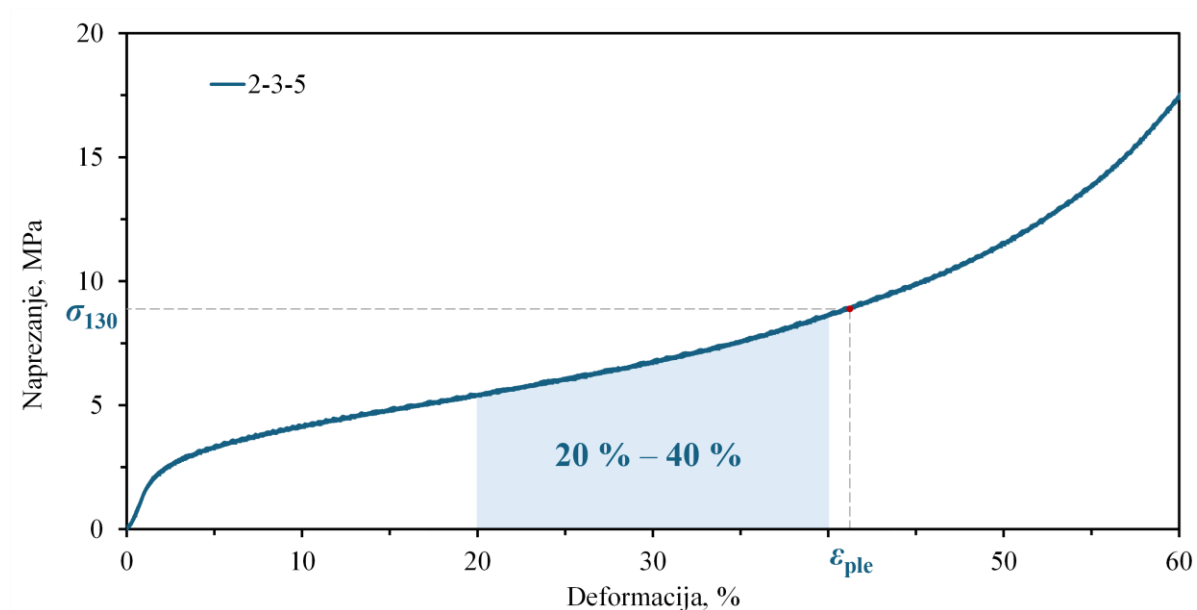
4.4. Rezultati i analiza mehaničkih svojstava

Osnovna mehanička svojstva aluminijevih pjena, poput tlačnih svojstava i sposobnosti apsorpcije energije, određena su kvazi-statičkim tlačnim ispitivanjima provedenima u skladu sa zahtjevima norme ISO 13314:2011 [73]. Osim standardnih tlačnih ispitivanja na univerzalnom ispitnom uređaju, provedena su i *in-situ* tlačna ispitivanja na manjem uređaju smještenom unutar sustava za računalnu tomografiju, pri čemu su uzorci skenirani kod unaprijed definiranih stupnjeva deformacije. Rezultati navedenih ispitivanja i njihova analiza prikazani su u poglavljima koja slijede.

4.4.1. Tlačna svojstva

Tlačna svojstva aluminijevih pjena određena su na ispitnim uzorcima dimenzija $30\text{ mm} \times 30\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ različitih polaznih stanja, ali približno jednake poroznosti ($\approx 79\%$, tablica 3.7), kako bi se omogućila pouzdana usporedba njihovih mehaničkih svojstava. Ispitivanja su provedena pri brzini deformacije od 10^{-3} s^{-1} , u skladu s normom ISO 13314:2011 [73]. Tlačna ispitivanja završavala su pri deformaciji uzoraka od 66,7 %.

Rezultati ispitivanja, dobiveni u obliku dijagrama sila – pomak preračunati su u vrijednosti naprezanja i deformacije, te su određeni iznosi naprezanja platoa (σ_{pl}), definiranog kao srednje naprezanje u intervalu deformacija od 20 % do 40 %, naprezanja na kraju platoa (σ_{130}) uvećanog za 30 % u odnosu na σ_{pl} , te pripadajuće deformacije na kraju platoa (ε_{ple}). Primjer dijagrama naprezanje – deformacija za odabrani ispitni uzorak, s označenim karakterističnim naprezanjem i deformacijom na kraju platoa, prikazan je na slici 4.12.



Slika 4.12 Dijagram naprezanje – deformacija za uzorak skupine 2-3-5 s označenim naprezanjem i deformacijom na kraju platoa te intervalom deformacije između 20 % i 40 %

Tablica 4.8 sadrži srednje vrijednosti razmatranih naprezanja i deformacije, zajedno s pripadajućim standardnim odstupanjima, dobivene na temelju pet ponovljenih ispitivanja za svaku skupinu uzoraka. Pojedinačni rezultati svih ispitivanja prikazani su u prilogu 8.

Tablica 4.8 Vrijednosti tlačnih svojstava

Stanje pokusa	σ_{pl} , MPa	σ_{130} , MPa	ϵ_{ple} , %
1-1-25	6,424 ± 0,320	8,332 ± 0,266	39,930 ± 0,862
1-2-5	6,431 ± 0,449	8,361 ± 0,583	40,378 ± 0,367
1-2-45	6,378 ± 0,202	8,291 ± 0,263	40,012 ± 0,195
1-3-25	5,925 ± 0,262	7,702 ± 0,341	39,897 ± 0,688
2-1-5	6,549 ± 0,264	8,514 ± 0,343	40,450 ± 0,541
2-1-45	6,225 ± 0,371	8,093 ± 0,482	40,078 ± 0,472
2-2-25-1	6,643 ± 0,158	8,636 ± 0,205	40,575 ± 0,598
2-2-25-2	6,485 ± 0,610	8,430 ± 0,792	40,183 ± 0,647
2-2-25-3	6,508 ± 0,364	8,460 ± 0,473	40,341 ± 0,449
2-3-5	7,221 ± 0,664	9,387 ± 0,863	40,495 ± 0,627
2-3-45	6,116 ± 0,325	7,951 ± 0,422	40,212 ± 0,334
3-1-25	6,630 ± 0,628	8,620 ± 0,816	40,672 ± 0,736
3-2-5	6,568 ± 0,415	8,539 ± 0,539	40,229 ± 0,326
3-2-45	6,624 ± 0,328	8,611 ± 0,427	40,649 ± 0,777

Stanje pokusa	σ_{pl} , MPa	σ_{130} , MPa	ε_{pl} , %
3-3-25	6,413 ± 0,447	8,338 ± 0,581	39,870 ± 0,542
1-0-0	5,915 ± 0,198	7,689 ± 0,258	40,039 ± 0,359
2-0-0	6,197 ± 0,237	8,056 ± 0,308	40,137 ± 0,401
3-0-0	6,369 ± 0,427	8,279 ± 0,555	40,596 ± 0,647

Analizom rezultata za pjene bez keramičkih čestica (1-0-0, 2-0-0, 3-0-0), s udjelom CaCO_3 od 1 mas.% do 3 mas.%, vidljivo je da naprezanje platoa i naprezanje na kraju platoa blago rastu s povećanjem udjela sredstva za upjenjivanje. Najniže vrijednosti naprezanja σ_{pl} i σ_{130} ostvarene su za pjenu s 1 mas.% CaCO_3 , pri čemu su to ujedno i najniže vrijednosti zabilježene među svim ispitivanim skupinama.

Kod pjena ojačanih s Al_2O_3 česticama u rasponu od 1 mas.% do 3 mas.% i promjerom čestica od 5 μm , 25 μm i 45 μm , najniže vrijednosti naprezanja σ_{pl} i σ_{130} u iznosu od 5,925 MPa, odnosno 7,702 MPa, evidentirane su kod uzoraka skupine 1-3-25. S druge strane, najveće naprezanje platoa ($\sigma_{pl} = 7,221$ MPa), a time i najveće naprezanje na kraju platoa ($\sigma_{130} = 9,387$ MPa), ostvareno je kod pjene s 2 mas.% CaCO_3 i 3 mas.% Al_2O_3 promjera čestica 5 μm . U odnosu na najmanje izmjerene vrijednosti, to predstavlja povećanje od približno 22 %.

Usporedbom rezultata dobivenih za pjene s 1 mas.% CaCO_3 (1-x-x), ojačane Al_2O_3 česticama, proizlazi da one podnose gotovo 10 % veća tlačna opterećenja u odnosu na neojačane pjene, izuzev stanja 1-3-25, za koje su vrijednosti ostvarenih naprezanja gotovo identične onima kod neojačanih pjena. Takvo ponašanje može se povezati s povećanom krhkošću ove skupine uzoraka, uzrokovanom relativno velikim udjelom keramičkih čestica u tankim stijenkama ćelija.

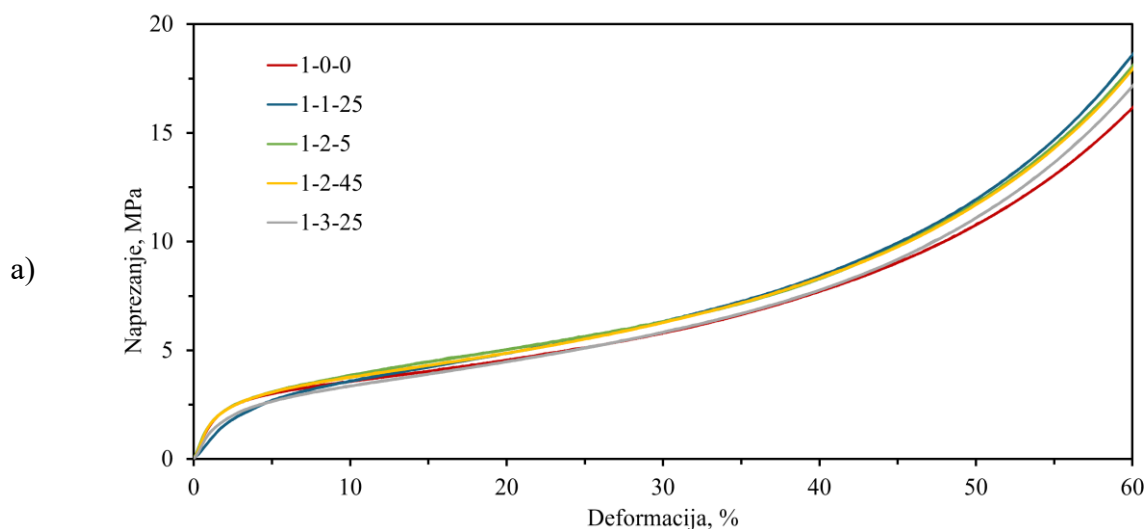
Slika 4.13a prikazuje krivulje naprezanje – deformacija za navedene uzorke sa i bez ojačanja. Sve prikazane krivulje, uključujući i one na slikama 4.13b i 4.13c, predstavljaju srednje vrijednosti dobivene ispitivanjem pet uzoraka iz svake skupine. Pojedinačne krivulje za svako stanje prikazane su u prilogu 9.

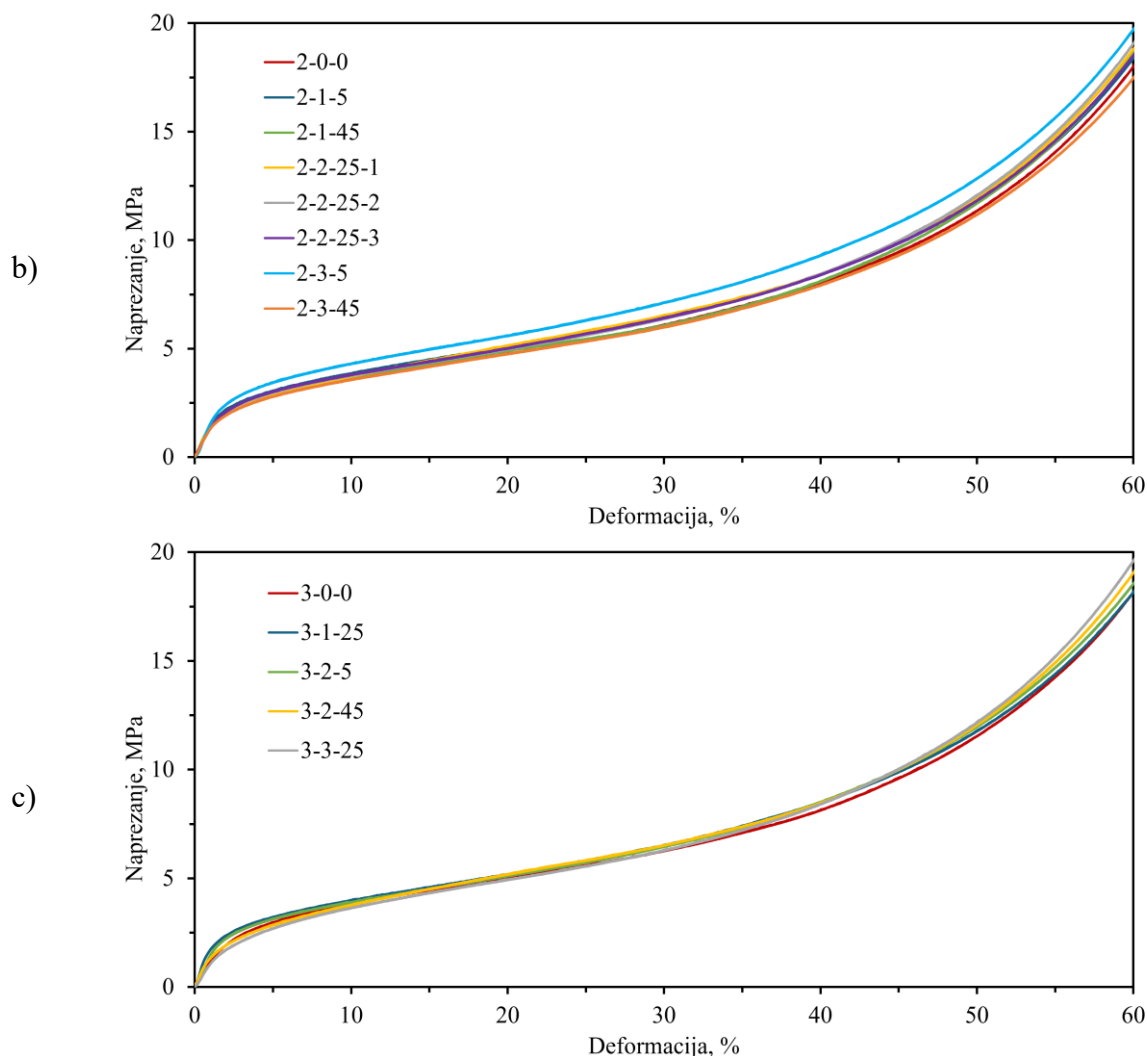
Kod uzoraka s 2 mas.% CaCO_3 (2-x-x), čije su krivulje naprezanje – deformacija prikazane na slici 4.13b, također je uočeno povećanje tlačne otpornosti ojačanih pjena u odnosu na neojačane, ali u nešto manjoj mjeri nego kod uzoraka skupine 1-x-x. U ovom slučaju vrijednosti naprezanja σ_{pl} i σ_{130} povećavaju se za gotovo 5 % u odnosu na neojačane pjene. Među ovim

penama, najslabija tlačna svojstva pokazuju one s najvećim keramičkim česticama ($45\text{ }\mu\text{m}$), koje pri udjelu od 1 mas.% Al_2O_3 ostvaruju vrijednosti $\sigma_{\text{pl}} = 6,225\text{ MPa}$ i $\sigma_{130} = 8,093\text{ MPa}$, dok su kod uzoraka s 3 mas.% Al_2O_3 istih dimenzija čestica, dobivene vrlo slične vrijednosti ($\sigma_{\text{pl}} = 6,116\text{ MPa}$ i $\sigma_{130} = 7,951\text{ MPa}$). U odnosu na skupinu 2-3-5, koja je ostvarila najveće vrijednosti karakterističnih napreznja, navedene su vrijednosti niže za približno 14,5 %. Usporedbom uzoraka skupina 2-1-45 i 2-3-45 s neojačanim pjenama, uočava se gotovo zanemariv učinak ojačanja. Razlog tome leži u prisutnosti krhkih keramičkih čestica relativno velikih dimenzija ($45\text{ }\mu\text{m}$).

Kod uzoraka s 3 mas.% CaCO_3 , slika 4.13c, također se uočava pozitivan utjecaj ojačanja na vrijednosti karakterističnih napreznja, no on je manje izražen nego kod pjena s 2 mas.% CaCO_3 , a osobito u usporedbi s pjenama koje sadrže 1 mas.% sredstva za upjenjivanje. U ovom slučaju dodatak keramičkih čestica rezultira tek blagim povećanjem tlačne otpornosti, pri čemu vrijednosti napreznja σ_{pl} i σ_{130} rastu za približno 3 %.

Usporedbom vrijednosti deformacija na kraju platoa, ε_{ple} , prikazanih tablicom 4.8, vidljivo je da plato za sve uzorke završava na približno 40 % deformacije, uz relativno mala odstupanja između različitih polaznih stanja. To upućuje na činjenicu da su krivulje u području platoa vrlo sličnog nagiba, što je također vidljivo iz dijagrama prikazanih na slici 4.13.



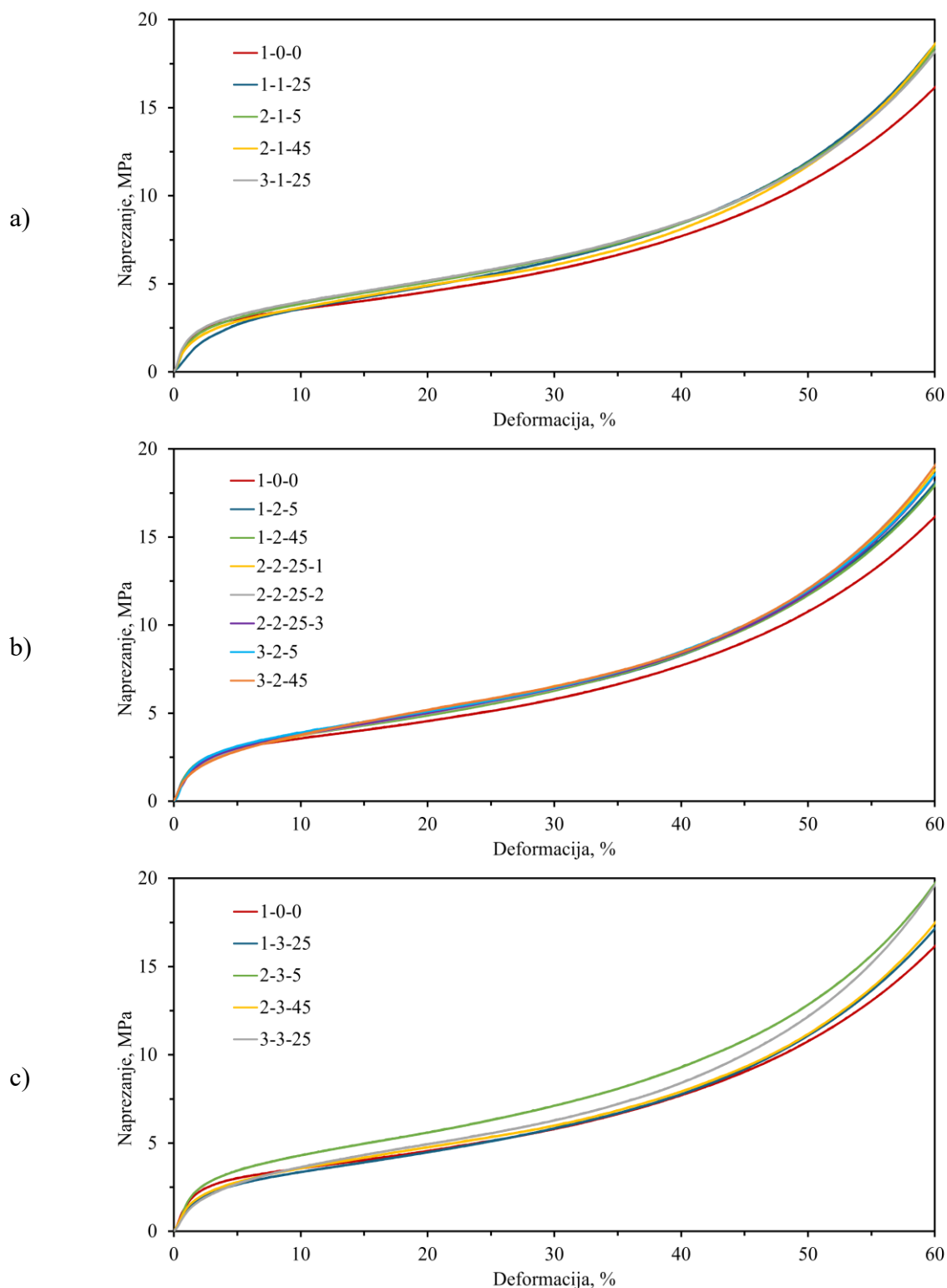


Slika 4.13 Dijagrami naprezanje – deformacija za uzorke s: a) 1 mas.% CaCO_3 ;
b) 2 mas.% CaCO_3 ; c) 3 mas.% CaCO_3

Na samom početku krivulje naprezanje – deformacija pokazuju linearnu ovisnost koja ukazuje na elastično ponašanje pjena, koje prestaje pri deformaciji od približno 2 %. Nakon toga slijedi područje platoa, u kojem krivulja zadržava gotovo linearan oblik, ali je blažeg nagiba jer se znatno veće plastične (trajne) deformacije ostvaruju uz manji prirast naprezanja. Područje platoa završava pri deformaciji ϵ_{ple} , iznosa od približno 40 %. Potom slijedi područje zgušnjavanja pjene koje karakterizira znatno veći prirast naprezanja pri određenom porastu deformacije u odnosu na područje platoa. Takvo povećanje posljedica je urušavanja upjenjene strukture i postupnog zatvaranja ćelija, čime se povećava gustoća materijala, te se uzorak postupno počinje ponašati poput kompaktnog, bezporoznog monolitnog materijala.

Na slici 4.14 predloženi su dijagrami tlačnog ponašanja pjena ojačanih s 1 mas.%, 2 mas.%, odnosno 3 mas.% Al_2O_3 čestica. Kako bi se kvantificirao utjecaj Al_2O_3 čestica na svojstva

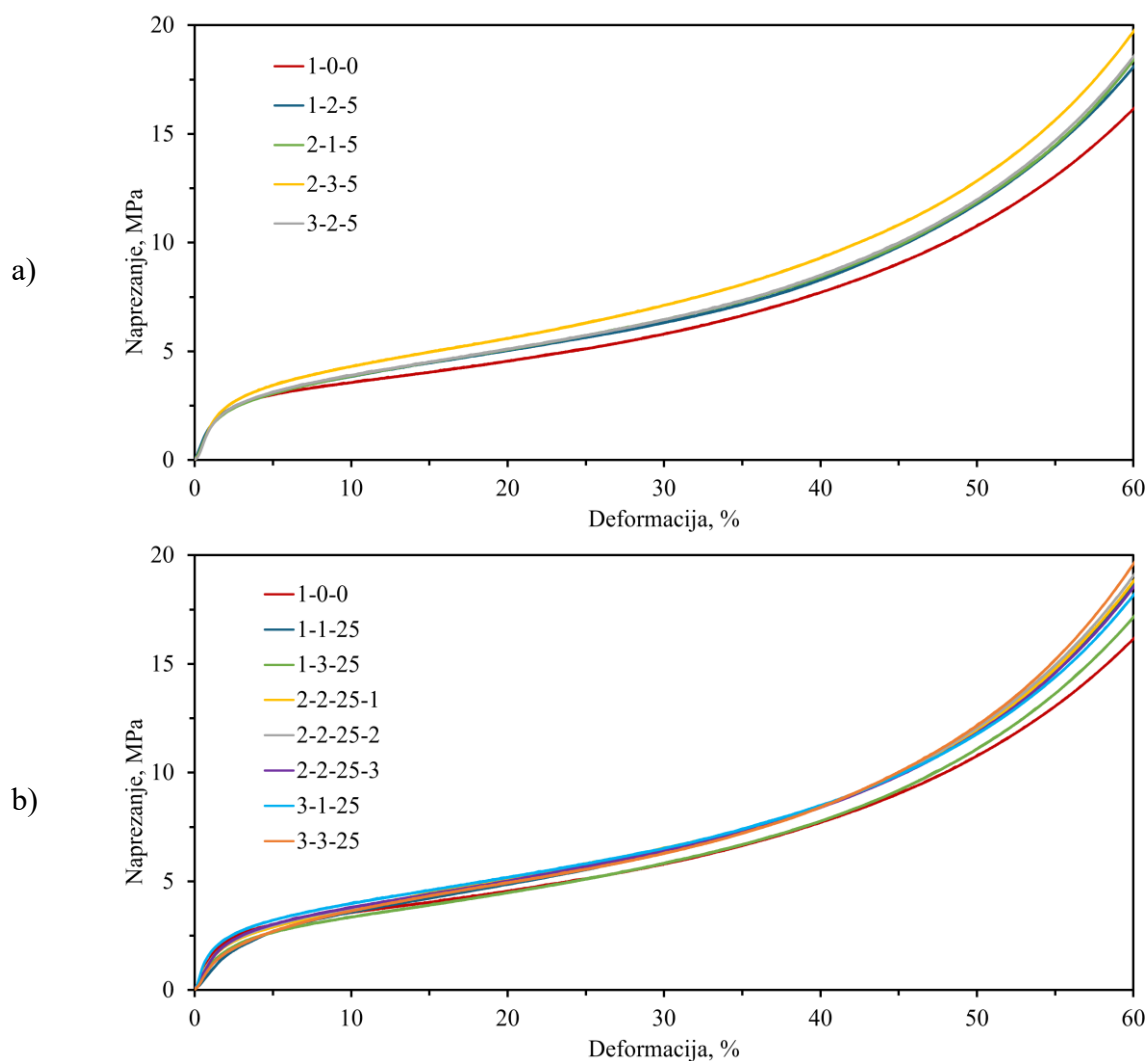
pjena, a time i potvrdila hipoteza da je dodatkom keramičkih čestica moguće proizvesti aluminijske pjene boljih mehaničkih svojstava, kao referentna je korištena skupina uzoraka 1-0-0, upjenjena s 1 mas.% CaCO_3 bez dodatka Al_2O_3 čestica.

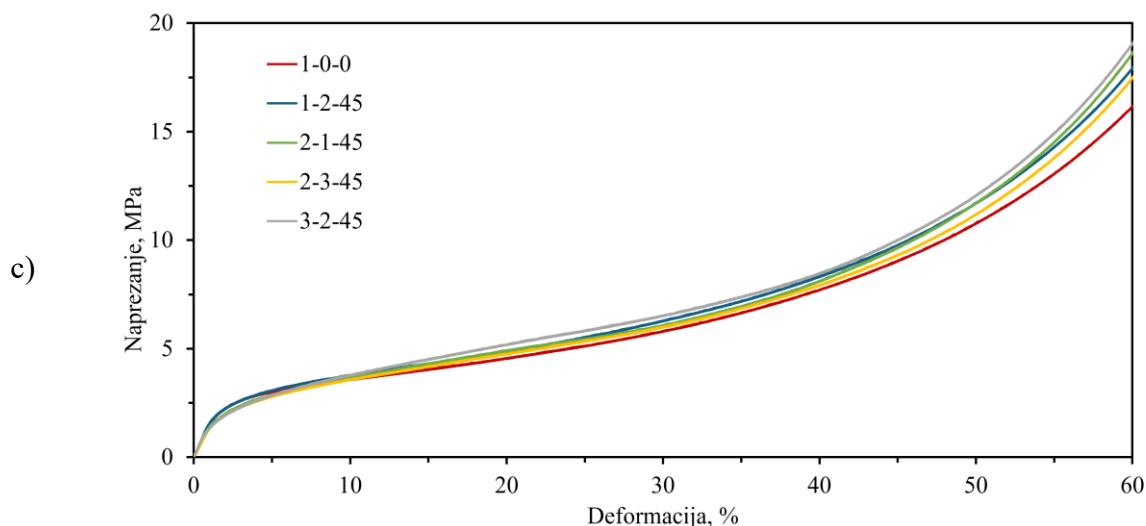


Slika 4.14 Dijagrami naprezanje – deformacija za uzorke s: a) 1 mas.% Al_2O_3 ;
b) 2 mas.% Al_2O_3 ; c) 3 mas.% Al_2O_3

Iako se pri manjim opterećenjima i manjim deformacijama krivulje približno podudaraju, porastom deformacije sve je izraženija razlika u naprezanju koje podnose ojačani uzorci u odnosu na referentnu skupinu. Uzorci s Al_2O_3 česticama izdržavaju veća tlačna opterećenja pri istoj deformaciji. Posebno se izdvaja skupina 2-3-5 s masenim sadržajem CaCO_3 i Al_2O_3 od 2 %, odnosno 3 %, promjera 5 μm koja bilježi najveća naprežanja pri svim ostvarenim deformacijama. Tim naprežanjima približavaju se jedino uzorci skupine 3-3-25, ali tek u području zgušnjavanja.

Usporedba tlačnog ponašanja pjena s obzirom na promjer Al_2O_3 čestica (5 μm , 25 μm i 45 μm), dana je na slici 4.15. Također, kako bi se vidio utjecaj dodatka keramičkih čestica na tlačna svojstva aluminijskih pjena, vrijednosti ojačanih pjena uspoređene su sa skupinom uzoraka 1-0-0, koja ne sadrži keramička ojačanja.





Slika 4.15 Dijagrami naprežanje – deformacija za uzorke s različitim promjerima Al_2O_3 čestica: a) $5\ \mu\text{m}$; b) $25\ \mu\text{m}$; c) $45\ \mu\text{m}$

U svim slučajevima referentna skupina 1-0-0 ostvaruje najniže vrijednosti naprežanja u cijelom području deformacija, podudarajući se u području platoa s vrijednostima za skupine 1-3-25 i 2-3-45. Najveća tlačna otpornost zabilježena je kod primjene Al_2O_3 čestica promjera $5\ \mu\text{m}$ u masenom udjelu od 2 %, dok ostale skupine s keramičkim česticama istog promjera, pri svim vrijednostima deformacija ostvaruju lošije tlačno ponašanje. Kod uzoraka s Al_2O_3 česticama promjera $25\ \mu\text{m}$ i $45\ \mu\text{m}$ nije uočeno značajnije odstupanje krivulja sve do vrijednosti deformacije na kraju platoa ($\epsilon_{\text{ple}} \approx 40\%$). Međutim, u području zgušnjavanja pjena, vrijednosti naprežanja počinju izraženije rasti u odnosu na referentnu skupinu uzoraka.

S ciljem sveobuhvatne analize dobivenih rezultata i kvantificiranja utjecaja ulaznih parametara (mas.% CaCO_3 , mas.% Al_2O_3 , promjer Al_2O_3 čestica), korištena je metoda odzivnih površina te je provedena analiza varijance. Utjecaj pojedinih izvora varijacije analiziran je s obzirom na mjerenu vrijednost naprežanja na kraju platoa, budući da ono općenito opisuje i vrijednost naprežanja platoa, uvećanu za 30 %. Stoga bi odzivne površine za naprežanje platoa imale kvalitativno jednak oblik, ali uz niže vrijednosti naprežanja. Rezultati provedene analize varijance prikazani su u tablici 4.9.

ANOVA analiza pokazala je statističku značajnost regresijskog modela ($p = 0,0179$), dok odstupanje od modela nije statistički značajno ($p = 0,2701$), čime je potvrđena njegova prikladnost za opis promatranog odziva. Iako pojedini članovi modela nisu statistički značajni, zadržani su radi očuvanja hijerarhijske strukture i njegove ukupne statističke značajnosti.

Visoka vrijednost koeficijenta determinacije ($R^2 = 0,9336$) potvrđuje da ovako definiran model može objasniti 93,36 % varijacije rezultata naprezanja na kraju platoa.

Tablica 4.9 Analiza varijance naprezanja na kraju platoa

Izvor varijacije	Suma kvadrata odstupanja	Stupnjevi slobode	Srednji kvadrat odstupanja	F-vrijednost	p-vrijednost
Model	1,8300	9	0,2033	7,81	0,0179
A – udio CaCO₃, %	0,2525	1	0,2525	9,69	0,0265
B – udio Al₂O₃, %	0,1337	1	0,1337	5,13	0,0728
C – promjer Al₂O₃, μm	0,8623	1	0,8623	33,10	0,0022
AB	0,0303	1	0,0303	1,16	0,3303
AC	0,0050	1	0,0050	0,19	0,6787
BC	0,2578	1	0,2578	9,90	0,0255
A²	0,0804	1	0,0804	3,09	0,1393
A²B	0,3376	1	0,3376	12,96	0,0155
A²C	0,4325	1	0,4325	16,60	0,0096
Ostatak	0,1303	5	0,0261		
Odstupanje od modela	0,1056	3	0,0352	2,86	0,2701
Čista pogreška	0,0247	2	0,0123		
Ukupno	1,9600	14			

Na temelju provedene statističke analize dobivena je modificirana kubna jednadžba 4.5 za izračun naprezanja na kraju platoa:

$$\begin{aligned}\sigma_{130} = & 8,53201 - 0,415497 \cdot A - 1,31723 \cdot B + 0,091625 \cdot C \\ & + 1,73037 \cdot AB - 0,091227 \cdot AC - 0,012693 \cdot BC \\ & + 0,09371 \cdot A^2 - 0,410844 \cdot A^2B + 0,02325 \cdot A^2C\end{aligned}\quad (4.5)$$

gdje je:

σ_{130} – naprezanje na kraju platoa, MPa;

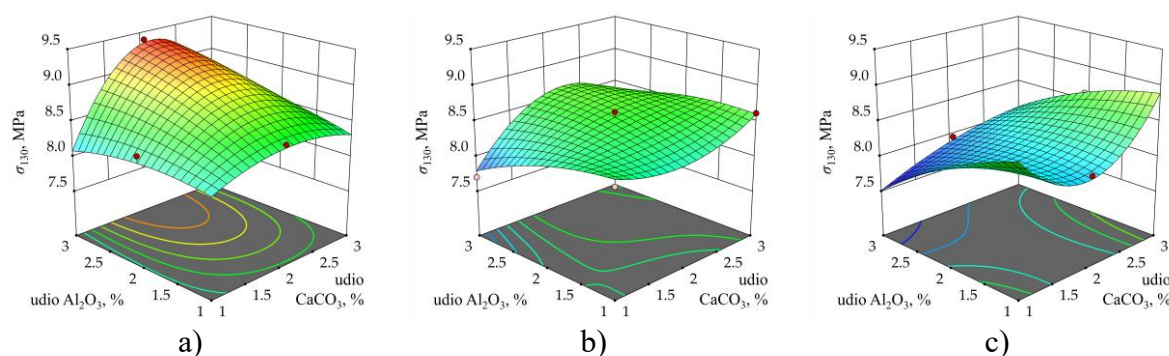
A – maseni udio CaCO₃, %;

B – maseni udio Al₂O₃, %;

C – promjer Al₂O₃ čestica, μm.

Na slikama 4.16 - 4.18 prikazane su odzivne površine koje opisuju utjecaj masenog udjela Al₂O₃ i CaCO₃, kao i promjera keramičkih čestica na promatrani odziv, odnosno naprezanje na

kraju platoa. Iz prikazanih dijagrama jasno je vidljiv značajan utjecaj dvaju promatranih parametara na vrijednost naprezanja na kraju platoa. Osim toga, razvijeni regresijski model omogućuje predviđanje promjene mjerenog svojstva i za kombinacije ulaznih parametara koje nisu izravno ispitane, pod uvjetom da se njihove vrijednosti nalaze unutar raspona masenih udjela CaCO_3 i Al_2O_3 te promjera Al_2O_3 čestica definiranih planom pokusa.

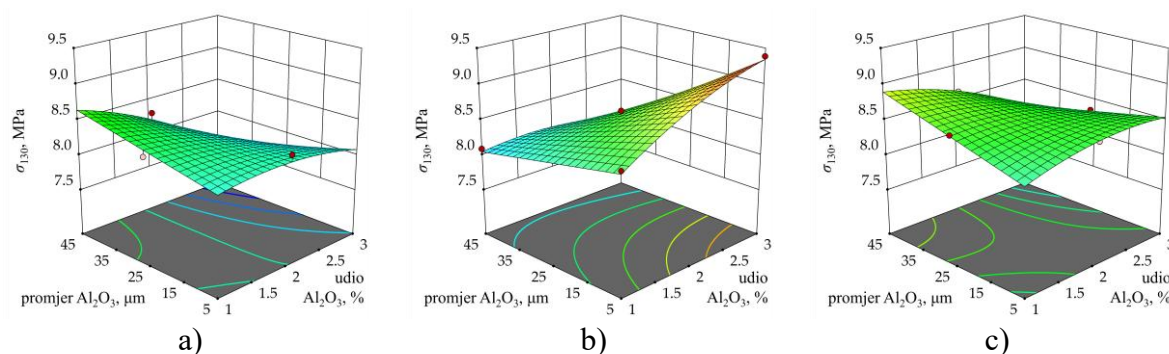


Slika 4.16 Utjecaj udjela CaCO_3 i Al_2O_3 na naprezanje na kraju platoa za različite promjere Al_2O_3 čestica: a) 5 μm ; b) 25 μm ; c) 45 μm

Vidljivo je da kod pjena ojačanih Al_2O_3 česticama promjera 5 μm sadržaj CaCO_3 ima izražen utjecaj na naprezanje σ_{130} , osobito kod uzoraka s najvećim udjelom Al_2O_3 (3 mas.%), dok je pri manjim udjelima taj utjecaj znatno slabiji, slika 4.16a. Za ovaj promjer čestica uočava se izražen maksimum naprezanja σ_{130} , što upućuje na optimalnu kombinaciju masenih udjela CaCO_3 i Al_2O_3 od 2 %, odnosno 3 %.

Utjecaj sadržaja CaCO_3 i Al_2O_3 najslabije je izražen kod pjena s keramičkim česticama srednjeg promjera (25 μm), što potvrđuje odzivna površina prikazana na slici 4.17b. Kod uzoraka s 1 mas.% Al_2O_3 čestica promjera 5 μm i 25 μm , promjena udjela CaCO_3 u pravilu ne uzrokuje značajnije promjene naprezanja na kraju platoa. S druge strane, kod uzoraka s najvećim Al_2O_3 česticama (45 μm), najveća promjena naprezanja σ_{130} nastupa upravo pri najmanjem udjelu Al_2O_3 , slika 4.16c. Istovremeno, kod pjena ojačanih Al_2O_3 česticama promjera 45 μm , povećanje masenog udjela keramičkih čestica dovodi do pogoršanja tlačnih svojstava.

Dijagrami na slici 4.17 prikazuju utjecaj masenog udjela i promjera Al_2O_3 čestica na vrijednost promatranog naprezanja σ_{130} pri masenom udjelu sredstva za upjenjivanje od 1 %, 2 % i 3 %.



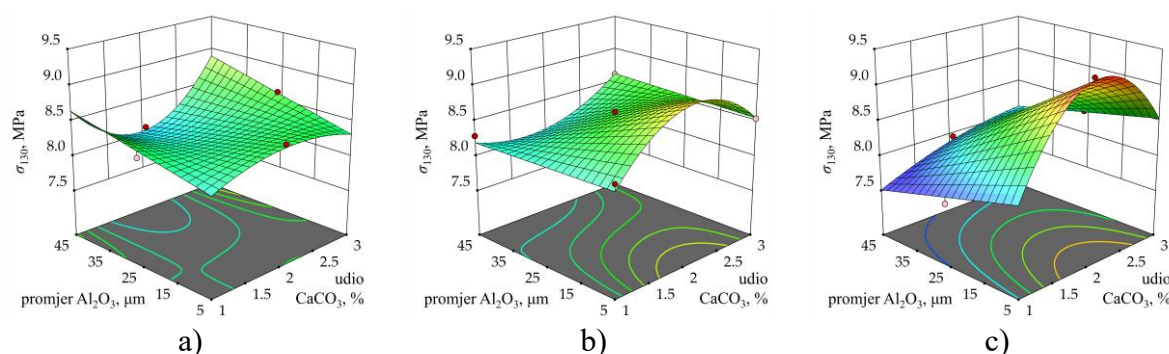
Slika 4.17 Utjecaj udjela i promjera Al_2O_3 čestica na naprezanje na kraju platoa za različite masene udjele CaCO_3 : a) 1 %; b) 2 %; c) 3 %

Iz slike 4.17a, koja opisuje ponašanje uzoraka upjenjenih s 1 mas.% CaCO_3 , proizlazi da sitnije čestice Al_2O_3 djeluju povoljnije na naprezanje na kraju platoa od grubljih čestica. Pri najmanjem promjeru čestica, povećanjem njihova udjela s 1 mas.% na 3 mas.% dolazi do blagog povećanja naprezanja na kraju platoa. Najniža vrijednost naprezanja σ_{130} zabilježena je kod uzoraka s 3 mas.% Al_2O_3 čestica promjera 45 μm .

Dijagram 4.17b predočava odzivnu površinu s najvećim gradijentom, što znači da ulazni parametri, kod uzoraka upjenjenih s 2 mas.% CaCO_3 , imaju najznačajniji utjecaj na razmatrano mehaničko svojstvo. Pri tome je zamjetan trend da povećanje udjela Al_2O_3 snažno utječe na rast naprezanja σ_{130} , a njegovom porastu pridonosi i smanjenje promjera čestičnog ojačanja.

Trend prikazan na slici 4.17c, za uzorke upjenjene s 3 mas.% CaCO_3 je drugačiji od prethodna dva, budući da je odzivna površina relativno ravna. Ovdje je najslabiji utjecaj promatranih parametara, pri čemu promjer čestica ima nešto veći utjecaj od udjela Al_2O_3 .

Slika 4.18 prikazuje učinak sadržaja CaCO_3 i promjera Al_2O_3 čestica na tlačno ponašanje pjena ojačanih različitim masenim udjelima Al_2O_3 .



Slika 4.18 Utjecaj udjela CaCO_3 i promjera Al_2O_3 čestica na naprezanje na kraju platoa za različite masene udjele Al_2O_3 : a) 1 %; b) 2 %; c) 3 %

Za razliku od prethodne slike, ovdje su odzivne površine izraženije zakrivljene, što upućuje na nelinearne odnose i moguće interakcije između faktora.

Kod aluminijskih pjena ojačanih s 1 mas.% Al_2O_3 , vrijednosti naprezanja σ_{130} su najniže u središnjem području, čemu dodatno pridonose grublje čestice ($45\text{ }\mu\text{m}$), slika 4.18a. Porast masenog udjela CaCO_3 prema 3 % uglavnom povećava naprezanje na kraju platoa, ali taj učinak nije jednako izražen u cijelom području.

Dijagram na slici 4.18b predočava postojanje optimuma sadržaja CaCO_3 , od oko 2 mas.% - 2,5 mas.%, pri kojem se postiže maksimalno naprezanje kada započinje zgušnjavanje pjene. Daljnje povećanje udjela iznad optimalne vrijednosti ne donosi dodatno poboljšanje, već dolazi do zasićenja ili blagog pada. Smanjenje promjera Al_2O_3 čestica također se pozitivno odražava na porast naprezanja na kraju platoa.

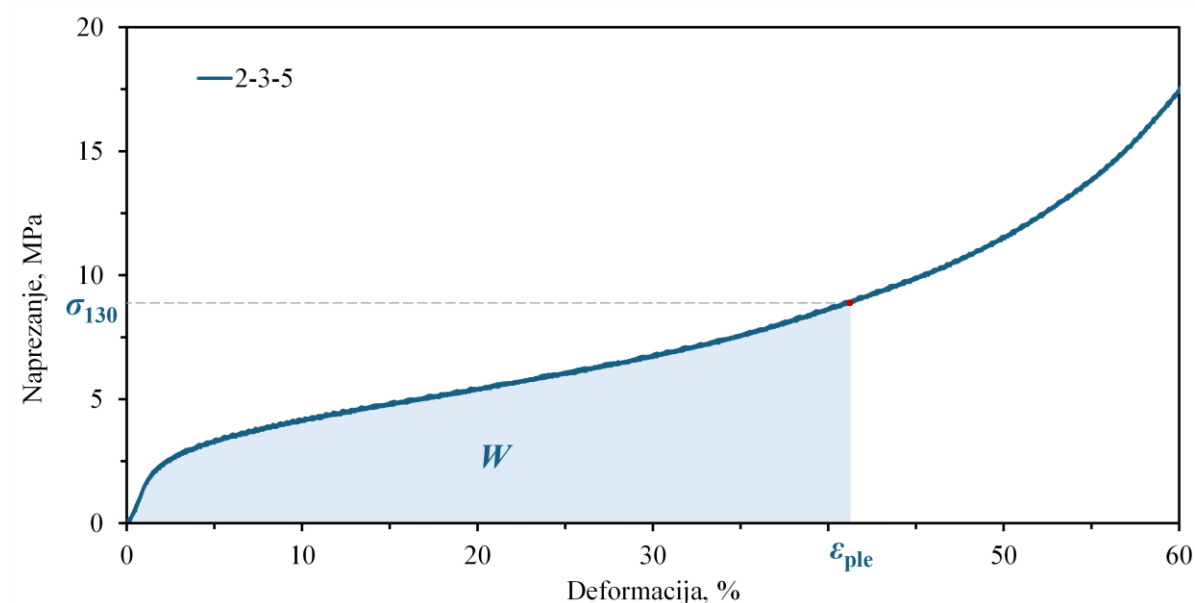
Odzivna površina za pjene s 3 mas.% Al_2O_3 , slika 4.18c, pokazuje najizraženiji utjecaj ulaznih parametara (promjer Al_2O_3 čestica i udjela CaCO_3). U ovom slučaju postoji snažan sinergijski učinak između povećanog udjela CaCO_3 i sitnijih čestica Al_2O_3 . Površina pokazuje jasno definiran maksimum koji se postiže pri 2 mas.% - 2,5 mas.% CaCO_3 , uz tendenciju snažnog porasta naprezanja na kraju platoa smanjenjem promjera Al_2O_3 čestica.

Sveobuhvatna analiza dijagrama na slikama 4.16-4.18 omogućava cjelovito razumijevanje utjecaja triju procesnih parametara: udjela CaCO_3 , udjela Al_2O_3 te promjera Al_2O_3 čestica na naprezanje na kraju platoa. Evidentno je da vrijednost ovog naprezanja nije određena samo jednim parametrom, već njihovom međusobnom interakcijom. Optimalna kombinacija ulaznih parametara koja rezultira najvećim naprežanjem na kraju platoa iznosi 2 mas.% CaCO_3 i 3 mas.% Al_2O_3 promjera čestica $5\text{ }\mu\text{m}$.

Iako ovom analizom nisu zabilježene značajne razlike u vrijednosti naprezanja σ_{130} unutar pojedinih skupina uzoraka, što potvrđuju relativno niske vrijednosti standardne devijacije (tablica 4.8), važno je naglasiti da tlačno ponašanje metalnih pjena u velikoj mjeri ovisi o homogenosti ćelijaste strukture, odnosno o promjeru, obliku i raspodjeli ćelija.

4.4.2. Apsorpcija energije pri tlačnom opterećenju

Količina energije koju aluminijske pjene apsorbiraju tijekom tlačnog ispitivanja određuje se površinom ispod krivulje naprezanje – deformacija koja završava pri vrijednosti ε_{ple} . Primjer određivanja apsorbirane energije za jedan uzorak iz skupine 2-3-5 prikazan je na slici 4.19.



Slika 4.19 Dijagram naprezanje – deformacija za uzorak iz skupine 2-3-5 s označenom količinom apsorbirane energije

Pri analizi rezultata potrebno je uzeti u obzir i učinkovitost apsorpcije energije, koja predstavlja omjer stvarno apsorbirane energije i njezine idealne vrijednosti. Idealna vrijednost u dijagramu naprezanje – deformacija može predočiti pravokutnikom čije su duljine stranice jednake naprezanju σ_{130} i deformaciji ε_{ple} .

Prosječne vrijednosti apsorbirane energije (W), kao i učinkovitost apsorpcije energije (W_e) za ispitivane skupine uzoraka navedene su u tablici 4.10. Rezultati predstavljaju srednje vrijednosti pet ponovljenih mjerenja, dok su pojedinačne vrijednosti svih ispitivanja navedene u prilogu 10.

Tablica 4.10 Količina apsorbirane energije i učinkovitost apsorpcije

Stanje pokusa	W , MJ/m ³	W_e , %
1-1-25	1,94 ± 0,09	58,25 ± 2,66
1-2-5	2,05 ± 0,12	60,73 ± 1,11
1-2-45	1,99 ± 0,07	59,95 ± 0,42
1-3-25	1,81 ± 0,05	58,88 ± 1,69
2-1-5	2,08 ± 0,10	60,34 ± 1,28
2-1-45	1,94 ± 0,08	59,98 ± 1,36
2-2-25-1	2,10 ± 0,07	60,08 ± 0,82
2-2-25-2	2,02 ± 0,12	59,72 ± 1,73
2-2-25-3	2,04 ± 0,11	59,95 ± 0,96
2-3-5	2,30 ± 0,17	60,51 ± 1,39
2-3-45	1,91 ± 0,12	59,83 ± 0,55
3-1-25	2,14 ± 0,22	61,00 ± 1,70
3-2-5	2,07 ± 0,15	60,19 ± 0,66
3-2-45	2,09 ± 0,13	59,77 ± 1,38
3-3-25	1,95 ± 0,11	58,66 ± 0,89
1-0-0	1,87 ± 0,09	60,57 ± 1,58
2-0-0	1,93 ± 0,04	59,85 ± 1,07
3-0-0	2,04 ± 0,08	60,72 ± 1,15

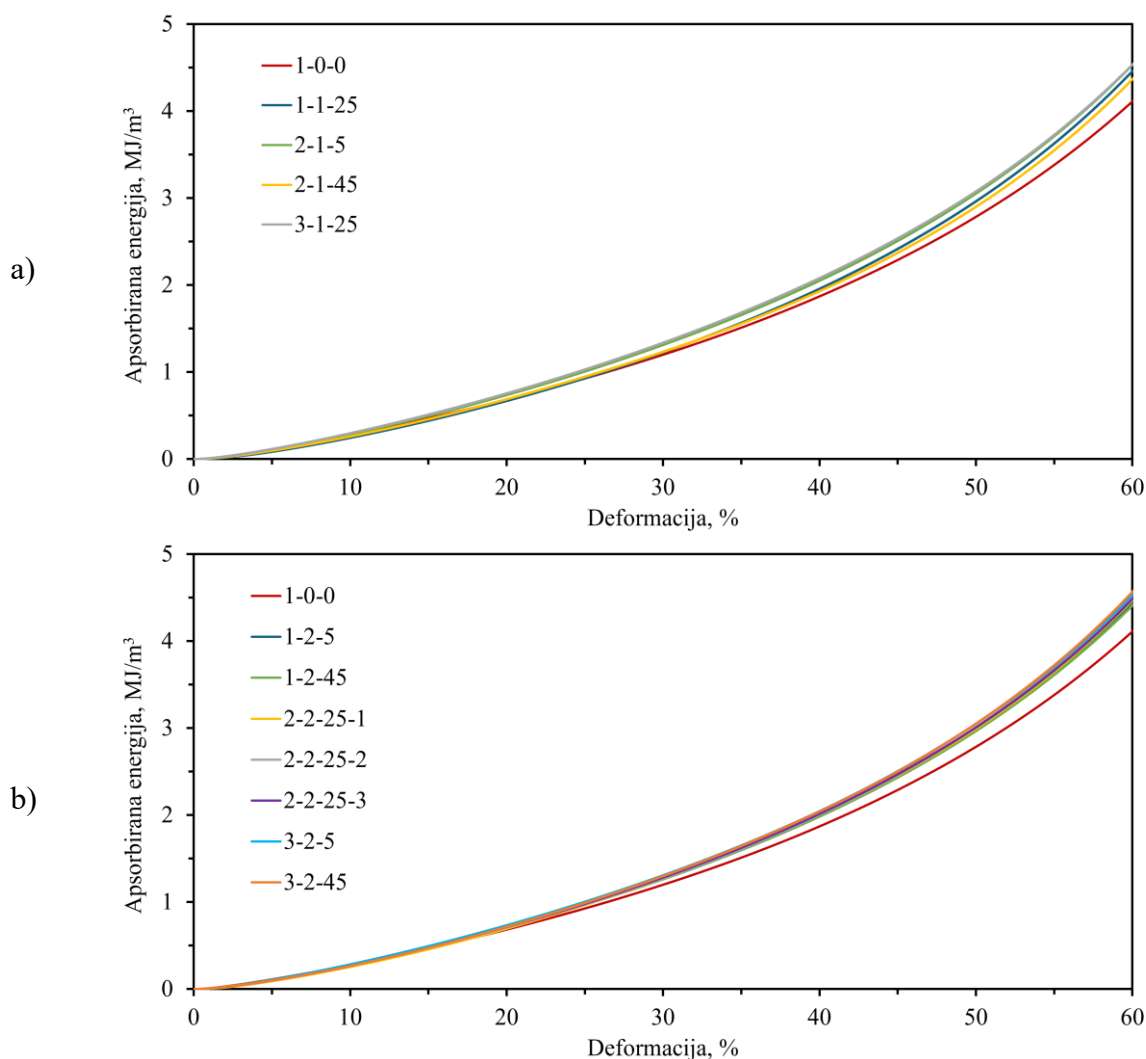
Rezultati u tablici 4.10 pokazuju da je najveća apsorpcija energije, u iznosu od 2,30 MJ/m³, ostvarena kod uzoraka skupine 2-3-5, što je i u skladu s očekivanjima jer ovu skupinu karakteriziraju najveće vrijednosti naprezanja na kraju platoa. Među ojačanim pjenama najmanju apsorpciju energije postižu uzorci skupine 1-3-25 (1,81 MJ/m³), dok je kod neojačanih pjena najniža vrijednost zabilježena za uzorke s 1 mas.% CaCO₃ (1,87 MJ/m³). Kod neojačanih uzoraka apsorbirana energija pokazuje blagi porast s povećanjem masenog udjela sredstva za upjenjivanje.

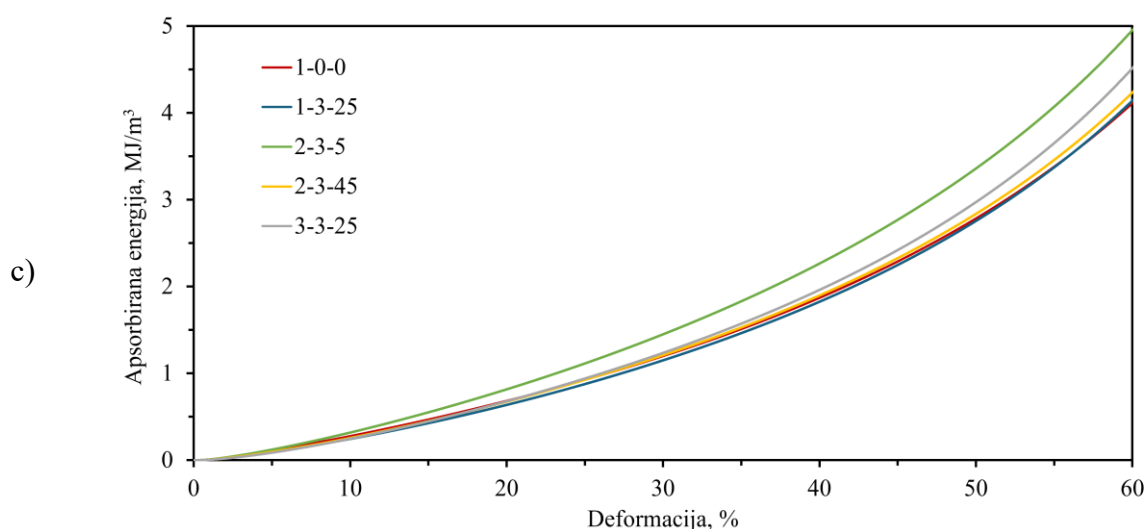
Učinkovitost apsorpcije energije određena je nagibom početnog dijela krivulje naprezanje – deformacija, nagibom područja platoa, te eventualnim fluktuacijama krivulje. Kada bi sve krivulje imale identične nagibe u ova dva stadija, svi bi uzorci ostvarili jednaku učinkovitost apsorpcije energije jer bi omjer apsorbirane i idealno apsorbirane energije bio jednak. Međutim, zbog djelomičnih razlika u nagibima krivulja, uzorci koji apsorbiraju najveću količinu energije

ne moraju nužno ostvariti i najveću učinkovitost apsorpcije energije. Općenito, što je krivulja u području platoa položena, to je učinkovitost apsorpcije energije veća.

Među ispitivanim uzorcima, najveća učinkovitost apsorpcije energije, u iznosu od 61 %, zabilježena je kod skupine 3-1-25, dok je najniža vrijednost od 58,25 % izmjerena za skupinu 1-1-25. Razlika od svega 3 % upućuje na vrlo sličan oblik krivulja u elastičnom stadiju te u području platoa.

Dijagrami ovisnosti količine apsorbirane energije o deformaciji uzoraka prikazani su na slici 4.20 prema udjelima čestičnog ojačanja. Prikazane krivulje dobivene su na temelju srednjih vrijednosti pet mjerenja unutar svake ispitivane skupine, a u prilogu 11 dani su svi pojedinačni dijagrami. Radi uviđanja utjecaja dodatka keramičkih čestica na količinu apsorbirane energije pri tlačnom ispitivanju, ojačane pjene uspoređene su s pjena bez keramičkih čestica, skupine 1-0-0, koje su upjenjene s 1 mas.% sredstva za upjenjivanje.





Slika 4.20 Dijagrami naprezanje – apsorbirana energija za uzorke s masenim udjelom Al_2O_3 :
a) 1 %; b) 2 %; c) 3 %

Iz prikazanih dijagrama proizlazi da svi ojačani uzorci pokazuju veću sposobnost apsorpcije energije u odnosu na neojačane uzorke skupine 1-0-0. Pjene s 2 mas.% CaCO_3 i 3 mas.% Al_2O_3 promjera čestica 5 μm (2-3-5) ostvaruju najveću sposobnost apsorpcije energije, pri čemu je razlika u odnosu na referentnu skupinu izraženija s povećanjem deformacije, slika 4.20c.

Rezultati analize varijance učinkovitosti apsorpcije energije navedeni su u tablici 4.11, dok su dijagrami odzivnih površina predloženi na slici 4.21. Izračunata p -vrijednost modela znatno je manja od 0,05, što potvrđuje da je ovaj model statistički značajan, dok p -vrijednost odstupanja od modela iznosi 0,6778, čime se potvrđuje da odstupanje nije značajno. Visoka vrijednost koeficijenta determinacije R^2 (0,9835), upućuje na to da razvijeni model izrazito uspješno opisuje učinkovitost apsorpcije energije.

Tablica 4.11 Analiza varijance učinkovitosti apsorpcije energije

Izvor varijacije	Suma kvadrata odstupanja	Stupnjevi slobode	Srednji kvadrat odstupanja	F -vrijednost	p -vrijednost
Model	7,7900	9	0,8660	33,20	0,0006
A – udio CaCO_3, %	0,1288	1	0,1288	4,94	0,0769
B – udio Al_2O_3, %	0,0001	1	0,0001	0,0028	0,9600
C – promjer Al_2O_3, μm	0,6256	1	0,6256	23,99	0,0045
AB	2,2100	1	2,2100	84,78	0,0003
A^2	0,4818	1	0,4818	18,47	0,0077

Izvor varijacije	Suma kvadrata odstupanja	Stupnjevi slobode	Srednji kvadrat odstupanja	F-vrijednost	p-vrijednost
B^2	0,4697	1	0,4697	18,01	0,0081
C^2	1,3600	1	1,3600	52,08	0,0008
A^2B	0,3721	1	0,3721	14,27	0,0129
AB^2	1,3200	1	1,3200	50,55	0,0009
Ostatak	0,1304	5	0,0261		
Odstupanje od modela	0,0613	3	0,0204	0,5911	0,6778
Čista pogreška	0,0691	2	0,0346		
Ukupno	7,9200	14			

Provedena statistička analiza rezultira modificiranom kubnom jednadžbom 4.6 za izračun učinkovitosti apsorpcije energije. Iako se neki članovi modela nisu pokazali statistički značajnima ($p > 0,1$), zadržani su iz ranije navedenih razloga.

$$\begin{aligned}
 W_e = & 52,67453 + 2,54927 \cdot A + 7,68749 \cdot B - 0,089795 \cdot C - 2,26563 \\
 & \cdot AB + 0,50142 \cdot A^2 - 1,98039 \cdot B^2 + 0,001516 \cdot C^2 \\
 & - 0,431317 \cdot A^2B + 0,811853 \cdot AB^2
 \end{aligned} \quad (4.6)$$

gdje je:

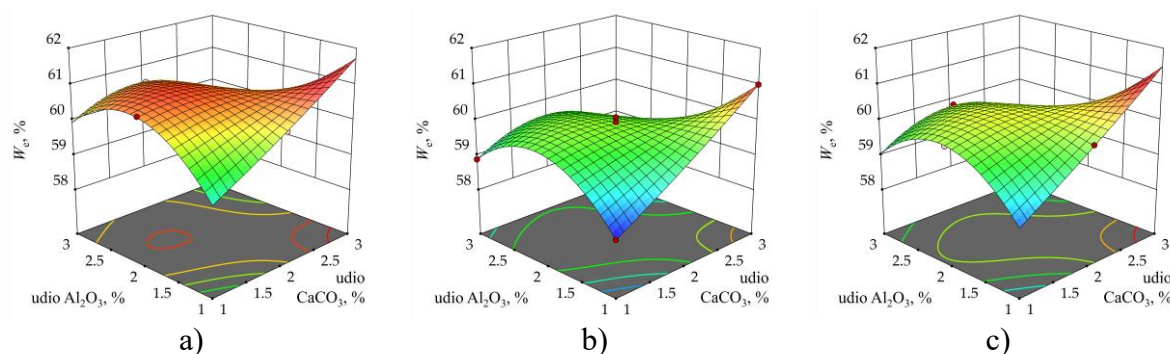
W_e – učinkovitost apsorpcije energije, %;

A – maseni udio CaCO_3 , %;

B – maseni udio Al_2O_3 , %;

C – promjer Al_2O_3 čestica, μm .

Na slici 4.21 prikazane su odzivne površine učinkovitosti apsorpcije energije s obzirom na ulazne parametre. U sva tri dijagrama površine su zakrivljene, što također upućuje na nelinearan utjecaj ulaznih parametara na promatrani izlaz. Sve odzivne površine približno su jednakog, blago sedlastog oblika, neovisno o promjeru keramičkih čestica. Najveće vrijednosti učinkovitosti apsorpcije energije ostvaruju se pri najvišem masenom udjelu CaCO_3 (3 %) i najmanjem promjeru keramičkih čestica (5 μm), dok se najniže vrijednosti postižu za uzorke s 1 mas.% Al_2O_3 i 1 mas.% CaCO_3 , neovisno o promjeru Al_2O_3 čestica.



Slika 4.21 Utjecaj udjela CaCO_3 i Al_2O_3 na učinkovitost apsorpcije energije za različite promjere Al_2O_3 čestica: a) 5 μm ; b) 25 μm ; c) 45 μm

Konture odzivne površine na dijagramu 4.21a ukazuju na možebitno postojanje lokalnog maksimuma u središnjem dijelu eksperimentalnog područja. Povećanje udjela CaCO_3 ima dominantan pozitivan učinak kod malog udjela Al_2O_3 (1 mas.%), koji općenito djeluje kroz nelinearni efekt.

Dijagram na slici 4.21b pokazuje najniže vrijednosti učinkovitosti W_e , i to kod niskih udjela oba praha. Povećanje masenog udjela Al_2O_3 od 1 prema približno 2 % - 2,5 %, poboljšava učinkovitost apsorpcije energije kod uzoraka s manjim udjelom CaCO_3 , nakon čega se ona smanjuje.

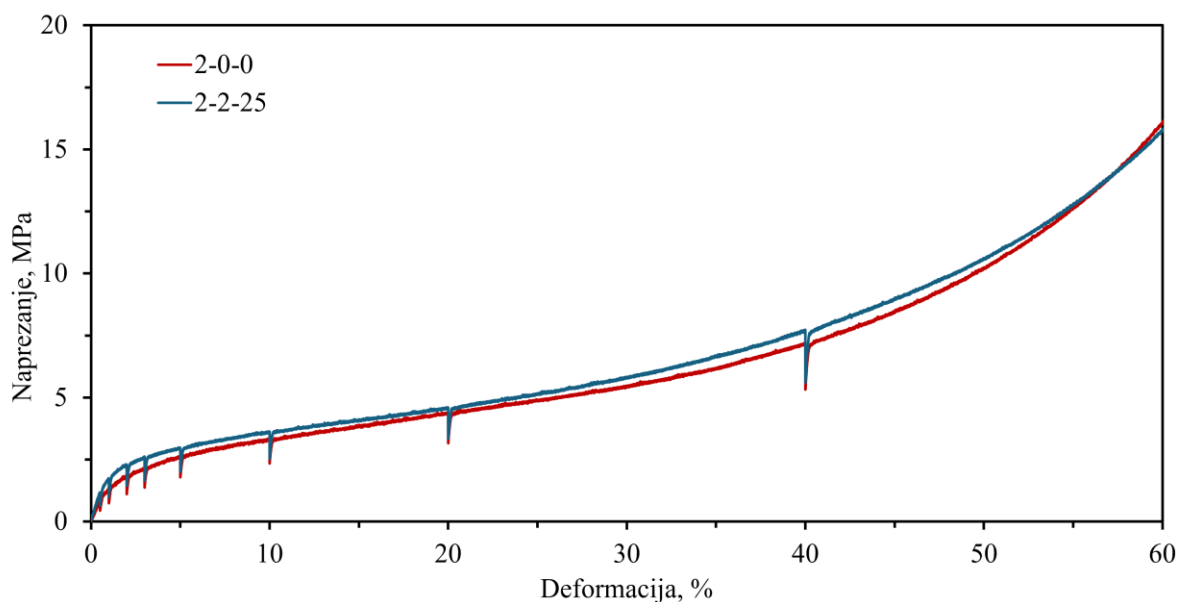
Dijagram 4.21c pokazuje sinergijski učinak dvaju prahova u slučaju Al_2O_3 čestica promjera 45 μm , u kojem povećanje udjela CaCO_3 i smanjenje sadržaja Al_2O_3 rezultira najvećim vrijednostima učinkovitosti apsorpcije energije.

4.4.3. Analiza *in-situ* CT tlačnog ispitivanja

In-situ CT tlačna ispitivanja provedena su na dva uzorka aluminijevih pjena. Jedan uzorak pripadao je skupini bez ojačanja (2-0-0), dok je drugi bio ojačan keramičkim česticama (2-2-25). Oba uzorka sadržavala su jednak udio sredstva za upjenjivanje (2 mas.% CaCO_3), pri čemu je uzorak 2-2-25 dodatno sadržavao 2 mas.% Al_2O_3 čestica prosječnog promjera 25 μm . Poroznost oba ispitivana uzorka iznosila je približno 80 %, što odgovara poroznostima uzoraka korištenih za kvazi-statička tlačna ispitivanja. Na temelju rezultata tlačnih ispitivanja određeni su pomaci traverze pri kojima su provedena pojedina CT skeniranja.

Prvo skeniranje provedeno je neposredno nakon uspostavljanja kontakta tlačne ploče s uzorkom, dok su sljedeća skeniranja provedena pri pomacima traverze od 150, 300, 600, 900, 1500, 3000, 6000 i 12 000 μm , što odgovara deformacijama uzorka od 0,5, 1, 2, 3, 5, 10, 20 i 40 %. U početnoj fazi ispitivanja, kada se uzorak nalazio u području elastičnog odziva, te na prijelazu u elastično-plastično područje, razmaci između pojedinih koraka deformacije bili su relativno mali kako bi se detaljno pratio razvoj početnih mehanizama deformacije. Nakon ulaska u područje platoa, razmaci između CT skeniranja su povećani, budući da su promjene u strukturi postajale postupnije i prostorno uočljivije. Posljednje CT skeniranje provedeno je pri deformaciji koja približno odgovara završetku područja platoa na dijagramu naprezanje – deformacija određenom kvazi-statičkim tlačnim ispitivanjem. Nakon toga, tlačno ispitivanje nastavljeno je bez prekida do vrijednosti deformacije od 66,7 %, jednako kao i kod standardnih kvazi-statičkih tlačnih ispitivanja provedenih bez CT skeniranja.

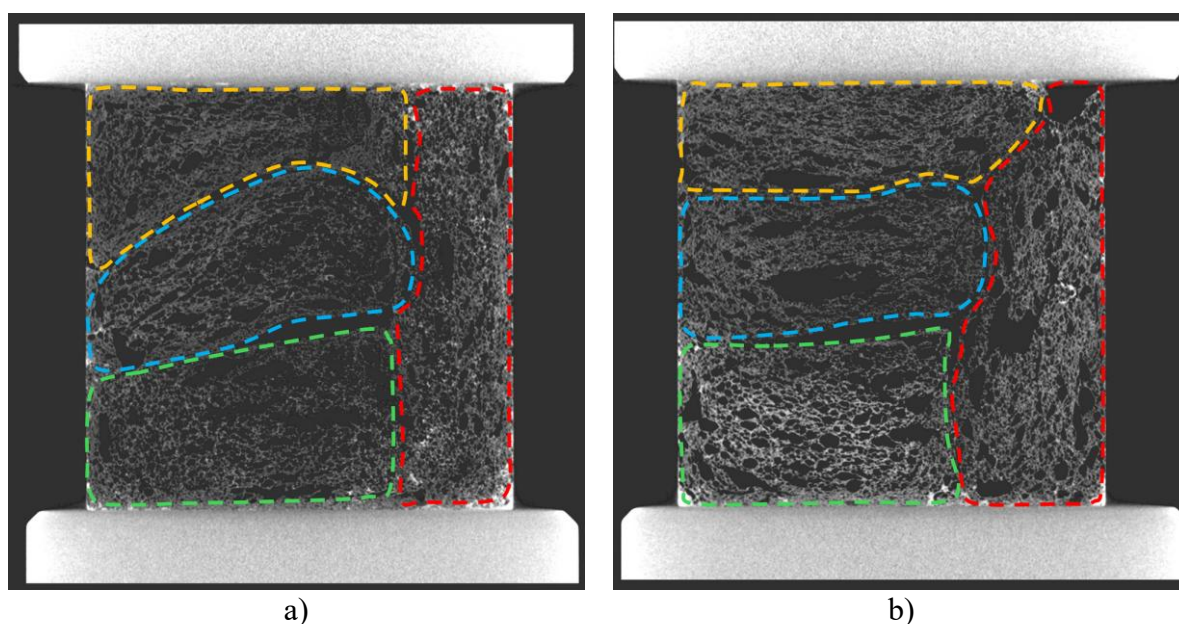
Pripadajući dijagrami naprezanje – deformacija uzoraka podvrgnutih *in-situ* CT tlačnom ispitivanju dani su na slici 4.22. Na prikazanim krivuljama jasno su vidljive točke rasterećenja uzoraka tijekom kojih su provedena pojedina CT skeniranja. Ta rasterećenja posljedica su zaustavljanja tlačnog ispitivanja radi provedbe tomografskih skeniranja, te ne predstavljaju stvarno mehaničko ponašanje materijala tijekom kontinuiranog opterećivanja.



Slika 4.22 Dijagram naprezanje – deformacija *in-situ* CT tlačnog ispitivanja

Na slici 4.23 prikazani su uzdužni presjeci rekonstruiranih 3D modela ispitivanih uzoraka u trenutku uspostavljanja kontakta s tlačnom pločom. Kod neojačanog uzorka (2-0-0), kao i kod

uzorka ojačanog keramičkim česticama (2-2-25), uočava se heterogena upjenjena struktura s jasno izraženim granicama između polaznih prekursora, koje su na slici označene isprekidanim linijama. Prisutnost tih granica upućuje na nepotpuno međusobno povezivanje prekursora. Takva struktura može biti posljedica više čimbenika. Jedan od mogućih uzroka jest nedovoljno zagrijavanje prekursora, pri čemu nije došlo do njihova potpunog omekšavanja i međusobnog stapanja. Osim toga, razlog može biti i prekratko vrijeme zadržavanja na temperaturi upjenjivanja koje nije omogućilo dovršetak procesa homogenizacije. Dodatno, prisutnost površinskog oksidnog sloja ili drugih nečistoća također je mogla spriječiti ostvarivanje kvalitetnog spajanja.

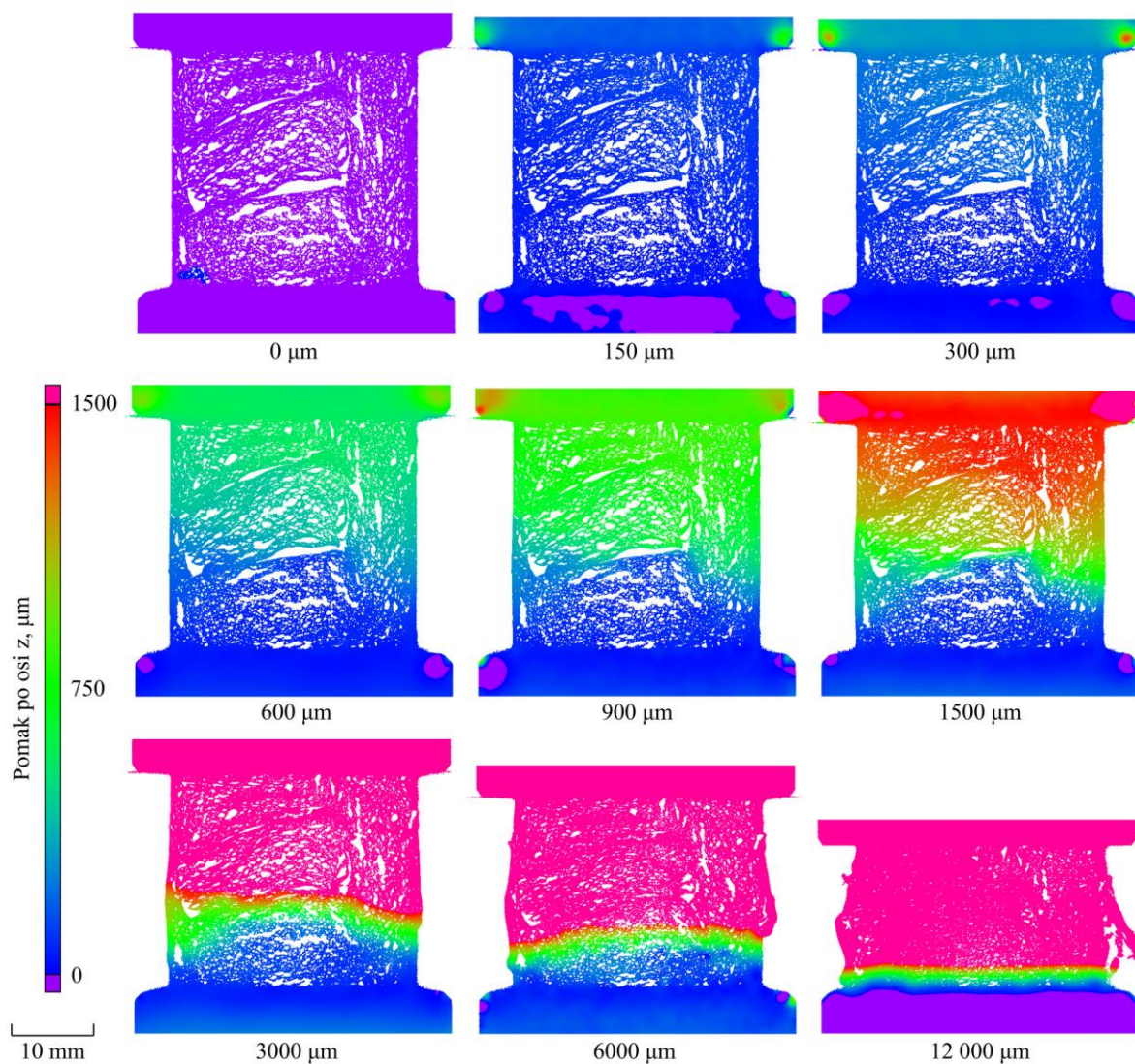


Slika 4.23 Uzdužni presjeci rekonstruiranih 3D modela u trenutku uspostavljanja kontakta s tlačnom pločom: a) 2-0-0; b) 2-2-25

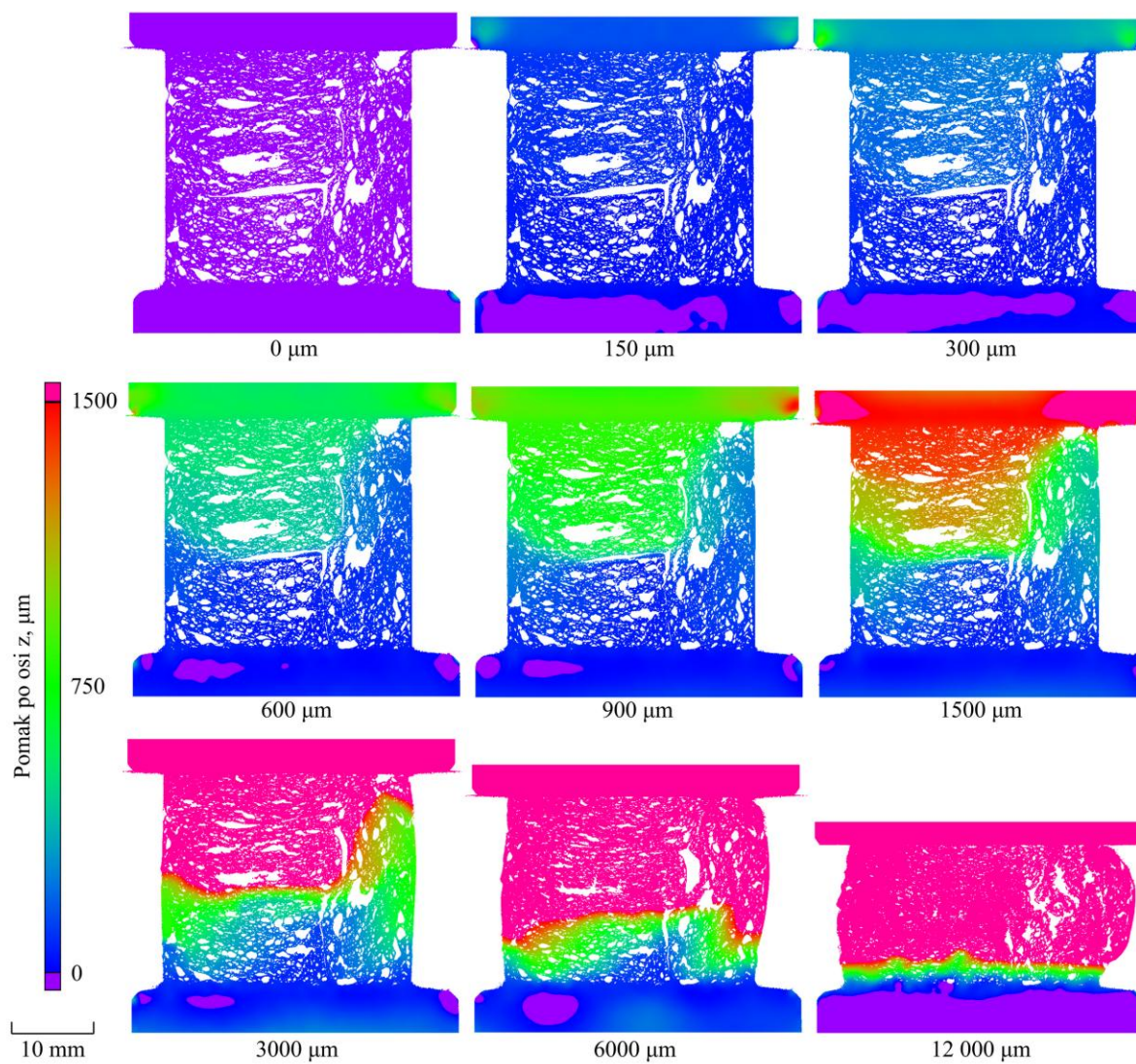
Na slikama 4.24 i 4.25 prikazan je tijek deformacijskog ponašanja unutarnje strukture neojačanog (slika 4.24) i ojačanog uzorka (slika 4.25), zabilježen pri pomacima traverze od 0, 150, 300, 600, 900, 1500, 3000, 6000 i 12 000 μm . Time je omogućeno praćenje razvoja deformacijskih mehanizama tijekom tlačnog opterećivanja.

Na oba uzorka jasno je uočljivo postupno urušavanje ćelijaste strukture pod djelovanjem tlačnog opterećenja, pri čemu intenzitet strukturnih promjena raste s povećanjem pomaka traverze. Deformacija je uglavnom lokalizirana u gornjem dijelu uzoraka, neposredno ispod tlačne ploče, gdje su lokalni pomaci i stupanj sabijanja najveći. Istovremeno, donji dio uzoraka deformira se u znatno manjoj mjeri, zadržavajući izvornu poroznu strukturu. Međutim, s daljnjim povećanjem deformacije na 10 %, 20 % i 40 %, zona intenzivnog urušavanja postupno

se širi i prema donjem dijelu uzorka. Dolazi do izraženog zgušnjavanja strukture, praćenog progresivnim kolapsom ćelija i iščezavanjem poroznosti. Pri najvećem pomaku traverze od 12 mm, pjena postaje gotovo potpuno zbijena, gubeći sposobnost apsorpcije energije.



Slika 4.24 DVC analiza uzorka 2-0-0 za karakteristične pomake traverze tijekom tlačnog ispitivanja



Slika 4.25 DVC analiza uzorka 2-2-25 za karakteristične pomake traverze tijekom tlačnog ispitivanja

5. ZAKLJUČAK

Temeljem eksperimentalnog istraživanja provedenog s ciljem izrade aluminijskih pjena postupkom upjenjivanja kompaktiranih prekursora proizvedenih metalurgijom praha, uz primjenu kalcijeva karbonata (1 mas.% – 3 mas.%) kao sredstva za upjenjivanje, te ojačanja u obliku Al_2O_3 (0 mas.% – 3 mas.%), promjera čestica $5\text{ }\mu\text{m}$ – $45\text{ }\mu\text{m}$, provedena je analiza dobivenih rezultata na temelju čega proizlaze sljedeći zaključci:

- Postupkom kompaktiranja prahova, koji uključuje hladno izostatsko prešanje i ekstrudiranje pri $450\text{ }^\circ\text{C}$, uspješno su proizvedeni prekursori aluminijskih pjena različitih kemijskih sastava, u skladu s odabranim planom pokusa. Ostvarene su relativne gustoće veće od 98,5 %, čime je ispunjen jedan od ključnih preduvjeta za njihovo uspješno upjenjivanje.
- Dodatak Al_2O_3 čestica povećava tvrdoću prekursora, pri čemu ojačani prekursori ostvaruju tvrdoću od približno 29 HV 0,5 – 31 HV 0,5, dok neojačani prekursori imaju tvrdoću oko 28 HV 0,5. Time je potvrđeno da keramičko ojačanje povećava otpornost osnovnog materijala na lokalnu plastičnu deformaciju.
- Brže zagrijavanje prekursora ($2\text{ }^\circ\text{C/s}$) u pravilu rezultira većim stupnjem ekspanzije u odnosu na zagrijavanje brzinom od $1\text{ }^\circ\text{C/s}$, zbog intenzivnijeg oslobađanja CO_2 iz sredstva za upjenjivanje u razdoblju kada talina još uvijek posjeduje dovoljno visoku viskoznost za zadržavanje plina.
- Najveći stupanj ekspanzije ostvaren je kod prekursora skupine 3-1-25, koji sadrže 3 mas.% CaCO_3 i 1 mas.% Al_2O_3 promjera čestica $25\text{ }\mu\text{m}$. Stupanj maksimalne ekspanzije iznosio je 415 % pri brzini zagrijavanja od $1\text{ }^\circ\text{C/s}$, odnosno 425 % pri zagrijavanju brzinom $2\text{ }^\circ\text{C/s}$.
- Povećanje sadržaja sredstva za upjenjivanje ne dovodi nužno do većeg stupnja ekspanzije. Kod neojačanih prekursora najveća ekspanzija ostvarena je pri 2 mas.% CaCO_3 , što pokazuje da veći udio sredstva za upjenjivanje može dovesti do zasićenja efekta upjenjivanja.
- Utjecaj CaCO_3 , Al_2O_3 i promjera Al_2O_3 čestica na ekspanziju izrazito je nelinearan, pri čemu je stupanj ekspanzije određen njihovim međudjelovanjem. Razvijeni regresijski modeli pokazuju visoku statističku pouzdanost ($R^2 = 0,8713$ pri $1\text{ }^\circ\text{C/s}$ i $R^2 = 0,9783$ pri $2\text{ }^\circ\text{C/s}$).

- Računalna tomografija potvrdila je da pjene proizvedene uporabom CaCO_3 sadrže velik broj sitnih ćelija, pri čemu kod većine uzoraka više od 95 % ćelija ima volumen manji od 5 mm^3 .
- Dodatak Al_2O_3 u pravilu smanjuje broj ćelija, ali povećava njihov prosječni volumen.
- Ćelije aluminijskih pjena pretežno su nepravilnog oblika, što potvrđuju niske vrijednosti njihove sferičnosti ($< 0,3$) i kompaktnosti ($< 0,1$).
- Dodatak Al_2O_3 čestica poboljšava tlačna svojstva aluminijskih pjena. Pozitivan učinak ojačanja postupno se smanjuje s povećanjem udjela sredstva za upjenjivanje, odnosno s približno 10 % kod pjena s 1 mas.% CaCO_3 , na oko 5 % kod pjena s 2 mas.% CaCO_3 , te približno 3 % kod pjena s 3 mas.% CaCO_3 .
- Najmanje Al_2O_3 čestice ($5 \text{ }\mu\text{m}$) imaju najveći učinak na ojačanje, dok krupnije čestice ($45 \text{ }\mu\text{m}$) ostvaruju najmanje poboljšanje tlačne otpornosti.
- Deformacija na kraju platoa (ϵ_{ple}) kod svih ispitivanih uzoraka iznosila je približno 40 %, što upućuje na usporediv tijek procesa zgušnjavanja, bez obzira na sastav aluminijskih pjena.
- Optimalna kombinacija procesnih parametara za postizanje najvećih tlačnih svojstava iznosi približno 2 mas.% CaCO_3 , 3 mas.% Al_2O_3 čestica promjera $5 \text{ }\mu\text{m}$, što je potvrđeno eksperimentalnim rezultatima i analizom odzivnih površina. Uzorci skupine 2-3-5 ostvarili su najveće naprezanje platoa (7,22 MPa) i naprezanje na kraju platoa (9,39 MPa), što je povećanje od približno 22 % u odnosu na neojačane uzorke upjenjene s 1 mas.% CaCO_3 .
- Najveća apsorpcija energije ostvarena je također kod skupine 2-3-5, u iznosu od $2,30 \text{ MJ/m}^3$, dok je najveća učinkovitost apsorpcije energije (61 %) ostvarena kod skupine 3-1-25. Time je potvrđeno da najveća apsorbirana energija ne mora nužno odgovarati i najvećoj učinkovitosti apsorpcije energije.
- *In-situ* CT tlačna ispitivanja pokazala su da deformacija započinje lokalnim urušavanjem ćelija neposredno ispod tlačne ploče, nakon čega se područje zgušnjavanja postupno širi kroz cijeli volumen uzorka, sve do gotovo potpunog nestanka poroznosti pri velikim deformacijama.

Rezultati provedenog istraživanja potvrđuju postavljenu hipotezu da je upjenjivanjem prekursora aluminijskih pjena proizvedenih metalurgijom praha, koji sadrže kalcijev karbonat kao sredstvo za upjenjivanje i ojačani su česticama aluminijske oksida, moguće proizvesti

stabilne aluminijske pjene jednakih ili boljih mehaničkih svojstava u odnosu na neojačane, konvencionalno upjenjene aluminijske pjene.

Znanstveni doprinosi ovog doktorskog rada su:

1. Metoda proizvodnje kompozitne aluminijske pjene iz prekursora proizvedenog postupkom metalurgije praha, upjenjenog kalcijevim karbonatom i ojačanog česticama aluminijske oksida.
2. Vrednovanje utjecaja udjela kalcijeva karbonata i aluminijske oksida, te promjera zrna Al_2O_3 čestica na mehanička svojstva aluminijskih pjena.

5.1. Prijedlozi mogućih smjerova istraživanja

Na temelju provedenog istraživanja otvaraju se različiti mogući smjerovi daljnjeg razvoja aluminijskih pjena. Budući da relativna gustoća predstavlja jedan od ključnih parametara metalnih pjena, potrebno je dodatno istražiti utjecaj masenog udjela CaCO_3 praha, kao i udjela i promjera Al_2O_3 čestica na tlačna svojstva pjena različitih relativnih gustoća.

Nadalje, poznato je da brzina opterećenja utječe na tlačnu otpornost metalnih pjena, kao i na sposobnost i učinkovitost apsorpcije energije, te je potrebno provesti dodatna istraživanja u uvjetima udarnog opterećenja.

U ovom radu prikazan je samo primjer *in-situ* CT tlačnog ispitivanja provedenog na dva uzorka, dok je za detaljniju analizu mehanizama deformacije potrebno provesti sveobuhvatna ispitivanja na uzorcima različitih polaznih stanja, čime bi se mogle razviti vjerodostojne numeričke simulacije propadanja ćelijaste strukture tijekom tlačnog opterećivanja.

Budući da se aluminijske pjene često primjenjuju kao jezgre sendvič kompozita, daljnja istraživanja mogu biti usmjerena i na razvoj takvih kompozitnih materijala s jezgrom od aluminijske pjene ojačane keramičkim česticama.

Također, u ovom istraživanju kao keramičko ojačanje korištene su Al_2O_3 čestice, no navedeni pristup moguće je proširiti i na druge keramičke materijale, poput SiC , B_4C , TiB_2 ili Y_2O_3 , čime bi se dodatno mogao istražiti njihov utjecaj na strukturu i svojstva aluminijskih pjena.

LITERATURA

- [1] Ashby MF, Evans AG, Fleck NA, Gibson LJ, Hutchinson JW, Wadley HNG. Metal Foams: A Design Guide. Woburn, USA: Butterworth-Heinemann; 2000.
- [2] Banhart J. Manufacture, Characterisation and Application of Cellular Metals and Metal Foams. *Progress in Materials Science*. 2001;46(6):559–632. doi: 10.1016/S0079-6425(00)00002-5
- [3] Lehmhus D, Vesenjask M, Schampheleire S, Fiedler T. From Stochastic Foam to Designed Structure: Balancing Cost and Performance of Cellular Metals. *Materials*. 2017;10:922. doi: 10.3390/ma10080922
- [4] Filetin T, Kramer I, Marić G. Metalne pjene: proizvodnja, svojstva i primjena. Ivušić V, editor. Zagreb: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju; 2003.
- [5] Banhart J. Light-Metal Foams - History of Innovation and Technological Challenges. *Advanced Engineering Materials*. 2013;15(3):82–111. doi: 10.1002/adem.201200217
- [6] von Zeppelin F, Hirscher M, Stanzick H, Banhart J. Desorption of Hydrogen from Blowing Agents used for Foaming Metals. *Composites Science and Technology*. 2003;63(16):2293–300. doi: 10.1016/S0266-3538(03)00262-8
- [7] Paulin I. Synthesis and Characterization of Al Foams Produced by Powder Metallurgy Route Using Dolomite and Titanium Hydride as a Foaming Agents. *Materiali in tehnologije*. 2014;48(6):943–7.
- [8] Soloki A, Esmailian M. Carbonate-Foaming Agents in Aluminum Foams: Advantages and Perspectives. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2015;46(2):1052–7. doi: 10.1007/s11663-014-0262-1
- [9] Koizumi T, Kido K, Kita K, Mikado K, Gnyloskurenko S, Nakamura T. Foaming Agents for Powder Metallurgy Production of Aluminum Foam. *Materials Transactions*. 2011;52(4):728–33. doi: 10.2320/matertrans.M2010401
- [10] Orovčík Ľ, Nosko M, Švec P, Nagy Š, Čavojský M, Šimančík F, et al. Effect of the TiH₂ Pre-Treatment on the Energy Absorption Ability of 6061 Aluminium Alloy Foam. *Materials Letters*. 2015;148:82–5. doi: 10.1016/j.matlet.2015.02.062

- [11] Muduli B, Ramesh T, Hari Kumar KC, Rajalakshmi N, Mukherjee M. Customised Heat Treatment of TiH_2 for the Foaming of Aluminium Alloys. *Materialia*. 2019;8:100431. doi: 10.1016/j.mtla.2019.100431
- [12] Azarniya A, Rasooli A. High-Temperature Mechanisms of Hydrogen Evolution in Ni-P Coated Titanium Hydride (TiH_2) Powder. *Advanced Powder Technology*. 2016;27(1):281–8. doi: 10.1016/j.appt.2015.12.005
- [13] Yang Z, Fang J, Ding B. Effect of SiO_2 Coating Layer Morphology on TiH_2 Gas Release Characteristic. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2005;290(2):305–9. doi: 10.1016/j.jcis.2005.07.012
- [14] Lázaro J, Solórzano E, Rodríguez-Pérez MA, Rämer O, García-Moreno F, Banhart J. Heat Treatment of Aluminium Foam Precursors: Effects on Foam Expansion and Final Cellular Structure. *Procedia Materials Science*. 2014;4:287–92. doi: 10.1016/j.mspro.2014.07.559
- [15] Deng F, Liu Y, Lu X, Fan J. Improved Stability of Aluminum Foam Through Heat Treatment of Foamable Precursor. *Metals and Materials International*. 2020;26(10):1596–601. doi: 10.1007/s12540-019-00419-8
- [16] Haesche M, Lehmhus D, Weise J, Wichmann M, Magnabosco Mocellin IC. Carbonates as Foaming Agent in Chip-Based Aluminium Foam Precursor. *Journal of Materials Science & Technology*. 2010;26(9):845–50. doi: 10.1016/S1005-0302(10)60135-1
- [17] Heidari Ghaleh M, Ehsani N, Baharvandi HR. Compressive Properties of A356 Closed-Cell Aluminum Foamed with a CaCO_3 Foaming Agent Without Stabilizer Particles. *Metals and Materials International*. 2021;27(10):3856–61. doi: 10.1007/s12540-020-00807-5
- [18] Byakova A, Gnyloskurenko S, Vlasov A, Yevych Y, Semenov N. The Mechanical Performance of Aluminum Foam Fabricated by Melt Processing with Different Foaming Agents: A Comparative Analysis. *Metals*. 2022;12(8):1384. doi: 10.3390/met12081384
- [19] Hassan A, Alnaser IA. Influence of CaCO_3 and Al_2O_3 on the Mechanical Properties of Aluminum Foam for Lightweight Structural Applications. *ACS Omega*. 2026;11(2):3336–53. doi: 10.1021/acsomega.5c10363

- [20] Cambronero LEG, Ruiz-Roman JM, Corpas FA, Ruiz Prieto JM. Manufacturing of Al-Mg-Si Alloy Foam Using Calcium Carbonate as Foaming Agent. *Journal of Materials Processing Technology*. 2009;209(4):1803–9. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2008.04.032
- [21] Singh R, Arora R, Sharma JD. Effect of Viscosity Enhancing Agents on Quasi-Static Compression Behavior of Aluminum Foams. *Materials Today: Proceedings*. 2021;39:1661–6. doi: 10.1016/j.matpr.2020.06.056
- [22] Kevorkijan V. Low Cost Aluminium Foams Made by CaCO_3 Particulates. *Metalurgija-Journal of Metallurgy*. 2010;16(3):205–19.
- [23] Paulin I. Stability of Close-Cell Al Foams Depending on the Usage of Different Foaming Agents. *Materiali in tehnologije*. 2015;49(6):983–8. doi: 10.17222/mit.2015.322
- [24] Jaafar AH, Al-Ethari H, Farhan K. Modelling and Optimization of Manufacturing Calcium Carbonate-Based Aluminum Foam. *Materials Research Express*. 2019;6(8):0865g1. doi: 10.1088/2053-1591/ab2602
- [25] Gergely V, Curran DC, Clyne TW. The FOAMCARP Process: Foaming of Aluminium MMCs by the Chalk-Aluminium Reaction in Precursors. *Composites Science and Technology*. 2003;63(16):2301–10. doi: 10.1016/S0266-3538(03)00263-X
- [26] Lehmhus D, Banhart J. Properties of Heat-Treated Aluminium Foams. *Materials Science and Engineering: A*. 2003;349(1–2):98–110. doi: 10.1016/S0921-5093(02)00582-8
- [27] Zhou J, Gao Z, Cuitino AM, Soboyejo WO. Effects of Heat Treatment on the Compressive Deformation Behavior of Open Cell Aluminum Foams. *Materials Science and Engineering: A*. 2004;386(1–2):118–28. doi: 10.1016/j.msea.2004.07.042
- [28] Campana F, Pilone D. Effect of Heat Treatments on the Mechanical Behaviour of Aluminium Alloy Foams. *Scripta Materialia*. 2009;60(8):679–82. doi: 10.1016/j.scriptamat.2008.12.045
- [29] Jiang B, Wang Z, Zhao N. Effect of Pore Size and Relative Density on the Mechanical Properties of Open Cell Aluminum Foams. *Scripta Materialia*. 2007;56(2):169–72. doi: 10.1016/j.scriptamat.2006.08.070

- [30] Xia XC, Chen XW, Zhang Z, Chen X, Zhao WM, Liao B, Hur B. Effects of Porosity and Pore Size on the Compressive Properties of Closed-Cell Mg Alloy Foam. *Journal of Magnesium and Alloys*. 2013;1(4):330–5. doi: 10.1016/j.jma.2013.11.006
- [31] Duarte I, Ventura E, Olhero S, Ferreira JMF. A New Class of Closed-Cell Aluminium Foams Reinforced with Carbon Nanotubes. *Ciência & Tecnologia dos Materiais*. 2016;28(1):5–8. doi: 10.1016/j.ctmat.2016.06.003
- [32] Mahmutyazicioglu N, Albayrak O, Ipekoglu M, Altintas S. Effects of Alumina (Al_2O_3) Addition on the Cell Structure and Mechanical Properties of 6061 Foams. *Journal of Materials Research*. 2013;28(17):2509–19. doi: 10.1557/jmr.2013.187
- [33] Sutarno, Nugraha B, Kusharjanto. Optimization of Calcium Carbonate Content on Synthesis of Aluminum Foam and its Compressive Strength Characteristic. In: Mubarak MZ, Chaerun SK, Ichlas ZT, editors. *Proceedings of the 1st International Process Metallurgy Conference (IPMC 2016)*. West Java, Indonesia: AIP Publishing; 2017. p. 060003. doi: 10.1063/1.4974439
- [34] Oveisi H, Geramipour T. High Mechanical Performance Alumina-Reinforced Aluminum Nanocomposite Metal Foam Produced by Powder Metallurgy: Fabrication, Microstructure Characterization, and Mechanical Properties. *Materials Research Express*. 2020;6(12):1250c2. doi: 10.1088/2053-1591/ab608b
- [35] Dehnavi A, Ebrahimi GR, Golestanipour M. Effect of SiC Particles on Hot Deformation Behavior of Closed-Cell Al/SiC_p Composite Foams. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*. 2020;42(11):554. doi: 10.1007/s40430-020-02625-7
- [36] Kováčik J, Nosko M, Mináriková N, Simančík F, Jerz J. Closed-Cell Powder Metallurgical Aluminium Foams Reinforced with 3 vol.% SiC and 3 vol.% Graphite. *Processes*. 2021;9(11):2031. doi: 10.3390/pr9112031
- [37] Ravi Kumar N V., Gokhale AA. Mechanical Properties of Al-Si-Mg Foams with Different SiC Contents and Densities. *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 2022;75(2):449–58. doi: 10.1007/s12666-021-02436-x

- [38] Singh NK, Sethuraman B. Development and Characterization of Aluminium AA7075 Hybrid Composite Foams (AHCFs) Using SiC and TiB₂ Reinforcement. *International Journal of Metalcasting*. 2024;18(1):212–27. doi: 10.1007/s40962-023-01009-6
- [39] Senoz GML, Daskesen RC. Effect of B₄C Amount on the Microhardness of AA7075/B₄C Composite Metal Foam. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 2022;61(1–2):60–9. doi: 10.1007/s11106-022-00295-9
- [40] Bommana D, Kumar A, Sahoo N, Dwivedy SK, Senapati NP. Effect of High Temperature Compressive Deformation on Microstructure and Mechanical Characteristics of Closed Cell AA6061-B₄C-Gr Nanoparticles Hybrid Composite Foam. *Journal of Alloys and Compounds*. 2025;1012:178218. doi: 10.1016/j.jallcom.2024.178218
- [41] Bhogi S, Nampoothiri J, Ravi KR, Mukherjee M. Influence of Nano and Micro Particles on the Expansion and Mechanical Properties of Aluminum Foams. *Materials Science and Engineering: A*. 2017;685:131–8. doi: 10.1016/j.msea.2016.12.127
- [42] Atturan UA, Nandam SH, Murty BS, Sankaran S. Deformation Behaviour of In-Situ TiB₂ Reinforced A357 Aluminium Alloy Composite Foams under Compressive and Impact Loading. *Materials Science and Engineering: A*. 2017;684:178–85. doi: 10.1016/j.msea.2016.12.048
- [43] Zhao NQ, Jiang B, Du XW, Li JJ, Shi CS, Zhao WX. Effect of Y₂O₃ on the Mechanical Properties of Open Cell Aluminum Foams. *Materials Letters*. 2006;60(13–14):1665–8. doi: 10.1016/j.matlet.2005.11.088
- [44] Song YH, Tane M, Ide T, Seimiya Y, Hur BY, Nakajima H. Fabrication of Al-3.7 Pct Si-0.18 Pct Mg Foam Strengthened by AlN Particle Dispersion and its Compressive Properties. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2010;41(8):2104–11. doi: 10.1007/s11661-010-0247-x
- [45] Kaptay G. Interfacial Criteria for Ceramic Particle Stabilised Metallic Foams. In: Banhart J, Ashby MF, Fleck NA, editors. *Proceedings of the International Conference on Metal Foams and Porous Metal Structures (MetFoam'99)*. Bremen, Germany: Verlag MIT; 1999. p. 141–5.

- [46] Duarte I, Ferreira JMF. Composite and Nanocomposite Metal Foams. *Materials*. 2016;9(2):79. doi: 10.3390/ma9020079
- [47] Elbir S, Yilmaz S, Toksoy AK, Guden M, Hall IW. SiC-particulate Aluminum Composite Foams Produced by Powder Compacts: Foaming and Compression Behavior. *Journal of Materials Science*. 2003;38(23):4745–55. doi: 10.1023/A:1027427102837
- [48] Kennedy AR, Asavavisithchai S. Effect of Ceramic Particle Additions on Foam Expansion and Stability in Compacted Al-TiH₂ Powder Precursors. *Advanced Engineering Materials*. 2004;6(6):400–2. doi: 10.1002/adem.200405145
- [49] Guden M, Yüksel S. SiC-particulate Aluminum Composite Foams Produced from Powder Compacts: Foaming and Compression Behavior. *Journal of Materials Science*. 2006;41(13):4075–84. doi: 10.1007/s10853-006-7645-x
- [50] Duarte I, Banhart J. A Study of Aluminium Foam Formation - Kinetics and Microstructure. *Acta Materialia*. 2000;48(9):2349–62. doi: 10.1016/S1359-6454(00)00020-3
- [51] Esmaeelzadeh S, Simchi A. Foamability and Compressive Properties of AlSi7–3 vol.% SiC–0.5 wt.% TiH₂ Powder Compact. *Materials Letters*. 2008;62(10–11):1561–4. doi: 10.1016/j.matlet.2007.09.044
- [52] Haesche M, Weise J, Garcia-Moreno F, Banhart J. Influence of Particle Additions on the Foaming Behaviour of AlSi11/TiH₂ Composites Made by Semi-Solid Processing. *Materials Science and Engineering: A*. 2008;480(1–2):283–8. doi: 10.1016/j.msea.2007.07.040
- [53] Lehmhus D. Dynamic Collapse Mechanisms in Metal Foam Expansion. *Advanced Engineering Materials*. 2010;12(6):465–71. doi: 10.1002/adem.201000055
- [54] Sosnick B. Process for Making Foamlike Mass of Metal. USA; US2434775A, 1948.
- [55] Elliott JC. Method of Producing Metal Foam. USA; US2751289A, 1956.
- [56] Fidler SO, Bjorksten J, Fidler WS. Production of Metal Foam. USA; US2937938A, 1960.

- [57] Hassan A, Alnaser IA. A Review of Different Manufacturing Methods of Metallic Foams. *ACS Omega*. 2024;9(6):6280–95. doi: 10.1021/acsomega.3c08613
- [58] Borovinšek M, Vesenjāk M, Jože M, Ren Z. Computational Reconstruction of Scanned Aluminum Foams for Virtual Testing . *Journal of the Serbian Society for Computational Mechanics*. 2008;2(2):16–28.
- [59] König AH, Doleisch H, Kottar A, Kriszt B, Gröller E. AlVis - An Aluminium-Foam Visualization and Investigation Tool. In: de Leeuw WC, van Liere R, editors. *Proceedings of the Joint EUROGRAPHICS and IEEE TCVG Symposium on Visualization*. Amsterdam, The Netherlands: Springer; 2000. p. 229–38. doi: 10.1007/978-3-7091-6783-0_23
- [60] Atwater MA, Guevara LN, Darling KA, Tschopp MA. Solid State Porous Metal Production: A Review of the Capabilities, Characteristics, and Challenges. *Advanced Engineering Materials*. 2018;20(7). doi: 10.1002/adem.201700766
- [61] Ma M, Liang L, Tang B, Xiang W, Wang Y, Cheng Y, Tan X. Decomposition Kinetics Study of Zirconium Hydride by Interrupted Thermal Desorption Spectroscopy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2015;645:S217–20. doi: 10.1016/j.jallcom.2015.01.054
- [62] Bisht A, Gangil B, Patel VK. Selection of Blowing Agent for Metal Foam Production: A Review. *Journal of Metals, Materials and Minerals*. 2020;30(1):1–10. doi: 10.14456/jmmm.2020.1
- [63] Wang X, Meng Q, Wang T, Chu X, Fan A, Wang H. New Insights into Fabrication of Al-Based Foam with Homogeneous Small Pore-Structure Using MgCO_3/Zn Composite Powder as a Foaming Agent. *Metals*. 2022;12(5):786. doi: 10.3390/met12050786
- [64] Papadopoulos DP, Omar H, Stergioudi F, Tsipas SA, Michailidis N. The Use of Dolomite as Foaming Agent and its Effect on the Microstructure of Aluminium Metal Foams - Comparison to Titanium Hydride. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2011;382(1–3):118–23. doi: 10.1016/j.colsurfa.2010.12.005
- [65] Matijasevic-Lux B, Banhart J, Fiechter S, Görke O, Wanderka N. Modification of Titanium Hydride for Improved Aluminium Foam Manufacture. *Acta Materialia*. 2006;54(7):1887–900. doi: 10.1016/j.actamat.2005.12.012

- [66] Behymer N, Morsi K. Review: Closed-Cell Metallic Foams Produced via Powder Metallurgy. *Metals*. 2023;13(5):959. doi: 10.3390/met13050959
- [67] Zhang Z, Xia X, Zhao W, Chen X, Chen X. The Influence of Titanium Hydride Pretreatment on the Compressive Properties of Aluminum Foam. *Materials Science*. 2014;20(4):424–8. doi: 10.5755/j01.ms.20.4.6082
- [68] Banhart J, Ritter C. Decomposition of Ti and Zr Hydrides Studied by Neutron Diffraction. In: Dukhan N, editor. *Proceedings of the 11th International Conference on Porous Metals and Metallic Foams (MetFoam 2019)*. Michigan, USA: The Minerals, Metals & Materials Society; 2020. p. 39–46. doi: 10.1007/978-3-030-42798-6_4
- [69] Li X, Liu Y, Ye J, An X, Cao Z, Liu X. Innovative Surface Modification of TiH₂ to Fabricate Aluminum Foam with Enhanced Mechanical Properties. *Materials Letters*. 2018;210:350–3. doi: 10.1016/j.matlet.2017.09.066
- [70] Fang J, Ding B, Yang Z, Zhao K, Gu C. The Effect of SiO₂ and Al₂O₃ Coating on the Surface of TiH₂ Powders on Gas Release. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2005;283(1):1–4. doi: 10.1016/j.jcis.2004.11.046
- [71] Kennedy AR. Effect of Compaction Density on Foamability of Al-TiH₂ Powder Compacts. *Powder Metallurgy*. 2002;45(1):75–9. doi: 10.1179/003258902225001579
- [72] Paulin I, Šuštaršič B, Kevorkijan V, Škapin SD, Jenko M. Synthesis of Aluminium Foams by the Powder-Metallurgy Process: Compacting of Precursors. *Materiali in tehnologije*. 2011;45(1):13–9.
- [73] International Organization for Standardization. ISO 13314:2011: Mechanical Testing of Metals - Ductility Testing - Compression Test for Porous and Cellular Metals. Geneva, Switzerland; 2011.
- [74] International Organization for Standardization. ISO 17340:2020: Metallic Materials - Ductility Testing - High Speed Compression Test for Porous and Cellular Metals. Geneva, Switzerland; 2020.
- [75] Grilec K, Marić G, Miloš K. Aluminium Foams in the Design of Transport Means. *Promet - Traffic&Transportation*. 2012;24(4):295–304. doi: 10.7307/ptt.v24i4.437

- [76] Yu C-J, Eifert HH, Banhart J, Baumeister J. Metal Foaming by a Powder Metallurgy Method: Production, Properties and Applications. *Materials Research Innovations*. 1998;2(3):181–8. doi: 10.1007/s100190050082
- [77] Baumeister J, Banhart J, Weber M. Aluminium Foams for Transport Industry. *Materials & Design*. 1997;18(4–6):217–20. doi: 10.1016/S0261-3069(97)00050-2
- [78] Yang Y, Li Q, Qiao L. Review of SHPB Dynamic Load Impact Test Characteristics and Energy Analysis Methods. *Processes*. 2023;11(10):3029. doi: 10.3390/pr11103029
- [79] Avinash, Mursaleen M, Kumar N. Production of Metallic Foam and its Behavior at Different Strain Rates: A Review. *Journal of The Institution of Engineers (India): Series C*. 2025;106(1):477–94. doi: 10.1007/s40032-024-01137-w
- [80] International Organization for Standardization. ISO 7438:2020: Metallic Materials - Bend Test. Geneva, Switzerland; 2020.
- [81] ASTM International. ASTM C393/393M-20: Standard Test Method for Core Shear Properties of Sandwich Constructions by Beam Flexure. West Conshohocken, PA; 2020.
- [82] ASTM International. ASTM D7249/7249M-20: Standard Test Method for Facesheet Properties of Sandwich Constructions by Long Beam Flexure. West Conshohocken, PA; 2020.
- [83] ASTM International. ASTM D7250/7250M-20: Standard Practice for Determining Sandwich Beam Flexural and Shear Stiffness. West Conshohocken, PA; 2020.
- [84] International Organization for Standardization. ISO 6892-1:2019: Metallic Materials - Tensile Testing - Part 1: Method of Test at Room Temperature. Geneva, Switzerland; 2019.
- [85] García-Moreno F. Commercial Applications of Metal Foams: Their Properties and Production. *Materials*. 2016;9(2):85. doi: 10.3390/ma9020085
- [86] Wan T, Liu Y, Zhou C, Chen X, Li Y. Fabrication, Properties, and Applications of Open-Cell Aluminum Foams: A Review. *Journal of Materials Science & Technology*. 2021;62:11–24. doi: 10.1016/j.jmst.2020.05.039

- [87] Huang B, Miao Q, Zuo X, Yi J, Zhou Y, Luo X. Sound Absorption Performance and Mechanism of Aluminum Foam with Double-Layer Structures of Conventional and Porous Cell Walls. *Applied Acoustics*. 2024;222:110054. doi: 10.1016/j.apacoust.2024.110054
- [88] Nosko M, Simančik F, Florek R, Tobolka P, Jerz J, Mináriková N, Kováčik J. Sound Absorption Ability of Aluminium Foams. *Metallic Foams*. 2017;1(1):15–41. doi: 10.23977/metf.2017.11002
- [89] Xia X, Zhang Z, Zhao W, Li C, Ding J, Liu C, et al. Acoustic Properties of Closed-Cell Aluminum Foams with Different Macrostructures. *Journal of Materials Science & Technology*. 2017;33(11):1227–34. doi: 10.1016/j.jmst.2017.07.012
- [90] Lomte A, Sharma B, Drouin M, Schaffarzick D. Sound Absorption and Transmission Loss Properties of Open-Celled Aluminum Foams with Stepwise Relative Density Gradients. *Applied Acoustics*. 2022;193:108780. doi: 10.1016/j.apacoust.2022.108780
- [91] Thulasikanth V, Raghupathy P. A Study on Sound-Absorption Ability of Closed-Cell Aluminium Foams. *Materiali in tehnologije*. 2023;57(5):423–31. doi: 10.17222/mit.2023.741
- [92] Filetin T, Marić G, Kramer I. Metal Foams in Shipbuilding. *Brodogradnja*. 2005;56(3):228–37.
- [93] Sunder Sharma S, Yadav S, Joshi A, Goyal A, Khatri R. Application of Metallic Foam in Vehicle Structure: A Review. *Materials Today: Proceedings*. 2022;63:347–53. doi: 10.1016/j.matpr.2022.03.201
- [94] Kertesz J, Kovacs TA. Optimized Metal Foam-Filled Crushbox Structure to Improve the Impact Energy Absorption. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2022;1246(1):012004. doi: 10.1088/1757-899X/1246/1/012004
- [95] Patrone GL, Paffumi E, Otura M, Centurelli M, Ferrarese C, Jahn S, Brenner A, Thieringer B, Braun D, Hoffmann T. Assessing the Energy Consumption and Driving Range of the QUIET Project Demonstrator Vehicle. *Energies*. 2022;15(4):1290. doi: 10.3390/en15041290

- [96] Linul E, Pietras D, Sadowski T, Maršavina L, Rajak DK, Kováčik J. Crashworthiness Performance of Lightweight Composite Metallic Foams at High Temperatures. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2021;149:106516. doi: 10.1016/j.compositesa.2021.106516
- [97] Havel Metal Foam. <https://en.havel-mf.com/>. Pristupljeno: 15. lipnja 2026.
- [98] Kováčik J, Jerz J, Gopinathan A, Simančík F, Maršavina L, Linul E. Effect of Sample Shape on Compression Behavior of Aluminum Foams. *Materials Today: Proceedings*. 2023;78:308–13. doi: 10.1016/j.matpr.2022.11.498
- [99] Banhart J, García-Moreno F, Heim K, Seeliger H-W. Light-Weighting in Transportation and Defence Using Aluminium Foam Sandwich Structures. In: Gokhale A, Prasad N, Basu B, editors. *Light Weighting for Defense, Aerospace, and Transportation Indian Institute of Metals Series*. Singapore: Springer; 2019. p. 61–72. doi: 10.1007/978-981-15-1263-6_5
- [100] ZEvRA. <https://zevraproject.eu/>. Pristupljeno: 15. lipnja 2026.
- [101] Cymat Technologies. <https://www.cymat.com/>. Pristupljeno: 15. lipnja 2026.
- [102] Fraunhofer IFAM. <https://www.ifam.fraunhofer.de/en/technologies/metal-foams.html>. Pristupljeno: 15. lipnja 2026.
- [103] Luo H. Preparation of Foamed Aluminum and its Application in China. *Journal of Physics: Conference Series*. 2019;1347(1):012056. doi: 10.1088/1742-6596/1347/1/012056
- [104] Aluinvent. <https://aluinvent.com/>. Pristupljeno: 15. lipnja 2026.
- [105] Exxentis. <https://www.exxentis.co.uk/>. Pristupljeno: 15. lipnja 2026.
- [106] ERG Aerospace. <https://ergaerospace.com/>. Pristupljeno: 15. lipnja 2026.
- [107] Bacciga E, Vallese L, Bottarelli M. Enhancement of Thermal Conductivity of Paraffin PCM with Metal Foams. *International Journal of Thermophysics*. 2025;46(3):35. doi: 10.1007/s10765-024-03500-6
- [108] Kos Ž. Fazno promjenljivi materijali. *Technical Journal*. 2013;7(2):202–5.

- [109] Aramesh M, Shabani B. Metal Foam-Phase Change Material Composites for Thermal Energy Storage: A Review of Performance Parameters. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 2022;155:111919. doi: 10.1016/j.rser.2021.111919
- [110] Kurajica S. Fazno promjenljivi materijali. *Tehnoeko*. 2007;4:18–21.
- [111] Alusion. <https://www.alusion.com>. Pristupljeno: 15. lipnja 2026.
- [112] Hammond CR. The Elements. In: Haynes WM, Lide DR, Bruno TJ, editors. *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. 97th ed. Boca Raton, USA: CRC Press; 2017.
- [113] Almatiss. <https://www.almatis.com/en>. Pristupljeno: 15. lipnja 2026.
- [114] Metallpulver 24. <https://www.metallpulver24.de/en/>. Pristupljeno: 15. lipnja 2026.
- [115] Rahaman MN. *Sintering of Ceramics*. CRC Press; 2007. doi: 10.1201/b15869
- [116] Rahman T, Ahmed Z, Islam J, Kamaruzzaman, Khatun T, Gafur A, Bashar S, Alam M. Comparative Study of Structural, Optical and Electrical Properties of SnO₂ Thin Film Growth via CBD, Drop-Cast and Dip-Coating Methods. *Materials Sciences and Applications*. 2021;12(12):578–94. doi: 10.4236/msa.2021.1212038
- [117] Ferreira SLC, Bruns RE, Ferreira HS, Matos GD, David JM, Brandão GC, da Silva EGP, Portugal LA, dos Reis PS, Souza AS, dos Santos WNL. Box-Behnken Design: An Alternative for the Optimization of Analytical Methods. *Analytica Chimica Acta*. 2007;597(2):179–86. doi: 10.1016/j.aca.2007.07.011
- [118] Attia UM. Cold-Isostatic Pressing of Metal Powders: A Review of the Technology and Recent Developments. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*. 2021;46(6):587–610. doi: 10.1080/10408436.2021.1886043
- [119] Dong J, Ju L, Jiang Q, Geng G. Projection-Angle-Sensor-Assisted X-ray Computed Tomography for Cylindrical Lithium-Ion Batteries. *Sensors*. 2024;24(4):1102. doi: 10.3390/s24041102
- [120] Excillum. <https://www.excillum.com/>. Pristupljeno: 15. lipnja 2026.
- [121] International Organization for Standardization. ISO 6507-1:2023: *Metallic Materials - Vickers Hardness Test - Part 1: Test Method*. Geneva, Switzerland; 2023.

- [122] Rodinger T, Ćorić D, Alar Ž. The Influence of Foaming Agents on Aluminium Foam Cell Morphology. *Metals*. 2023;13(6):1146. doi: 10.3390/met13061146
- [123] Volume Graphics. VGSTUDIO MAX 2022.4 Reference Manual. Germany; 2022.

PRILOZI

Prilog 1: Mase, gustoće i poroznosti uzoraka za tlačna ispitivanja

Prilog 2: Dijagrami ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja 1 °C/s

Prilog 3: Dijagrami ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja 2 °C/s

Prilog 4: Maksimalni stupanj ekspanzije i temperatura maksimalne ekspanzije prekursora

Prilog 5: Rekonstruirani modeli skeniranih uzoraka i njihovi trodimenzionalni presjeci

Prilog 6: Ovisnost sferičnosti i ekvivalentnog promjera ćelija CT skeniranih uzoraka

Prilog 7: Ovisnost kompaktnosti i volumena ćelija CT skeniranih uzoraka

Prilog 8: Karakteristična tlačna svojstva

Prilog 9: Dijagrami naprezanje – deformacija

Prilog 10: Količina apsorbirane energije i učinkovitost apsorpcije

Prilog 11: Dijagrami apsorbirana energija – deformacija

Prilog 1: Mase, gustoće i poroznosti uzoraka za tlačna ispitivanja**Tablica P1.1** Masa uzoraka za tlačna ispitivanja

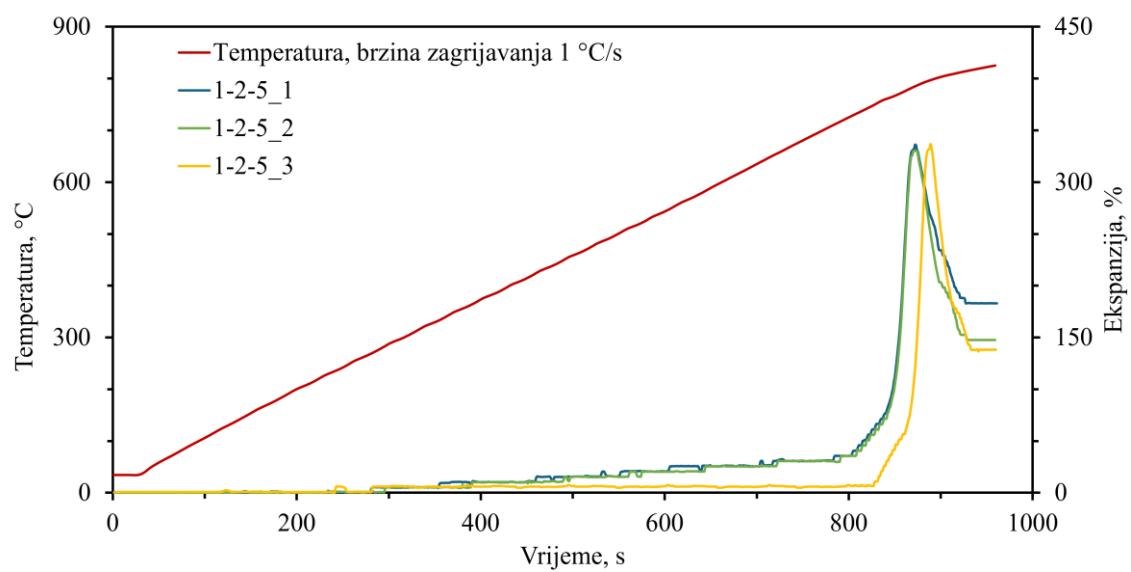
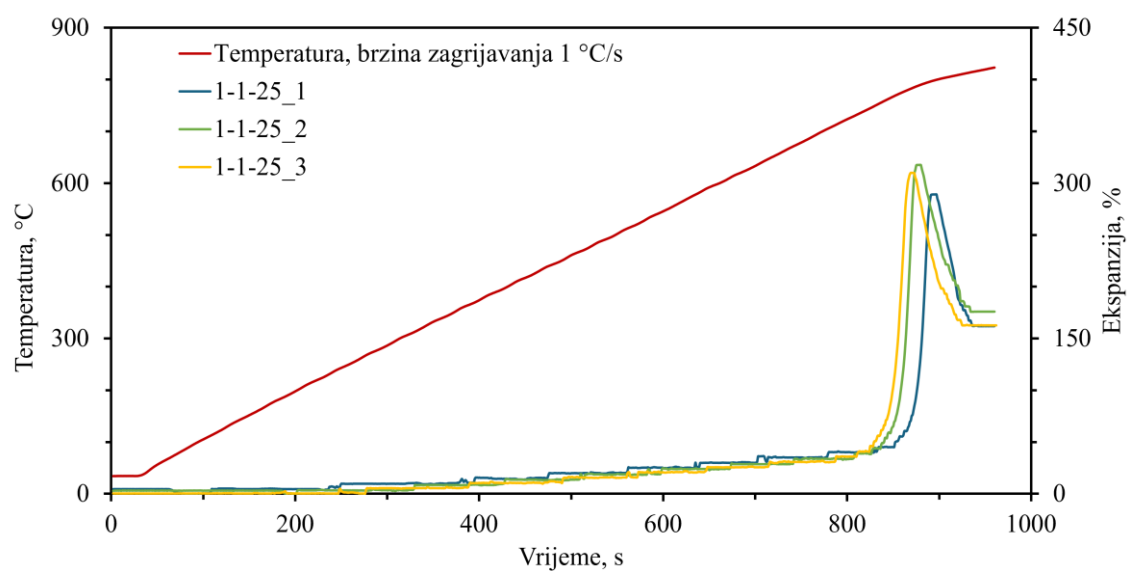
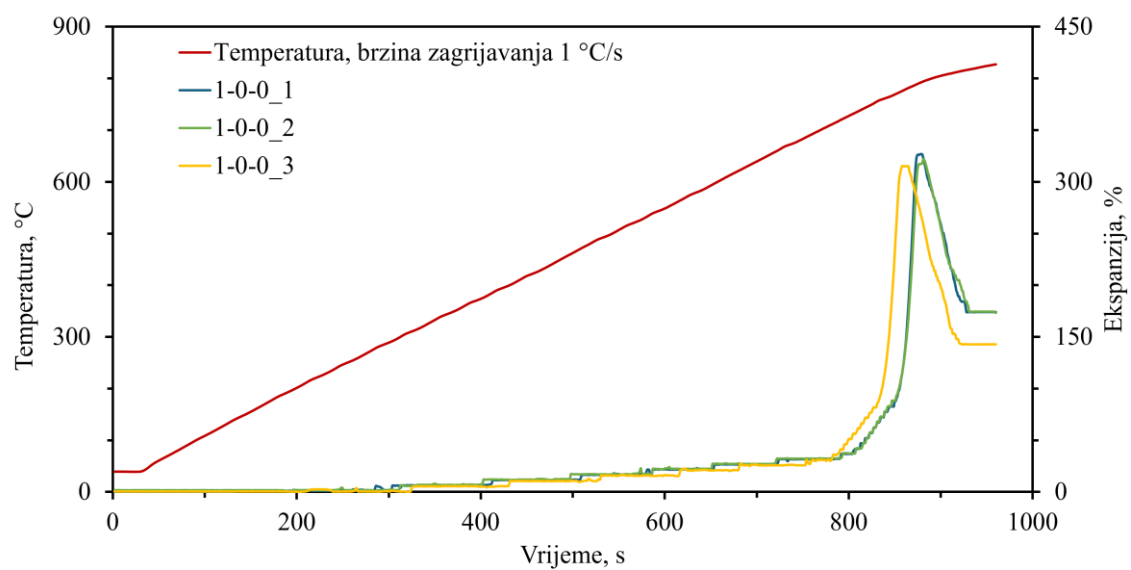
Stanje pokusa	Masa uzoraka, g					Prosječna masa, g
	1	2	3	4	5	
1-1-25	14,60	14,55	15,35	14,55	15,45	14,90 ± 0,41
1-2-5	15,55	14,95	14,60	15,40	14,75	15,05 ± 0,37
1-2-45	15,00	15,15	14,95	14,75	14,95	14,96 ± 0,13
1-3-25	15,35	15,05	14,65	15,20	15,15	15,08 ± 0,24
2-1-5	15,00	14,85	15,15	15,25	15,05	15,06 ± 0,14
2-1-45	15,10	15,50	14,30	15,35	14,50	14,95 ± 0,47
2-2-25-1	14,90	15,40	15,50	15,45	14,60	15,17 ± 0,36
2-2-25-2	15,15	14,75	15,20	15,30	15,60	15,20 ± 0,27
2-2-25-3	14,95	15,10	14,65	15,25	14,85	14,96 ± 0,21
2-3-5	14,30	15,90	15,65	16,05	15,15	15,41 ± 0,63
2-3-45	14,85	15,65	14,35	14,90	14,80	14,91 ± 0,42
3-1-25	15,25	14,80	14,85	14,80	15,30	15,00 ± 0,23
3-2-5	14,50	15,35	14,75	15,40	15,65	15,13 ± 0,43
3-2-45	15,35	15,50	15,00	15,60	15,05	15,30 ± 0,24
3-3-25	15,65	16,05	15,10	15,80	15,50	15,62 ± 0,32
1-0-0	14,75	14,65	15,05	14,50	14,30	14,65 ± 0,25
2-0-0	15,05	14,85	15,15	15,70	14,40	15,03 ± 0,42
3-0-0	15,35	14,20	14,90	15,35	15,15	14,99 ± 0,43

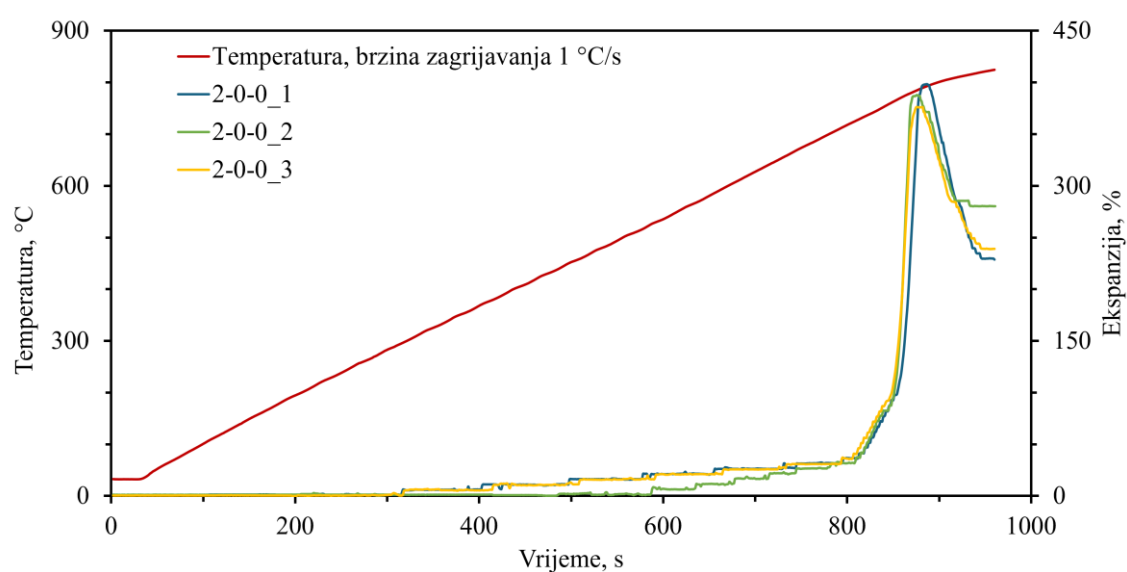
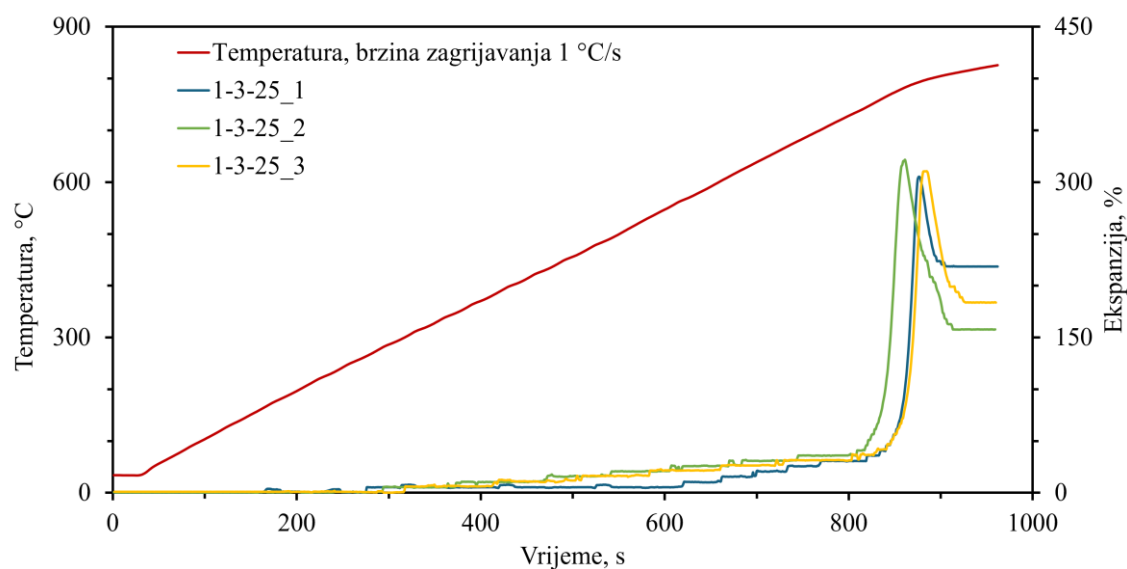
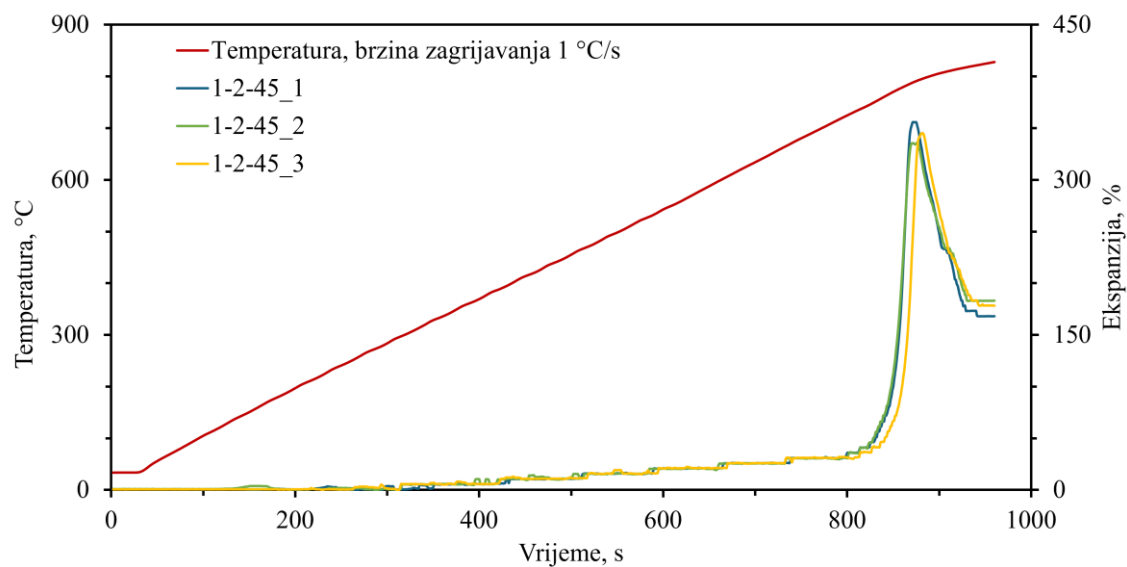
Tablica P1.2 Gustoća uzoraka za tlačna ispitivanja

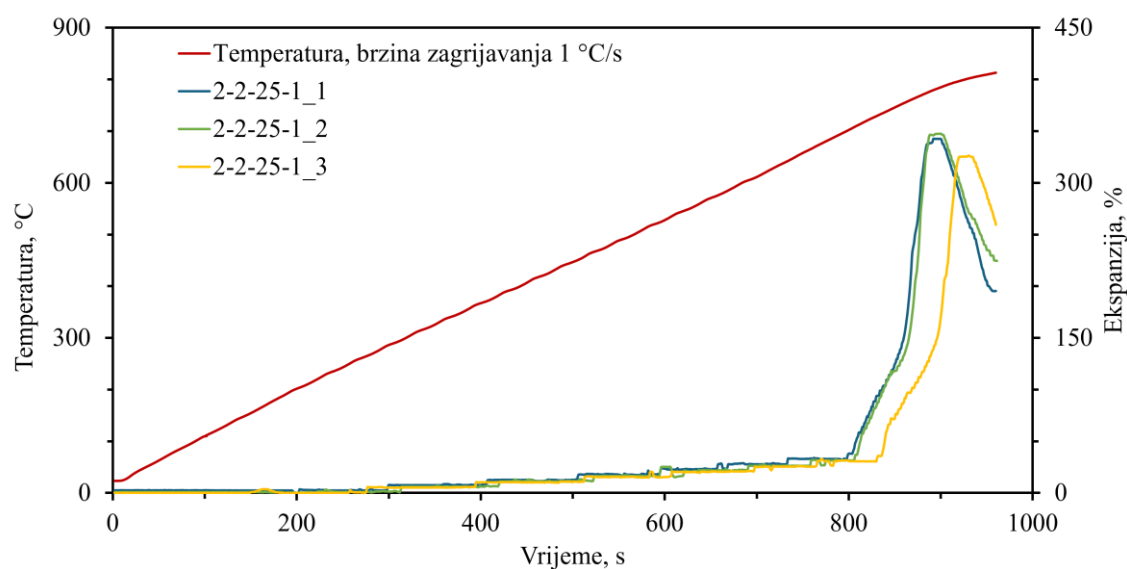
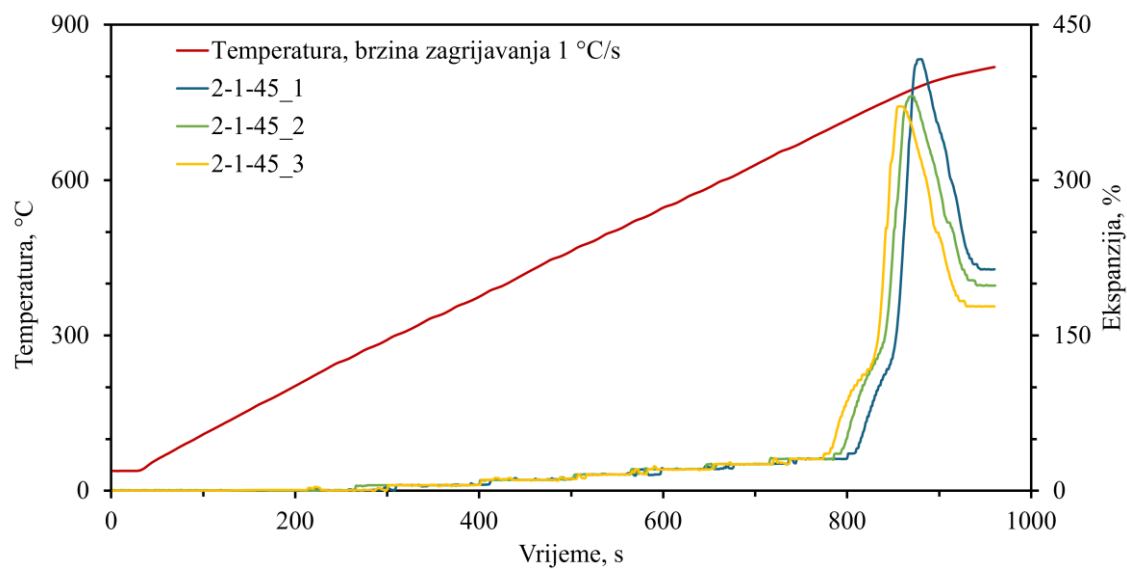
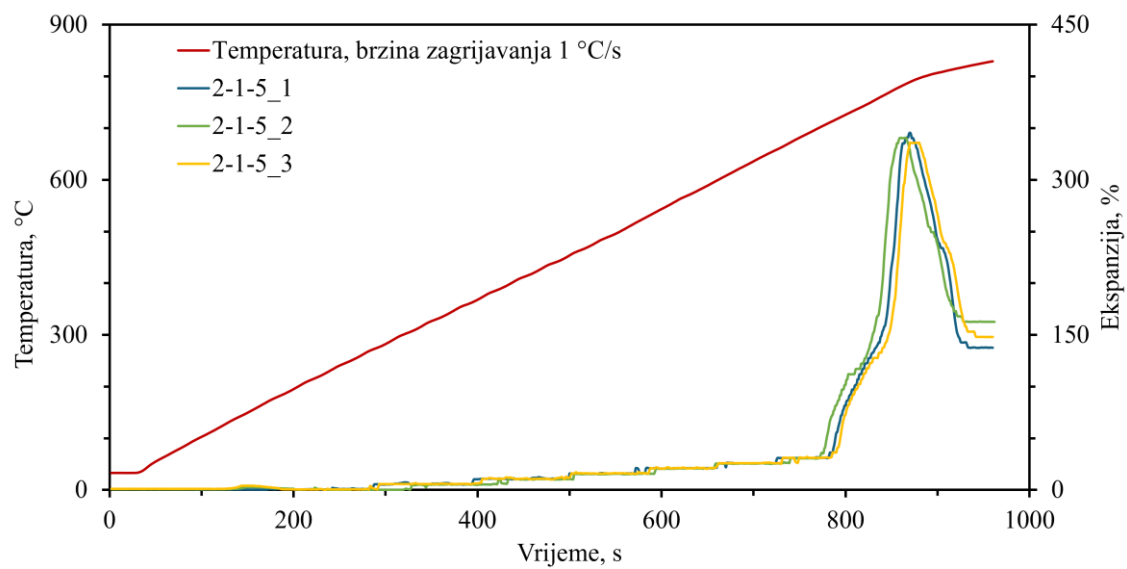
Stanje pokusa	Gustoća uzoraka, g/cm ³					Prosječna gustoća, g/cm ³
	1	2	3	4	5	
1-1-25	0,55	0,55	0,58	0,55	0,58	0,56 ± 0,02
1-2-5	0,58	0,56	0,55	0,58	0,55	0,57 ± 0,01
1-2-45	0,56	0,57	0,56	0,55	0,56	0,56 ± 0,00
1-3-25	0,58	0,57	0,55	0,57	0,57	0,57 ± 0,01
2-1-5	0,56	0,56	0,57	0,57	0,57	0,57 ± 0,01
2-1-45	0,57	0,58	0,54	0,58	0,55	0,56 ± 0,02
2-2-25-1	0,56	0,58	0,58	0,58	0,55	0,57 ± 0,01
2-2-25-2	0,57	0,55	0,57	0,58	0,59	0,57 ± 0,01
2-2-25-3	0,56	0,57	0,55	0,57	0,56	0,56 ± 0,01
2-3-5	0,54	0,60	0,59	0,60	0,57	0,58 ± 0,02
2-3-45	0,56	0,59	0,54	0,56	0,56	0,56 ± 0,02
3-1-25	0,57	0,56	0,56	0,56	0,58	0,56 ± 0,01
3-2-5	0,55	0,58	0,55	0,58	0,59	0,57 ± 0,02
3-2-45	0,58	0,58	0,56	0,59	0,57	0,58 ± 0,01
3-3-25	0,59	0,60	0,57	0,59	0,58	0,59 ± 0,01
1-0-0	0,55	0,55	0,57	0,55	0,54	0,55 ± 0,01
2-0-0	0,57	0,56	0,57	0,59	0,54	0,57 ± 0,02
3-0-0	0,58	0,53	0,56	0,58	0,57	0,56 ± 0,02

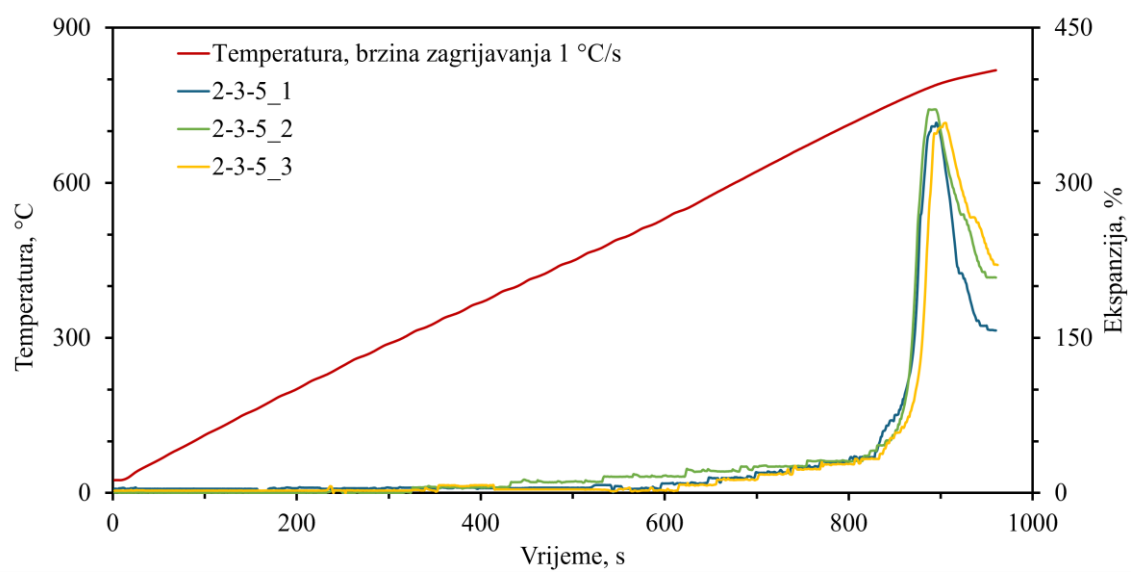
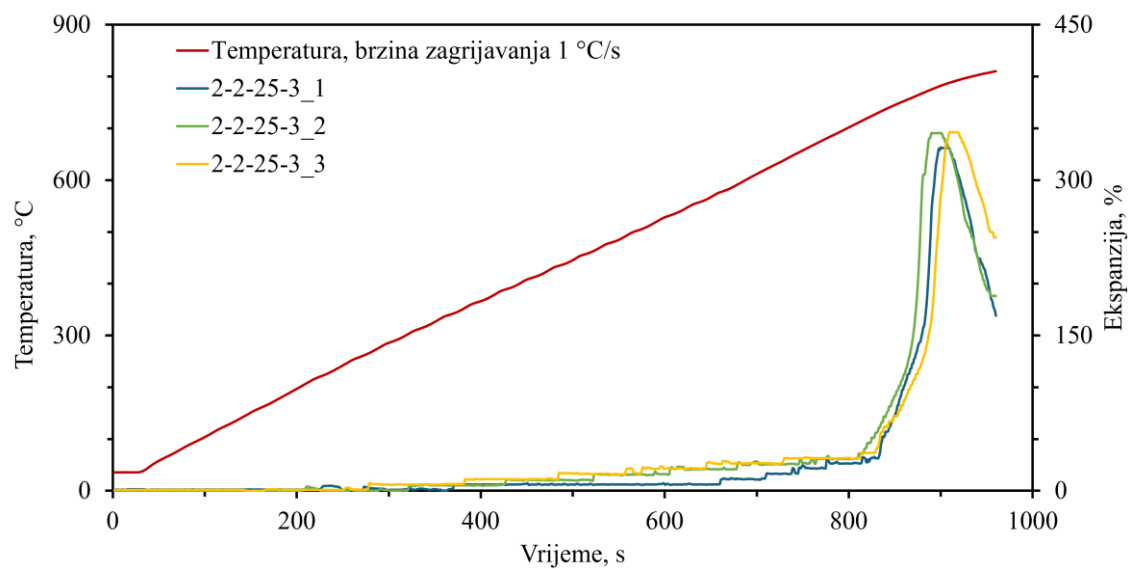
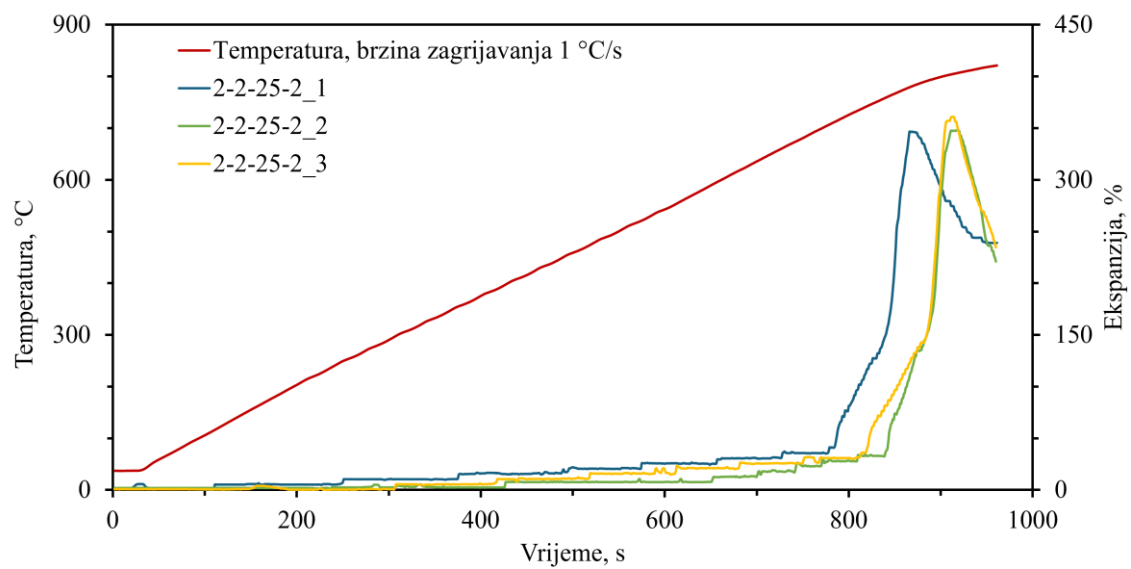
Tablica P1.3 Poroznost uzoraka za tlačna ispitivanja

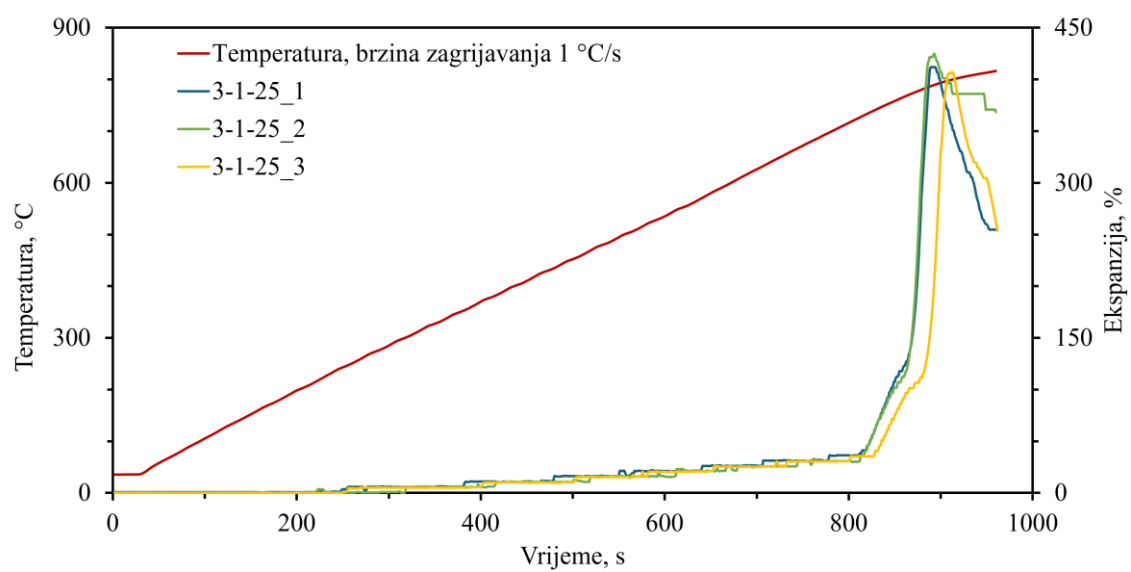
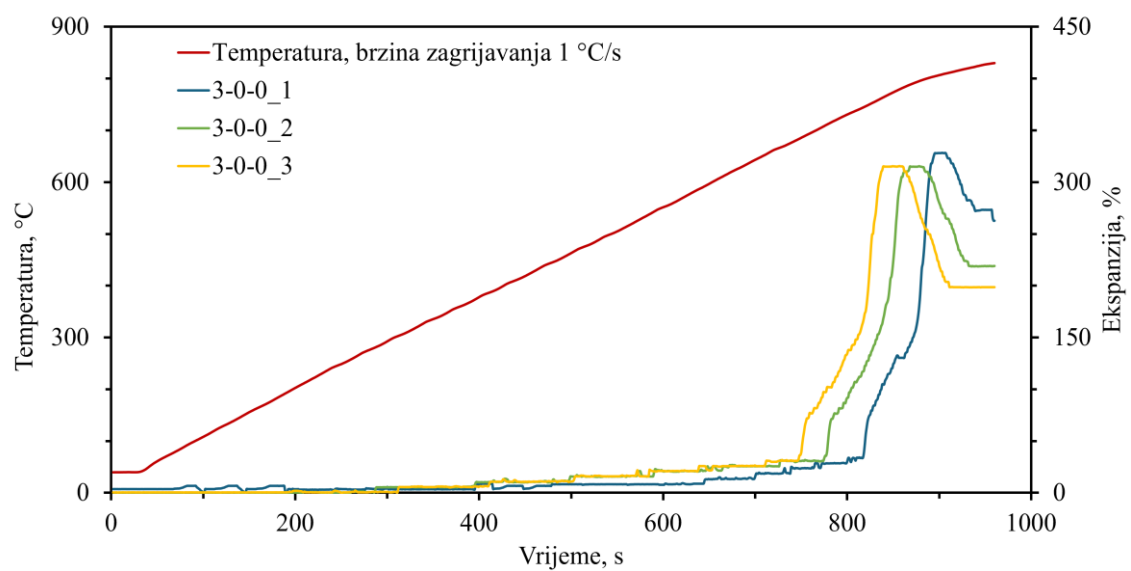
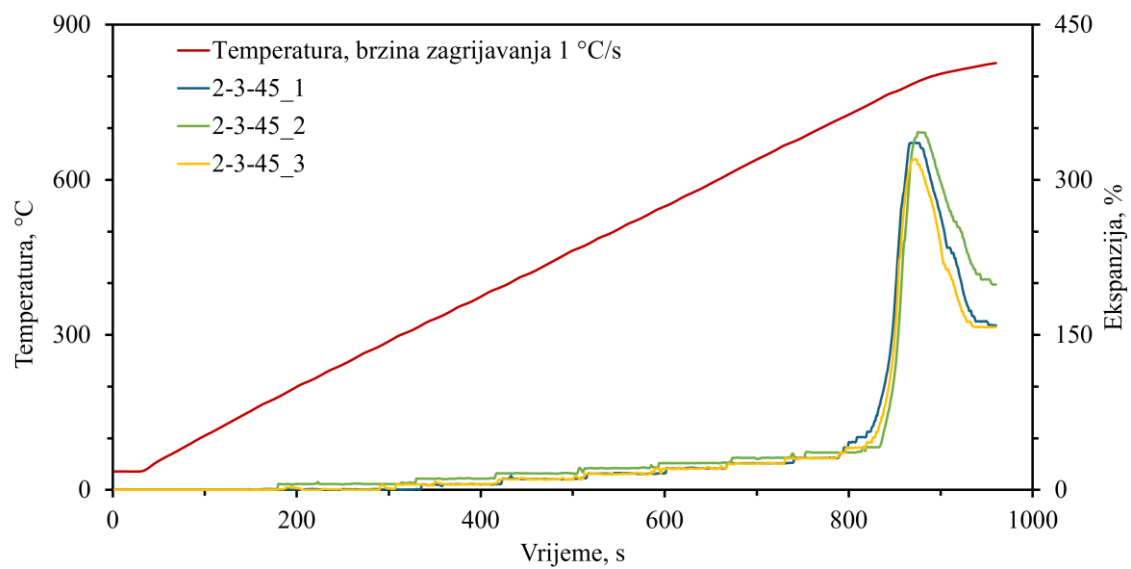
Stanje pokusa	Poroznost uzoraka, %					Prosječna poroznost, %
	1	2	3	4	5	
1-1-25	79,66	79,73	78,62	79,73	78,48	79,24 ± 0,57
1-2-5	78,34	79,17	79,66	78,55	79,45	79,04 ± 0,51
1-2-45	79,10	78,90	79,17	79,45	79,17	79,16 ± 0,18
1-3-25	78,62	79,04	79,59	78,83	78,90	78,99 ± 0,33
2-1-5	79,10	79,31	78,90	78,76	79,04	79,02 ± 0,19
2-1-45	78,97	78,41	80,08	78,62	79,80	79,17 ± 0,66
2-2-25-1	79,24	78,55	78,41	78,48	79,66	78,87 ± 0,50
2-2-25-2	78,90	79,45	78,83	78,69	78,27	78,83 ± 0,38
2-2-25-3	79,17	78,97	79,59	78,76	79,31	79,16 ± 0,29
2-3-5	80,08	77,85	78,20	77,64	78,90	78,53 ± 0,88
2-3-45	79,31	78,20	80,01	79,24	79,38	79,23 ± 0,58
3-1-25	78,76	79,38	79,31	79,38	78,69	79,10 ± 0,31
3-2-5	79,80	78,62	79,45	78,55	78,20	78,92 ± 0,60
3-2-45	78,62	78,41	79,10	78,27	79,04	78,69 ± 0,33
3-3-25	78,20	77,62	78,97	77,99	78,41	78,24 ± 0,44
1-0-0	79,45	79,59	79,04	79,80	80,08	79,59 ± 0,35
2-0-0	79,04	79,31	78,90	78,13	79,94	79,06 ± 0,59
3-0-0	78,62	80,22	79,24	78,62	78,90	79,12 ± 0,60

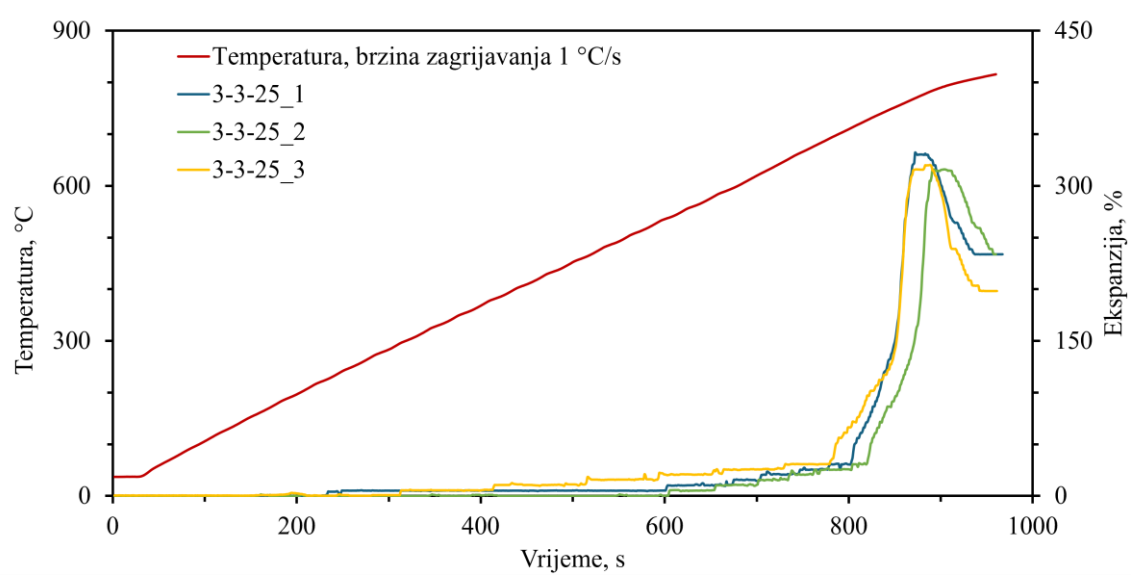
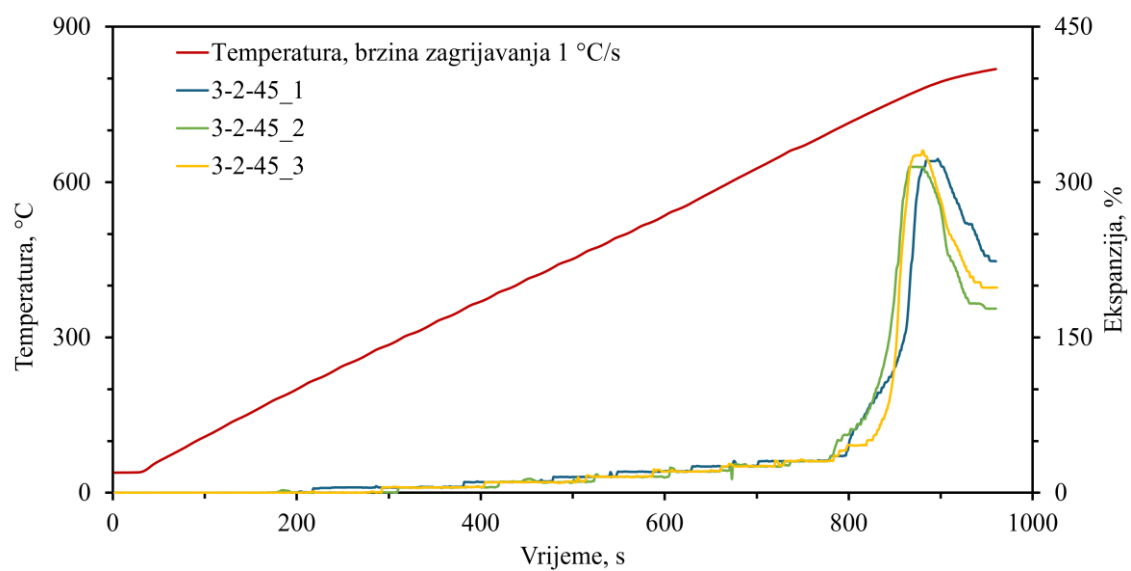
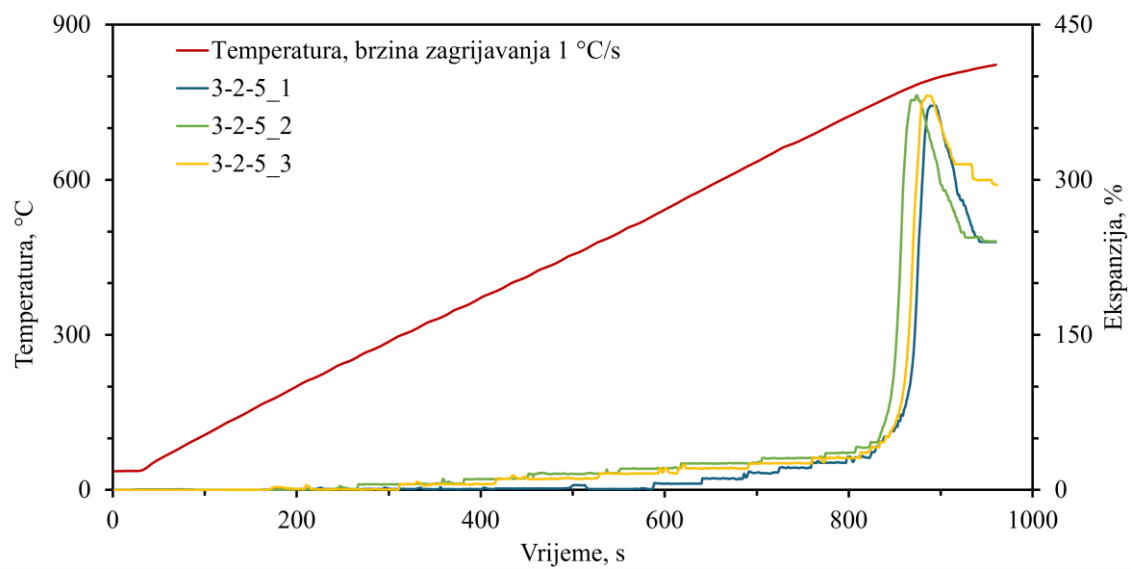
Prilog 2: Dijagrami ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja 1 °C/s

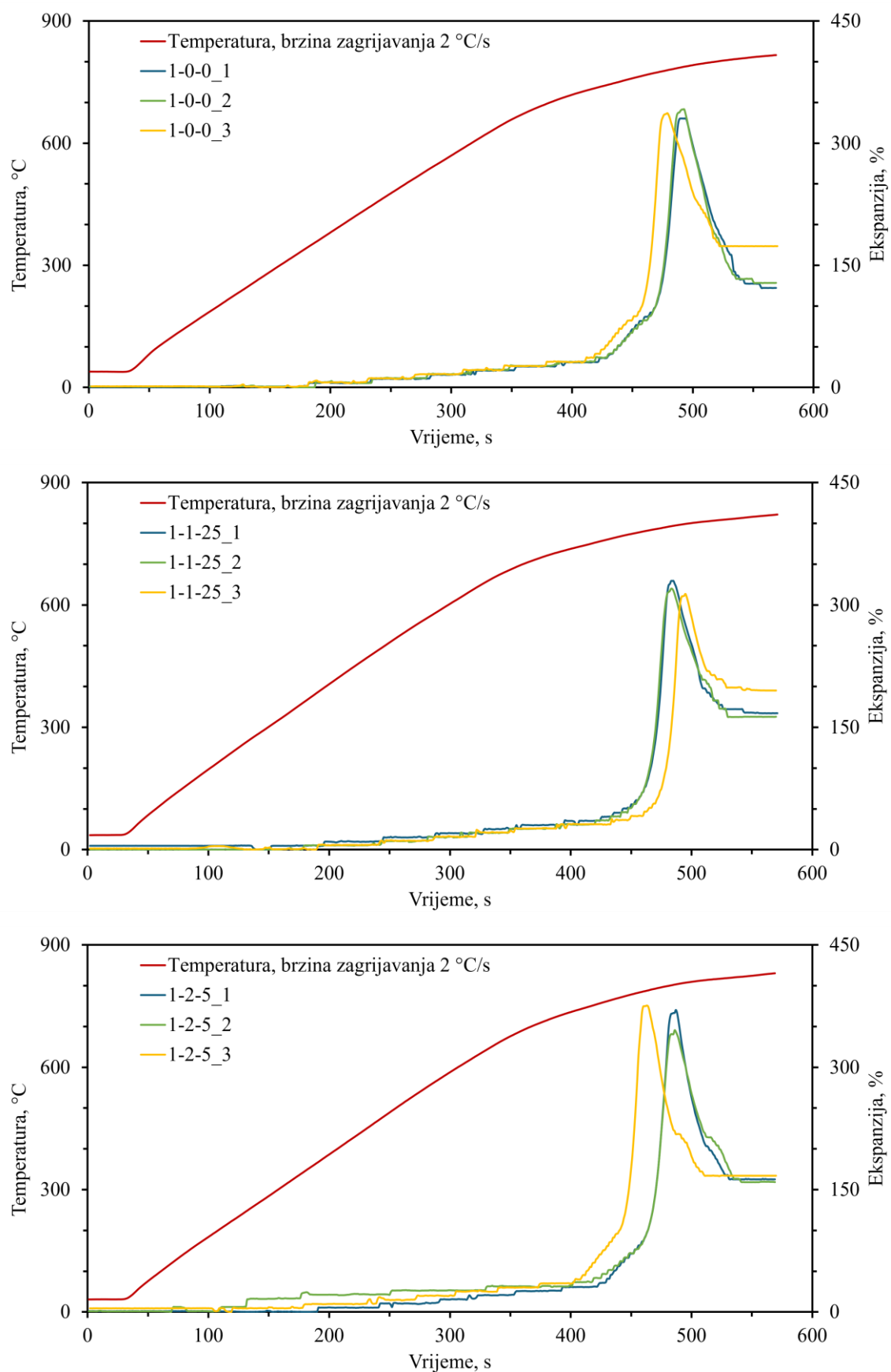


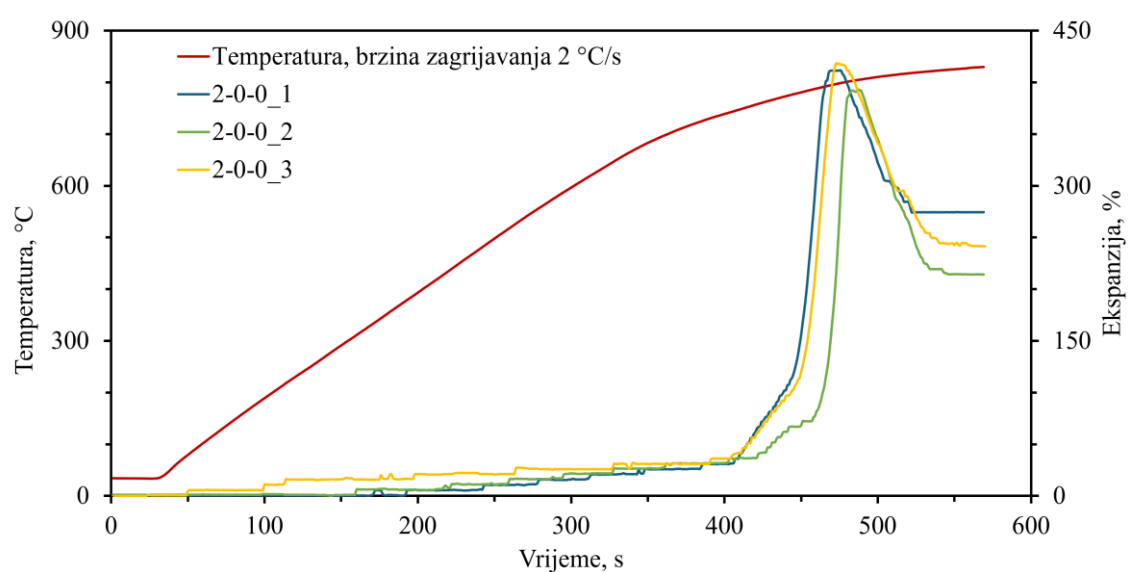
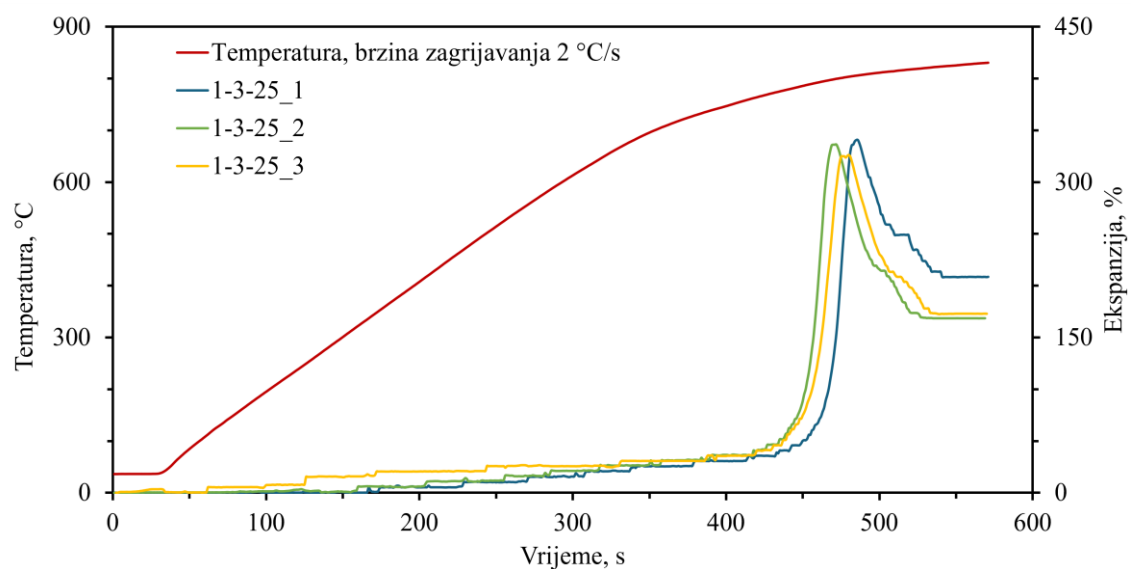
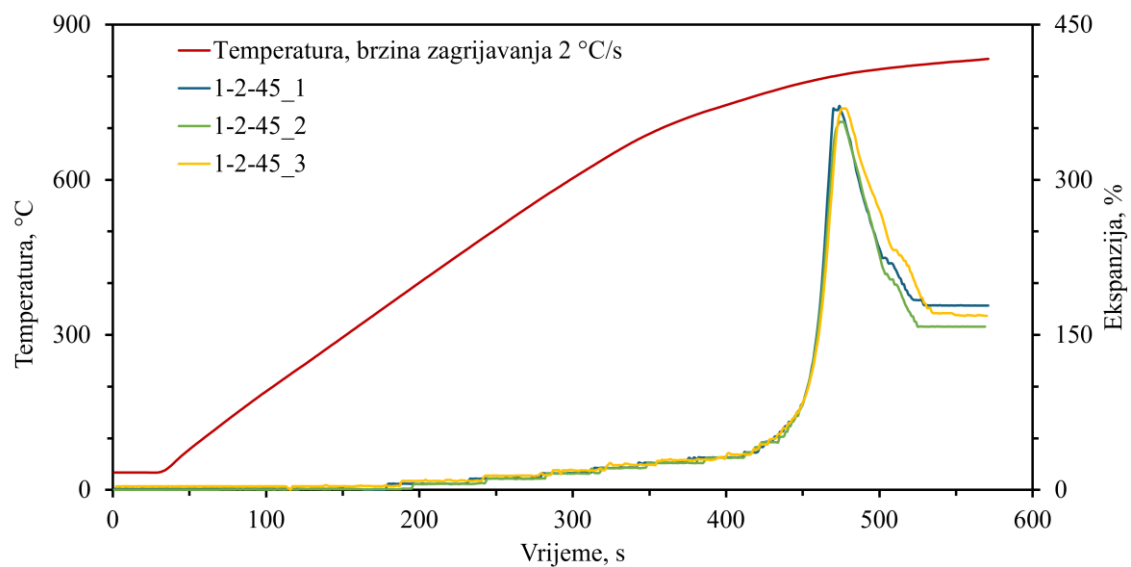


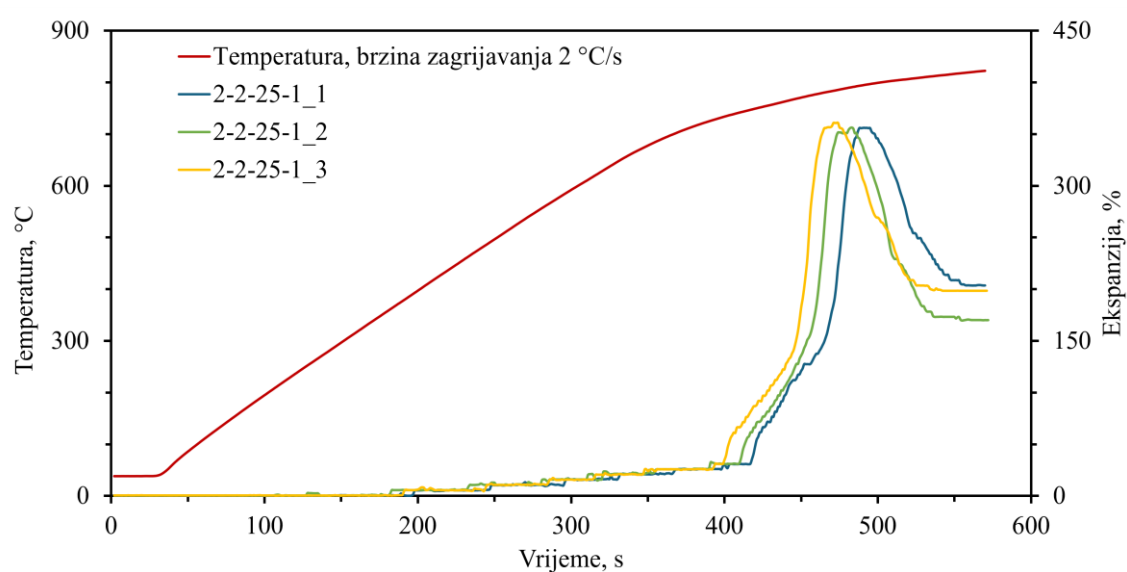
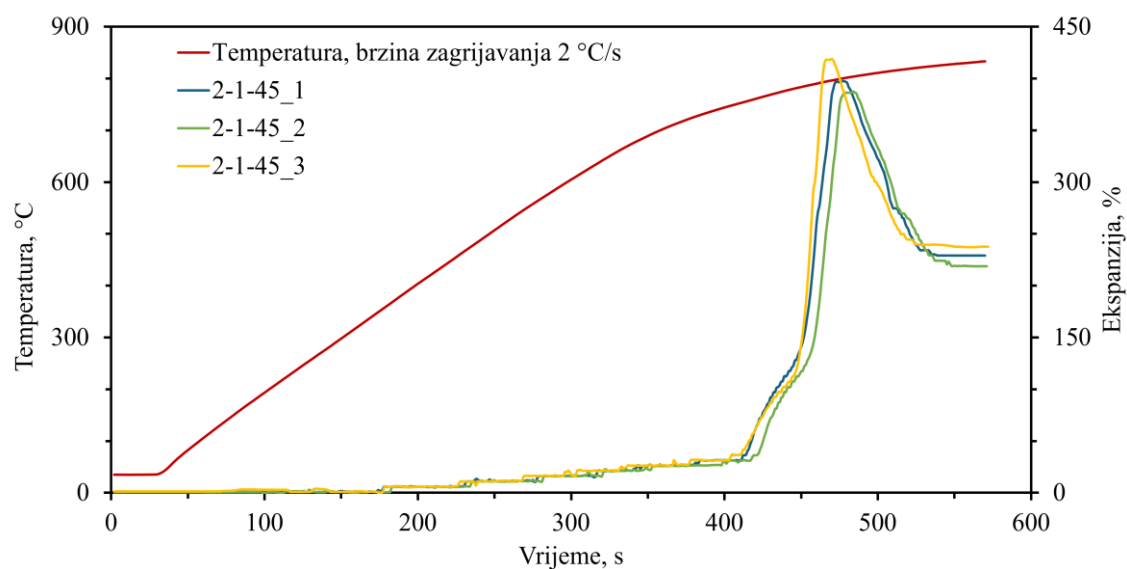
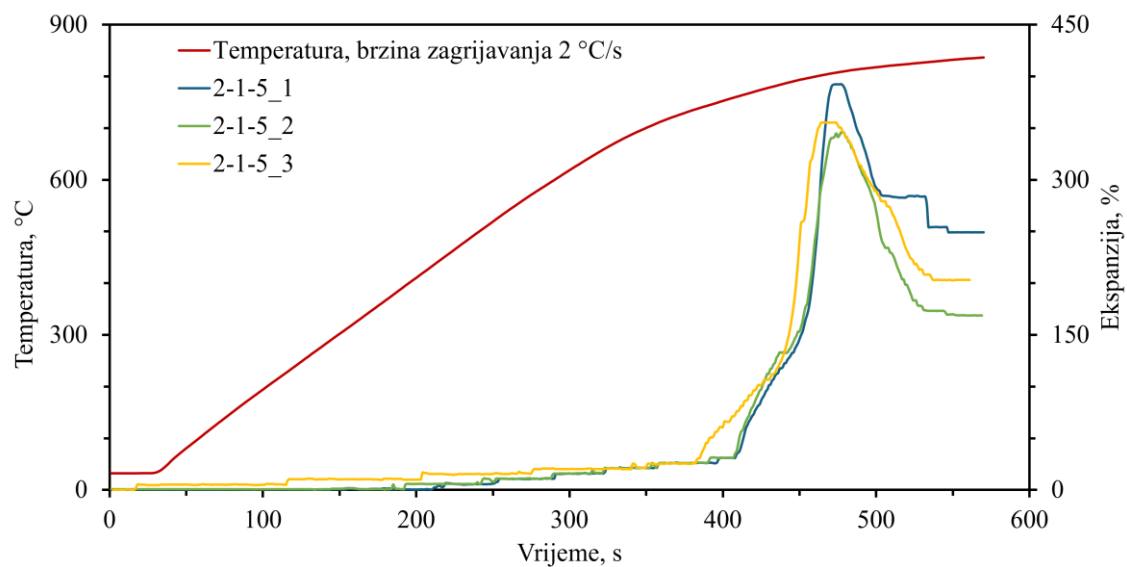


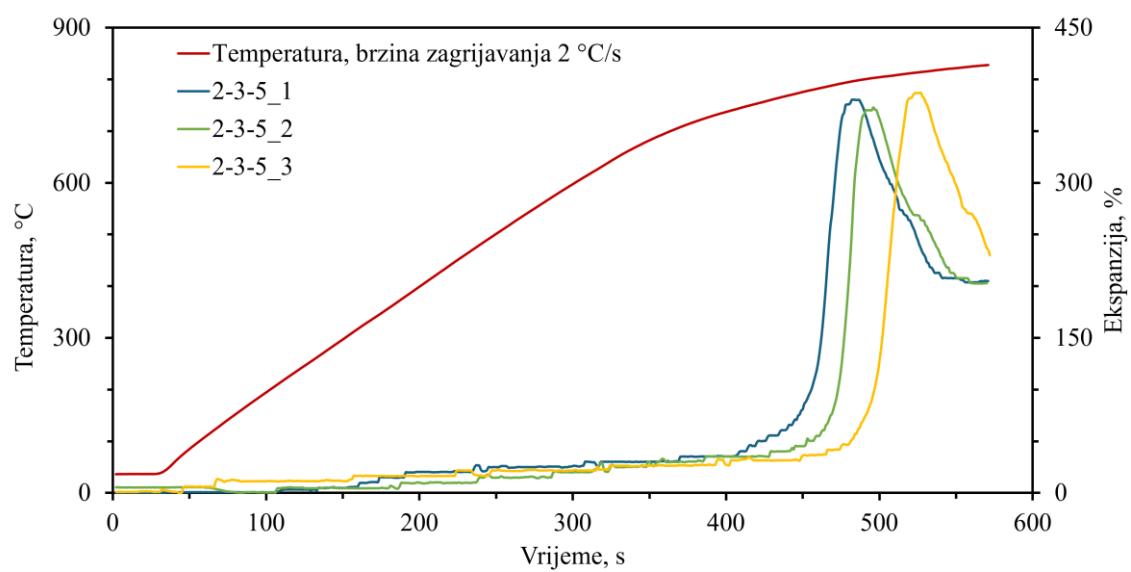
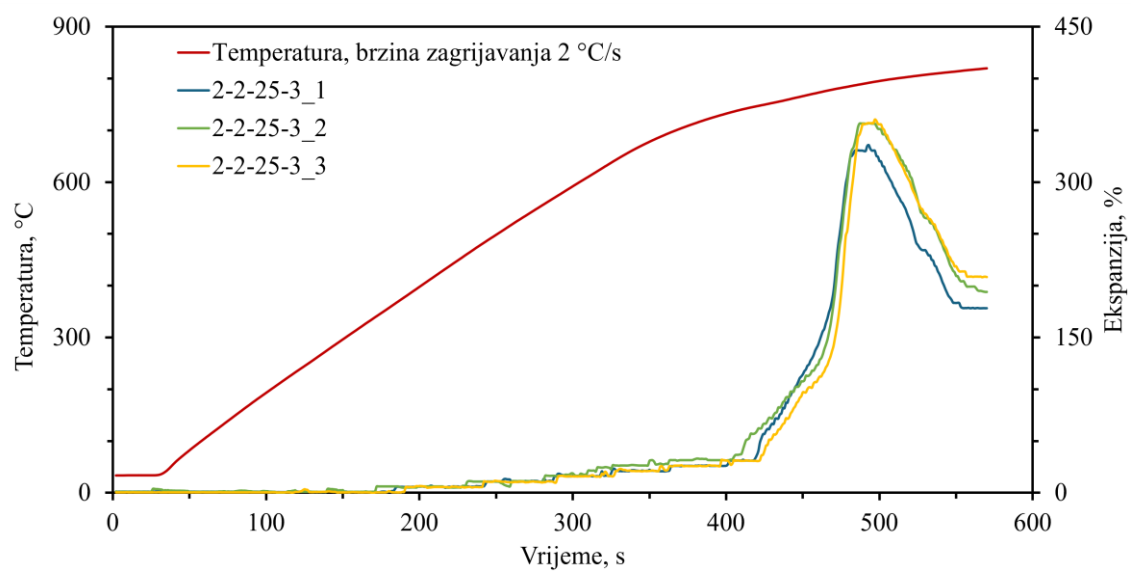
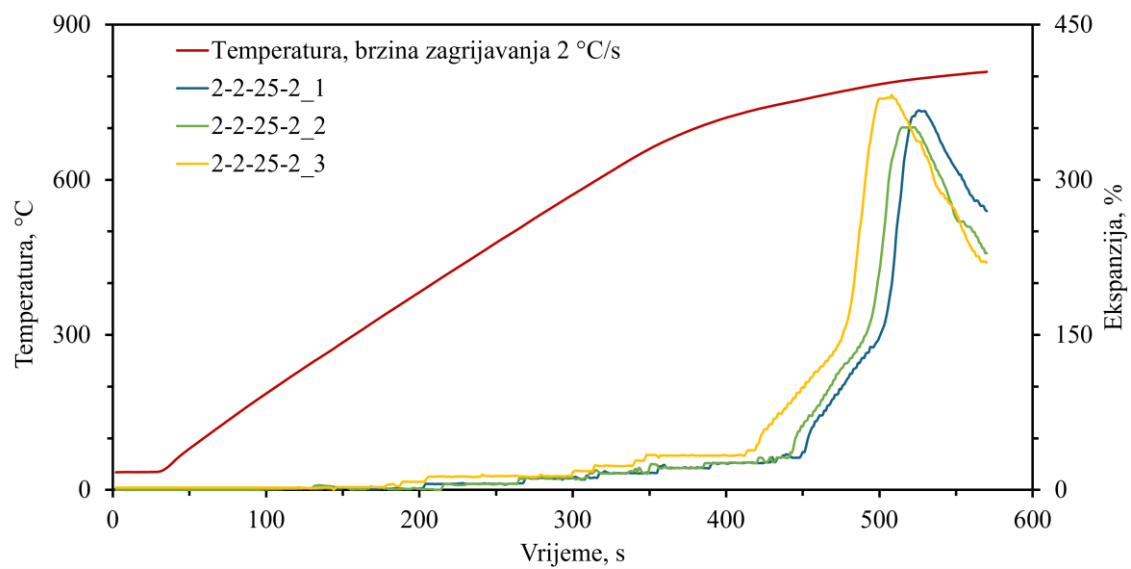


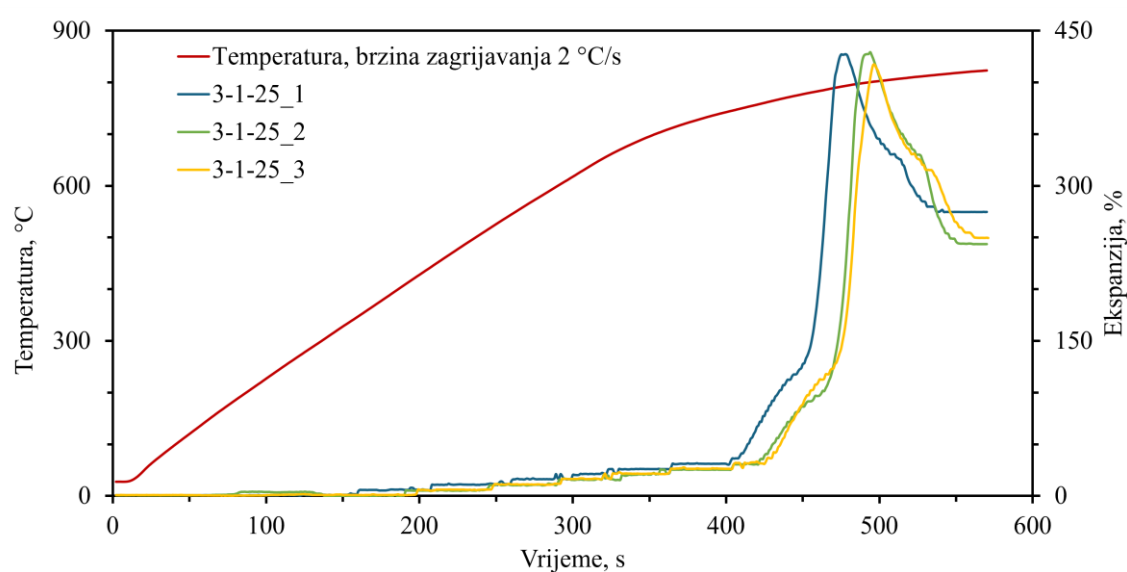
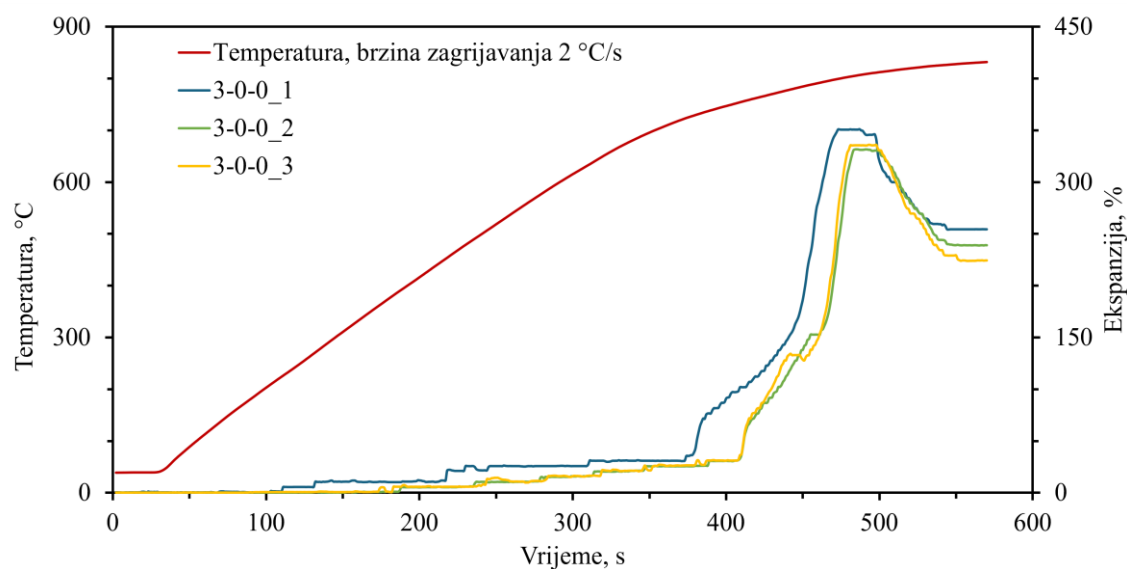
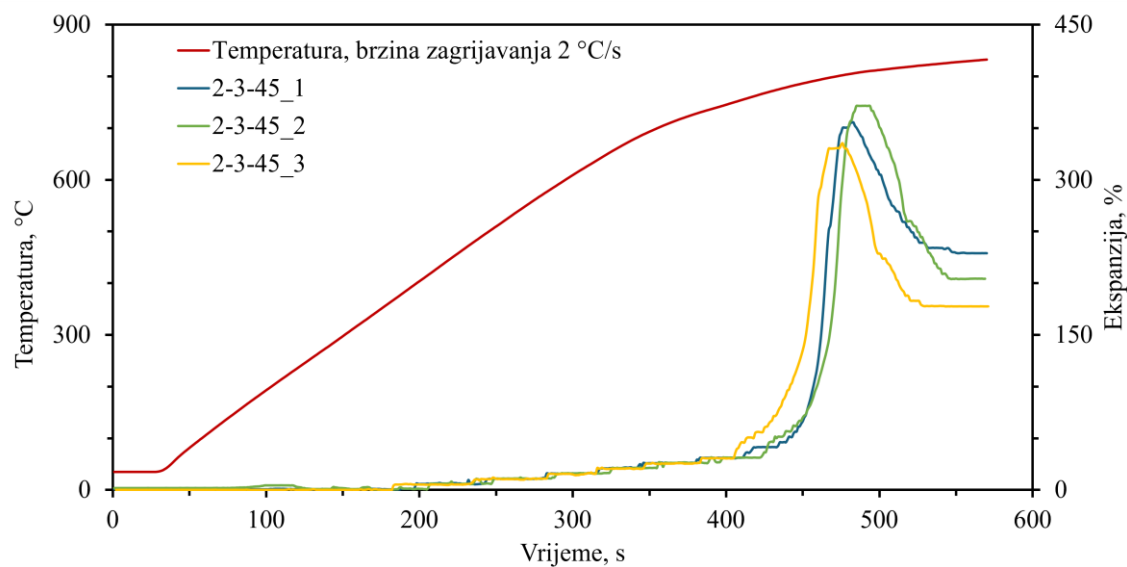


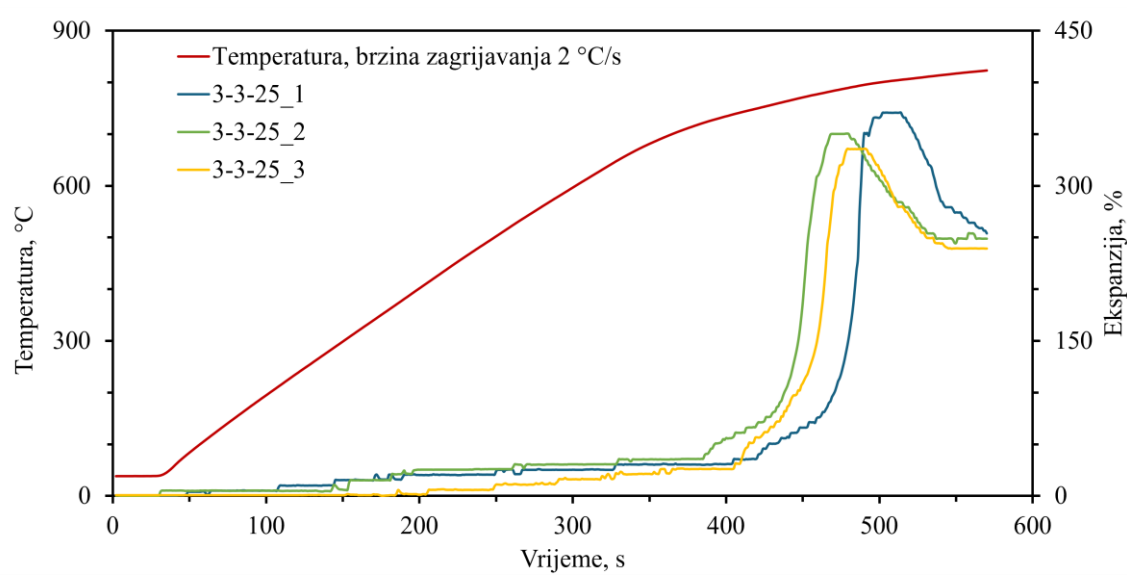
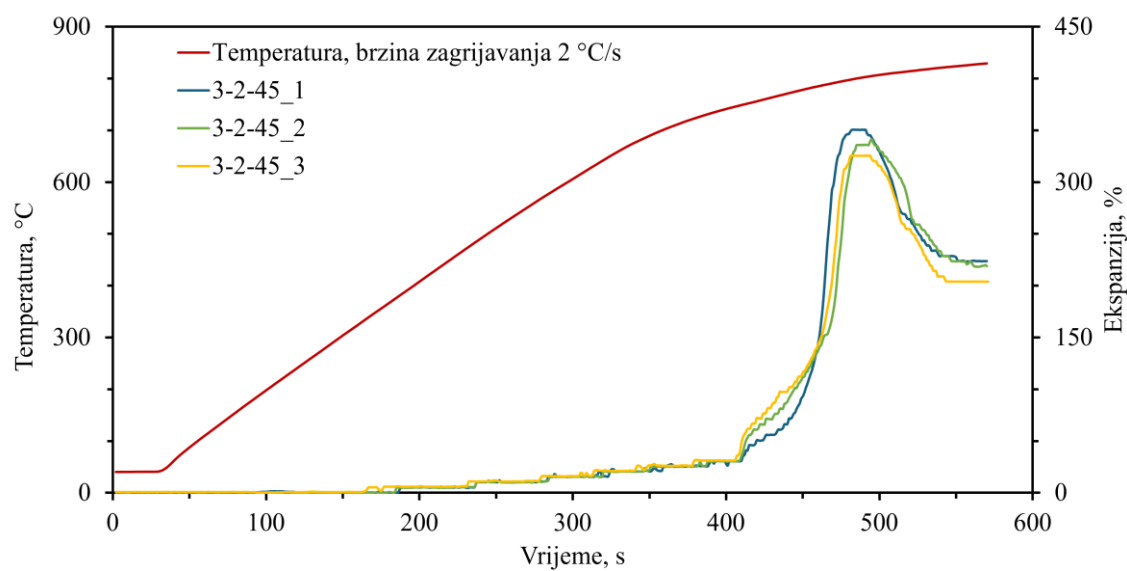
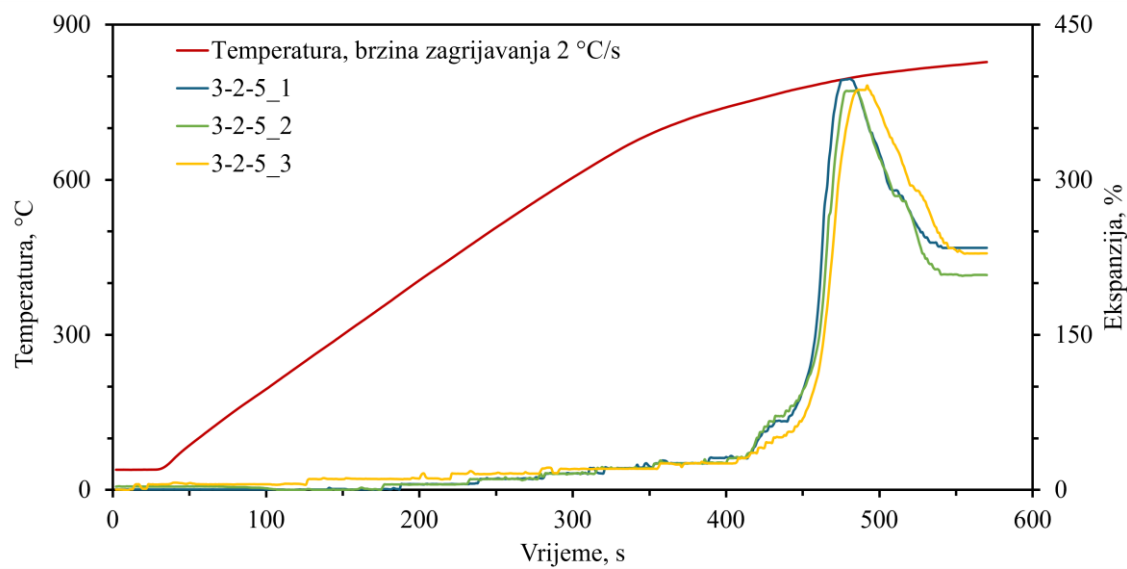
Prilog 3: Dijagrami ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja 2 °C/s











Prilog 4: Maksimalni stupanj ekspanzije i temperatura maksimalne ekspanzije prekursora

Tablica P4.1 Maksimalni stupanj ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja 1 °C/s

Stanje pokusa	Maksimalni stupanj ekspanzije, %			Prosječni maksimalni stupanj ekspanzije, %
	1	2	3	
1-1-25	289,1	317,7	309,9	305,6 ± 12,1
1-2-5	336,0	330,2	336,6	334,3 ± 2,9
1-2-45	355,8	335,7	345,2	345,5 ± 8,2
1-3-25	305,1	321,7	310,5	312,4 ± 6,9
2-1-5	345,6	340,5	335,8	340,7 ± 4,0
2-1-45	416,7	381,2	371,2	389,7 ± 19,5
2-2-25-1	342,6	347,5	326,2	338,8 ± 9,1
2-2-25-2	346,4	347,7	360,9	351,7 ± 6,5
2-2-25-3	331,4	345,4	346,3	341,0 ± 6,8
2-3-5	358,0	371,1	357,9	362,3 ± 6,2
2-3-45	335,6	345,7	319,9	333,7 ± 10,6
3-1-25	412,0	425,0	407,2	414,7 ± 7,5
3-2-5	371,7	381,6	381,2	378,2 ± 4,6
3-2-45	322,4	315,0	330,3	322,6 ± 6,3
3-3-25	332,2	316,0	320,2	322,8 ± 6,9
1-0-0	326,7	321,8	315,0	321,2 ± 4,8
2-0-0	398,1	387,9	376,2	387,4 ± 8,9
3-0-0	328,2	315,2	315,4	319,6 ± 6,0

Tablica P4.2 Maksimalni stupanj ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja 2 °C/s

Stanje pokusa	Maksimalni stupanj ekspanzije, %			Prosječni maksimalni stupanj ekspanzije, %
	1	2	3	
1-1-25	329,4	319,8	313,4	320,9 ± 6,6
1-2-5	370,2	345,5	375,7	363,8 ± 13,1
1-2-45	371,5	355,8	369,0	365,5 ± 6,9
1-3-25	340,7	336,3	326,3	334,4 ± 6,0
2-1-5	392,4	345,8	355,3	364,5 ± 20,1
2-1-45	397,7	387,6	418,9	401,4 ± 13,0
2-2-25-1	355,9	356,2	360,7	357,6 ± 2,2
2-2-25-2	367,1	350,8	382,1	366,7 ± 12,8
2-2-25-3	335,7	356,7	360,5	351,0 ± 10,9
2-3-5	380,5	372,8	386,8	380,0 ± 5,8
2-3-45	355,6	371,5	335,3	354,1 ± 14,8
3-1-25	427,2	429,3	417,1	424,5 ± 5,3
3-2-5	397,3	386,1	391,4	391,6 ± 4,6
3-2-45	350,5	341,3	325,4	339,1 ± 10,4
3-3-25	370,7	350,5	335,8	352,3 ± 14,3
1-0-0	330,5	341,5	336,8	336,3 ± 4,5
2-0-0	411,6	392,9	418,3	407,6 ± 10,5
3-0-0	351,1	331,5	336,1	339,6 ± 8,4

Tablica P4.3 Temperatura maksimalne ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja 1 °C/s

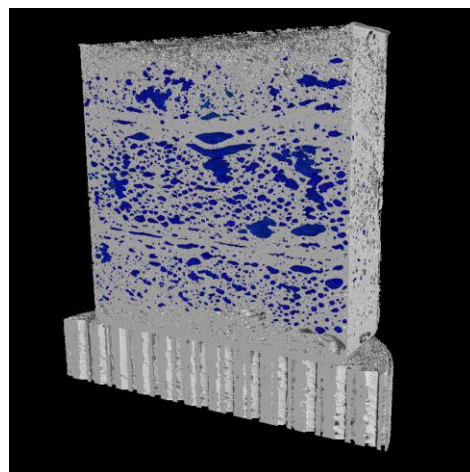
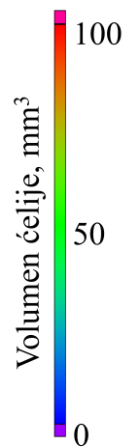
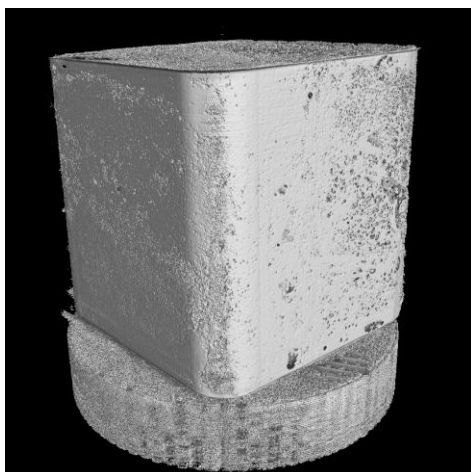
Stanje pokusa	Temperatura maksimalne ekspanzije, °C			Prosječna temperatura maksimalne ekspanzije, °C
	1	2	3	
1-1-25	787,9	787,4	788,5	787,9 ± 0,5
1-2-5	786,1	784,3	775,4	782,0 ± 4,7
1-2-45	788,0	789,6	789,1	788,9 ± 0,7
1-3-25	793,5	787,8	782,1	787,8 ± 4,6
2-1-5	788,9	788,1	786,4	787,8 ± 1,0
2-1-45	780,7	779,6	787,8	782,7 ± 3,6
2-2-25-1	779,3	781,5	780,5	780,4 ± 0,9
2-2-25-2	778,7	786,9	790,8	785,4 ± 5,0
2-2-25-3	781,9	780,0	773,7	778,5 ± 3,5
2-3-5	788,9	784,1	788,2	787,1 ± 2,1
2-3-45	783,8	784,3	788,8	785,6 ± 2,3
3-1-25	780,1	788,9	784,6	784,5 ± 3,6
3-2-5	785,6	784,0	791,6	787,1 ± 3,3
3-2-45	791,5	788,1	793,2	790,9 ± 2,1
3-3-25	787,8	791,9	794,7	791,5 ± 2,8
1-0-0	792,1	786,0	790,3	789,5 ± 2,6
2-0-0	792,4	786,7	784,6	787,9 ± 3,3
3-0-0	790,2	794,9	789,3	791,4 ± 2,4

Tablica P4.4 Temperatura maksimalne ekspanzije prekursora pri brzini zagrijavanja 2 °C/s

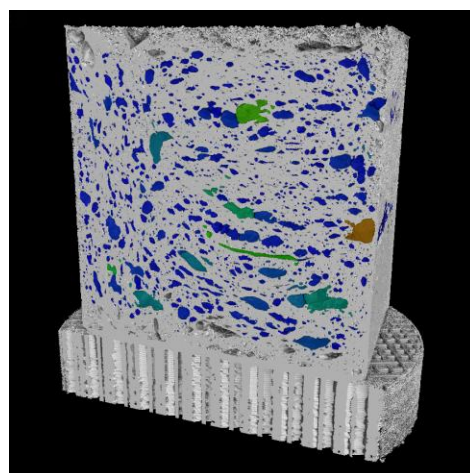
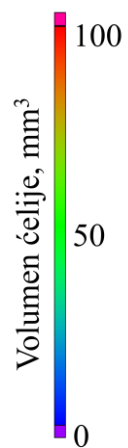
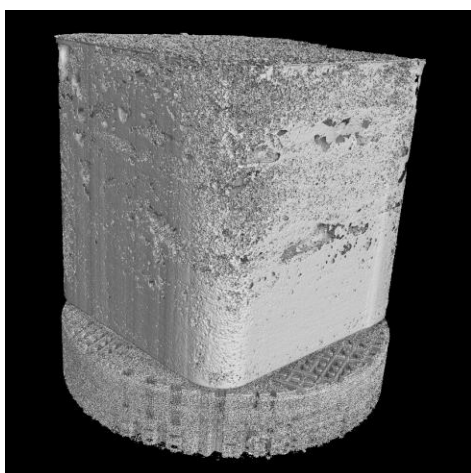
Stanje pokusa	Temperatura maksimalne ekspanzije, °C			Prosječna temperatura maksimalne ekspanzije, °C
	1	2	3	
1-1-25	794,0	795,9	803,0	797,6 ± 3,9
1-2-5	802,8	806,0	799,6	802,8 ± 2,6
1-2-45	802,5	801,9	788,3	797,6 ± 6,6
1-3-25	805,5	808,8	799,1	804,5 ± 4,0
2-1-5	809,0	803,3	796,0	802,8 ± 5,3
2-1-45	800,6	805,8	803,0	803,1 ± 2,1
2-2-25-1	795,0	800,6	805,2	800,3 ± 4,2
2-2-25-2	795,5	796,4	798,4	796,8 ± 1,2
2-2-25-3	791,4	790,0	791,0	790,8 ± 0,6
2-3-5	796,9	797,3	801,3	798,5 ± 2,0
2-3-45	805,7	802,6	807,1	805,1 ± 1,9
3-1-25	793,5	793,7	791,8	793,0 ± 0,8
3-2-5	796,1	794,7	796,4	795,8 ± 0,7
3-2-45	799,4	805,6	808,3	804,4 ± 3,7
3-3-25	801,6	800,4	807,8	803,3 ± 3,3
1-0-0	788,2	807,1	803,9	799,7 ± 8,3
2-0-0	798,3	811,5	804,1	804,6 ± 5,4
3-0-0	806,6	808,3	804,7	806,5 ± 1,5

Prilog 5: Rekonstruirani modeli skeniranih uzoraka i njihovi trodimenzionalni presjeci

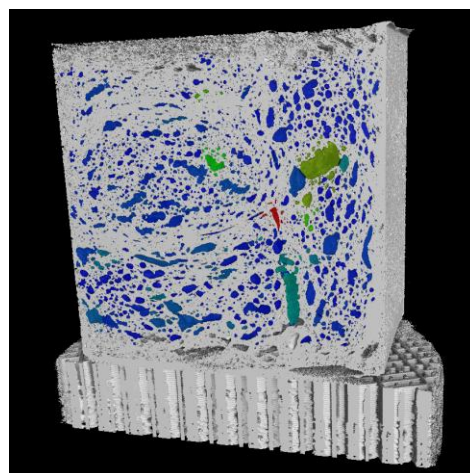
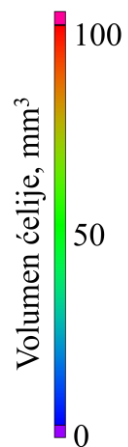
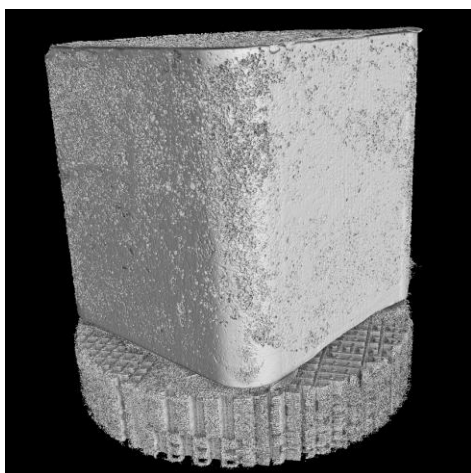
1-0-0



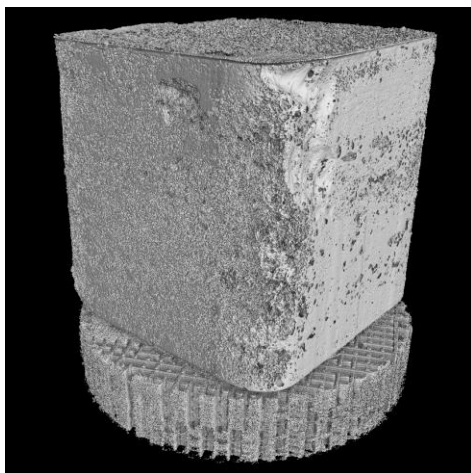
1-1-25



1-2-5



1-3-25

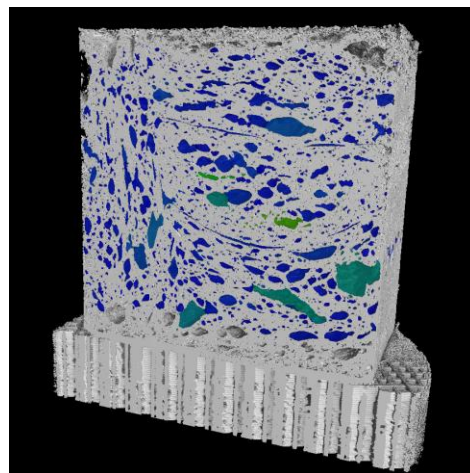


Volumen ćelije, mm³

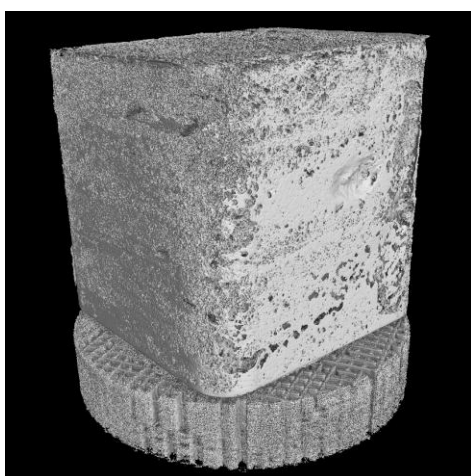
100

50

0



2-1-5

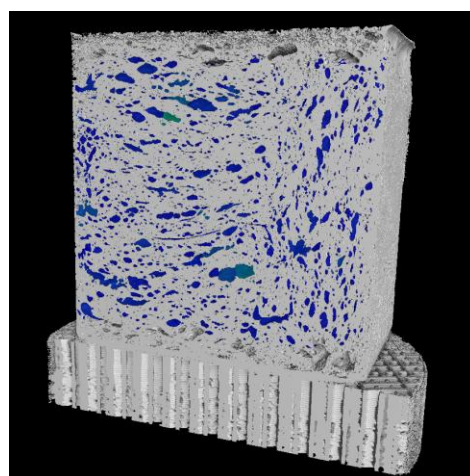


Volumen ćelije, mm³

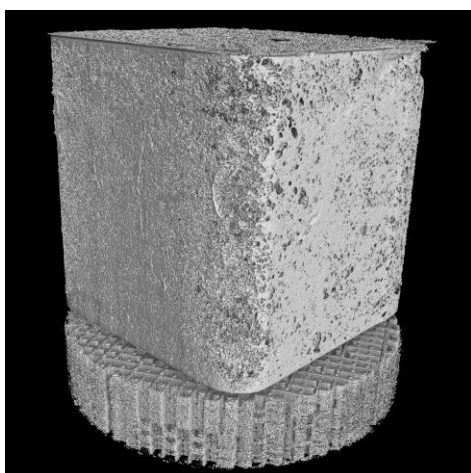
100

50

0



2-2-25

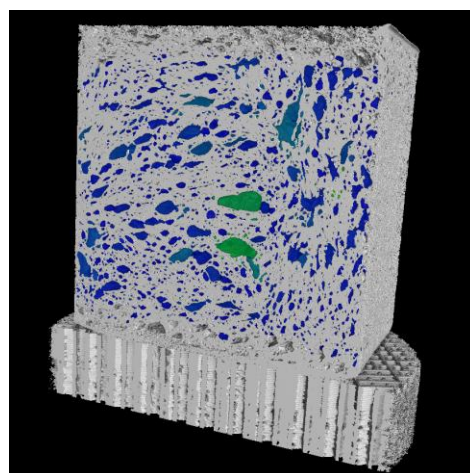


Volumen ćelije, mm³

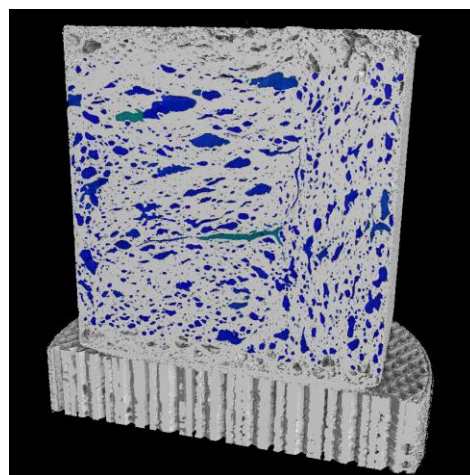
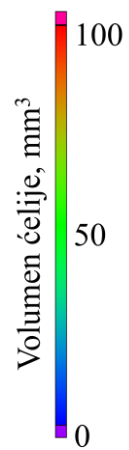
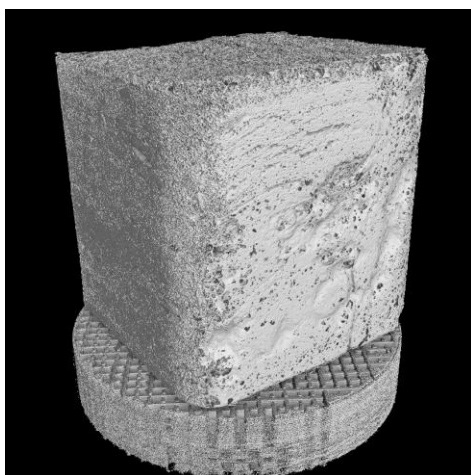
100

50

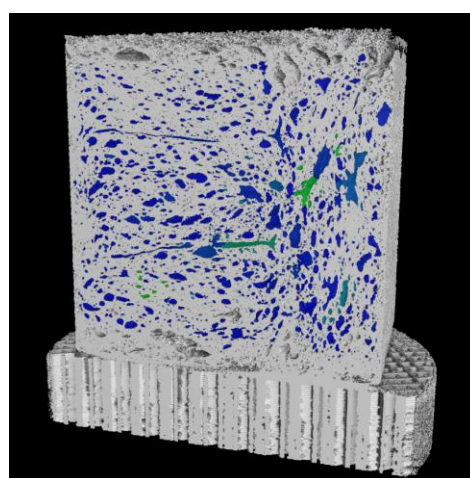
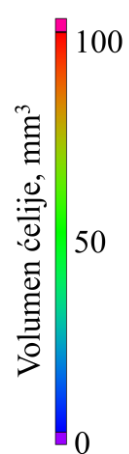
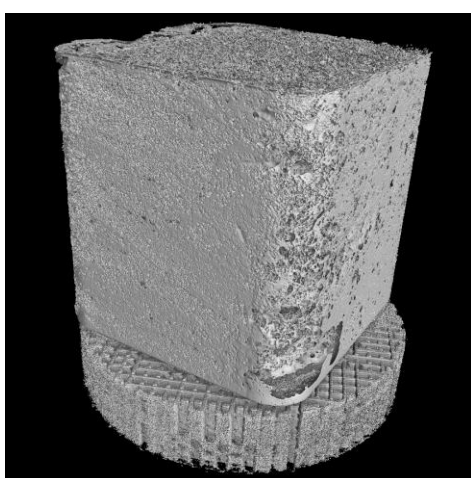
0

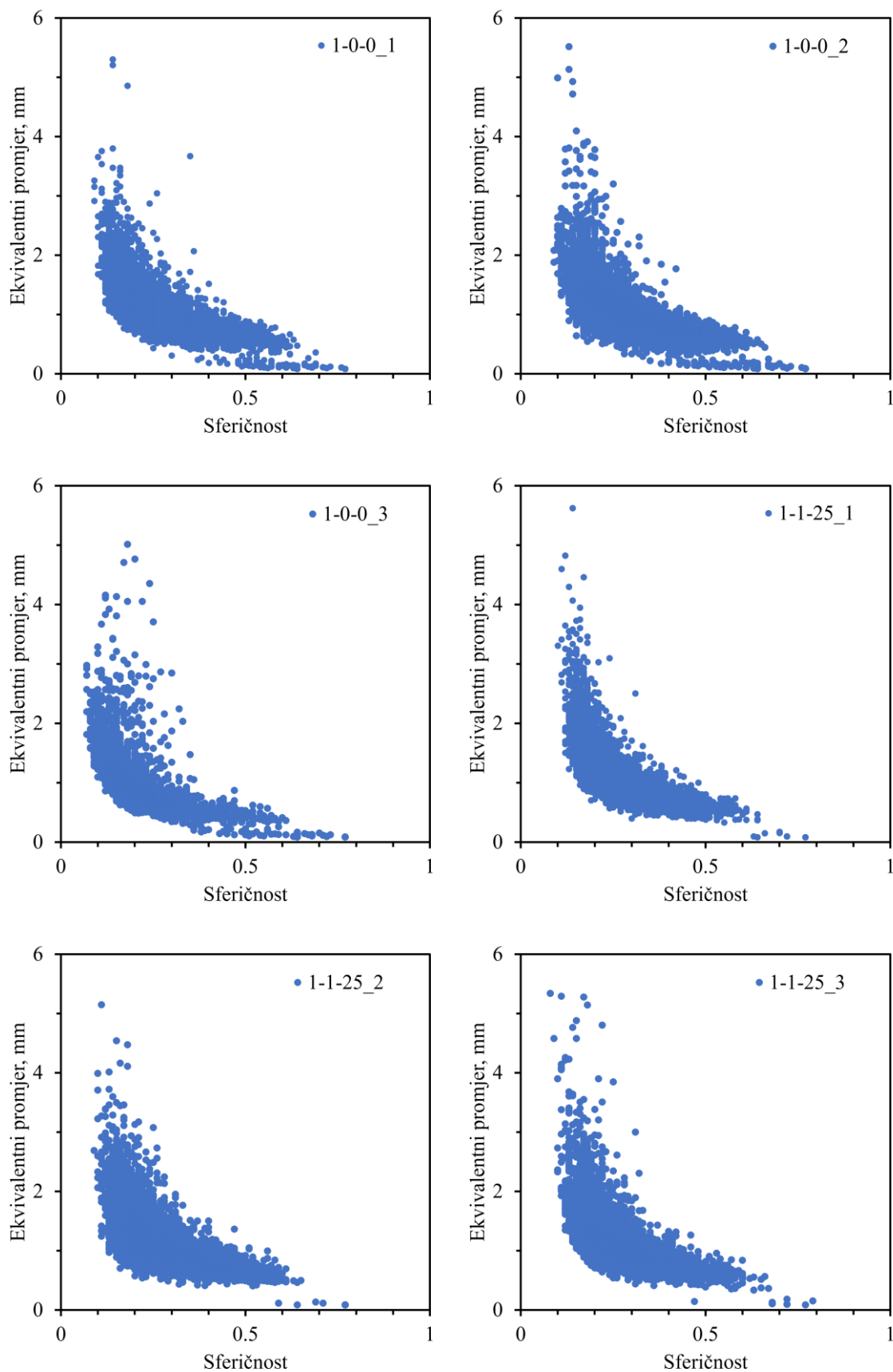


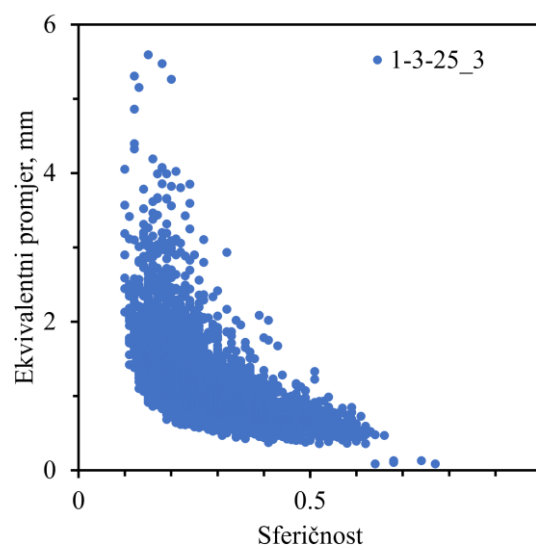
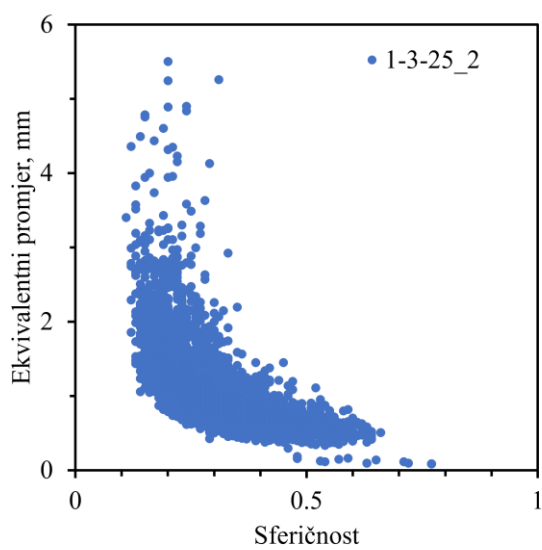
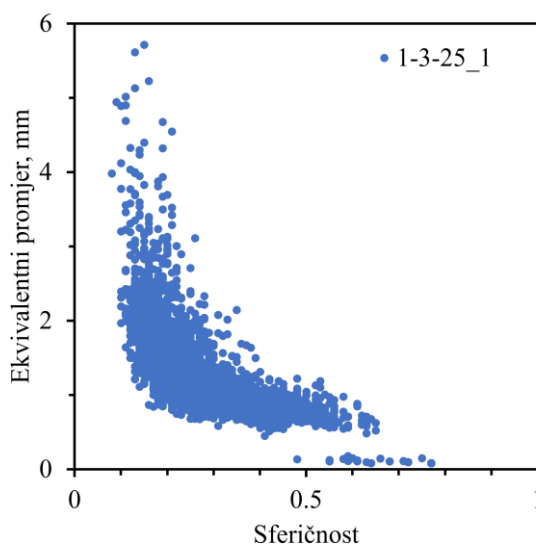
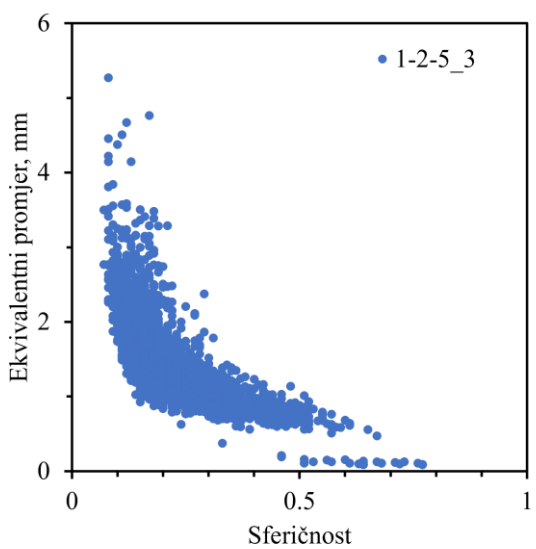
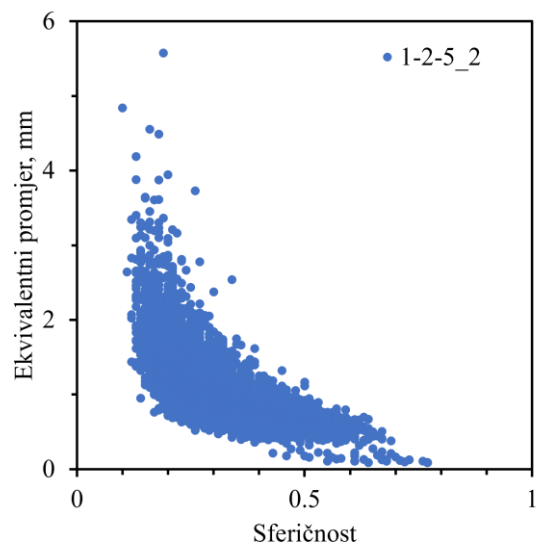
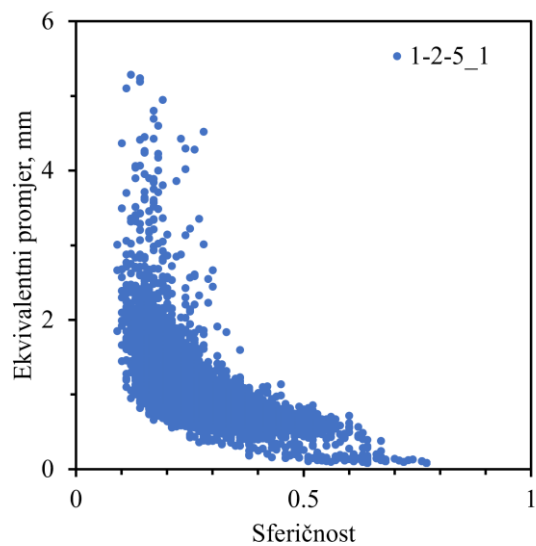
3-0-0

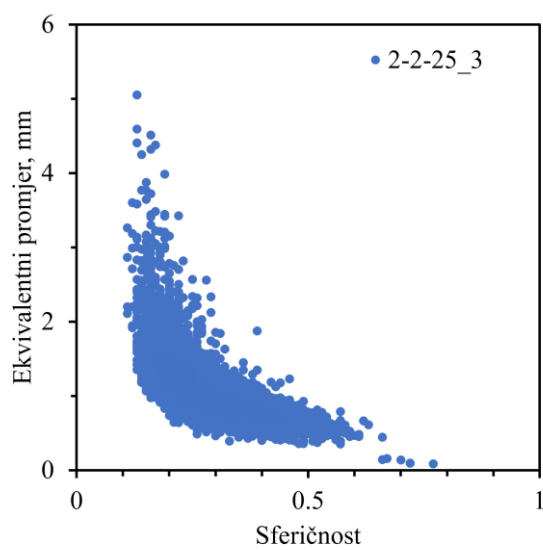
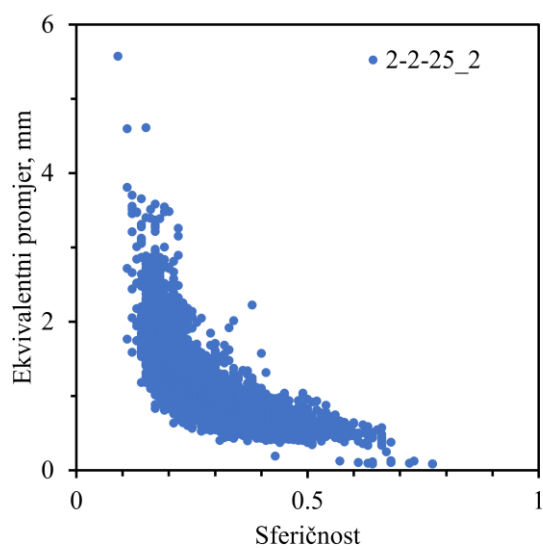
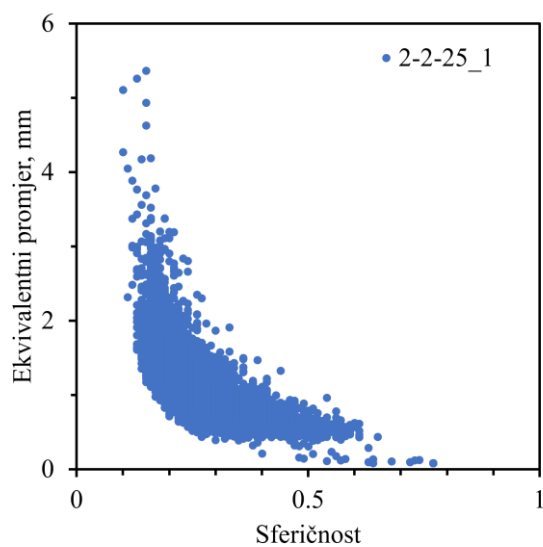
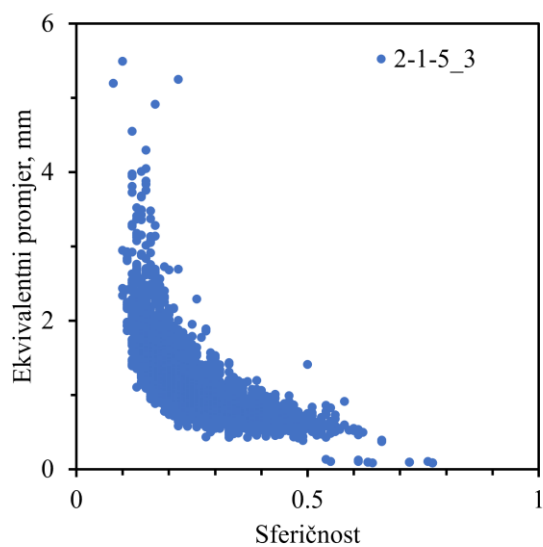
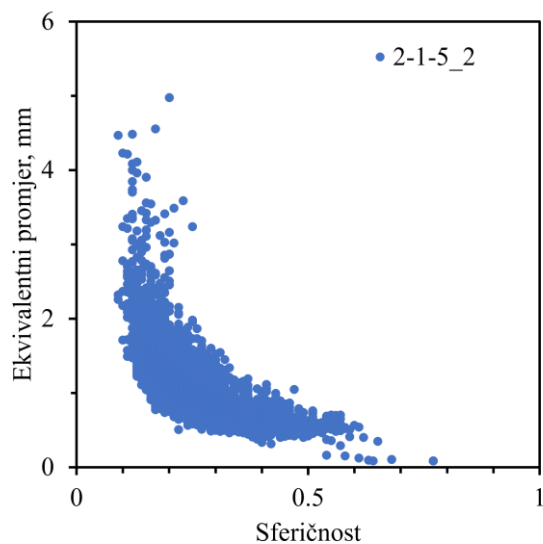
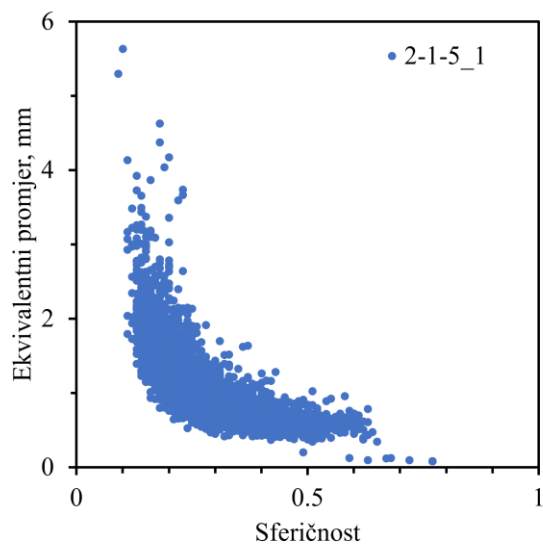


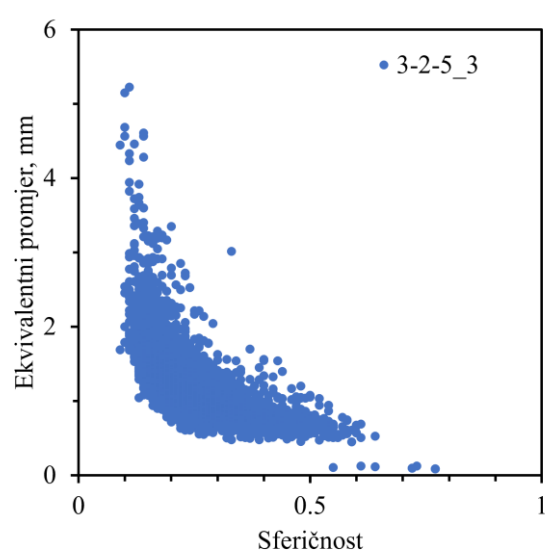
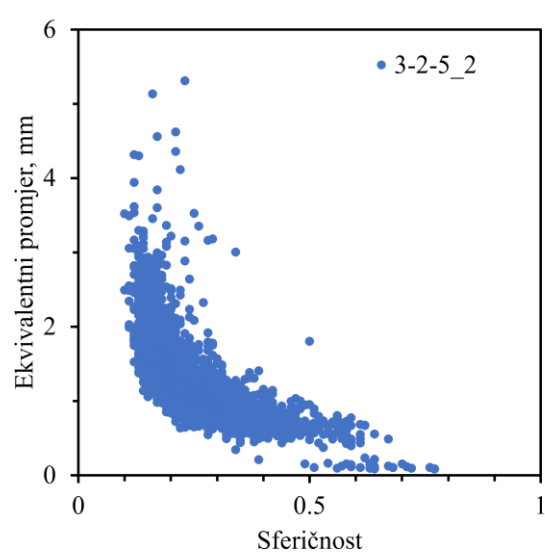
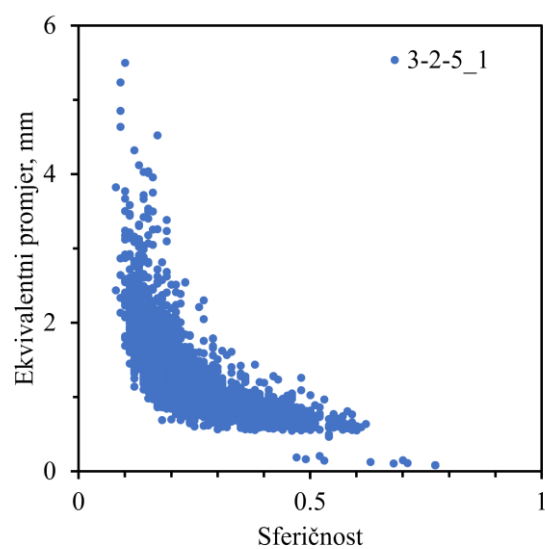
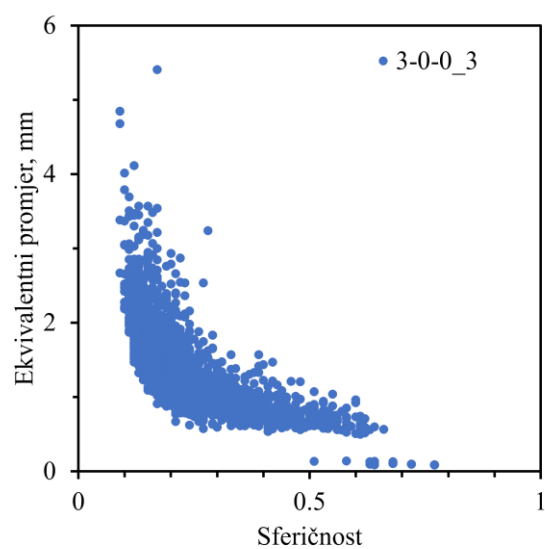
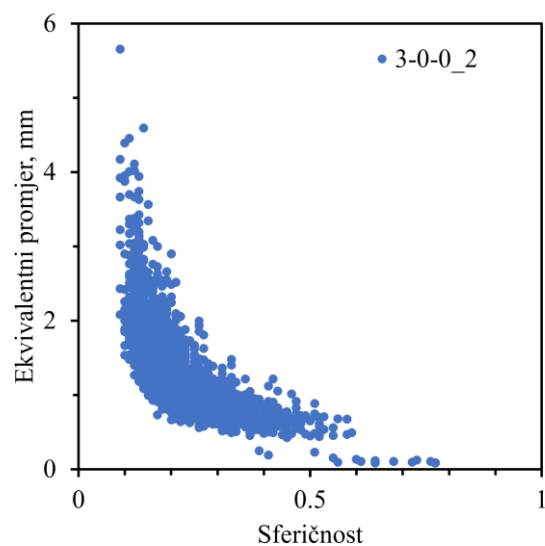
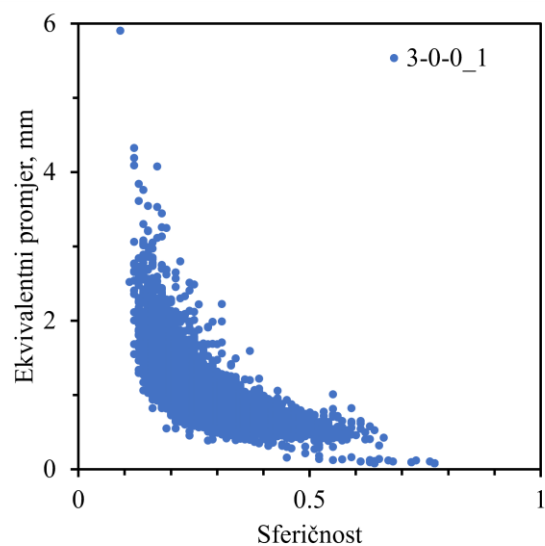
3-2-5

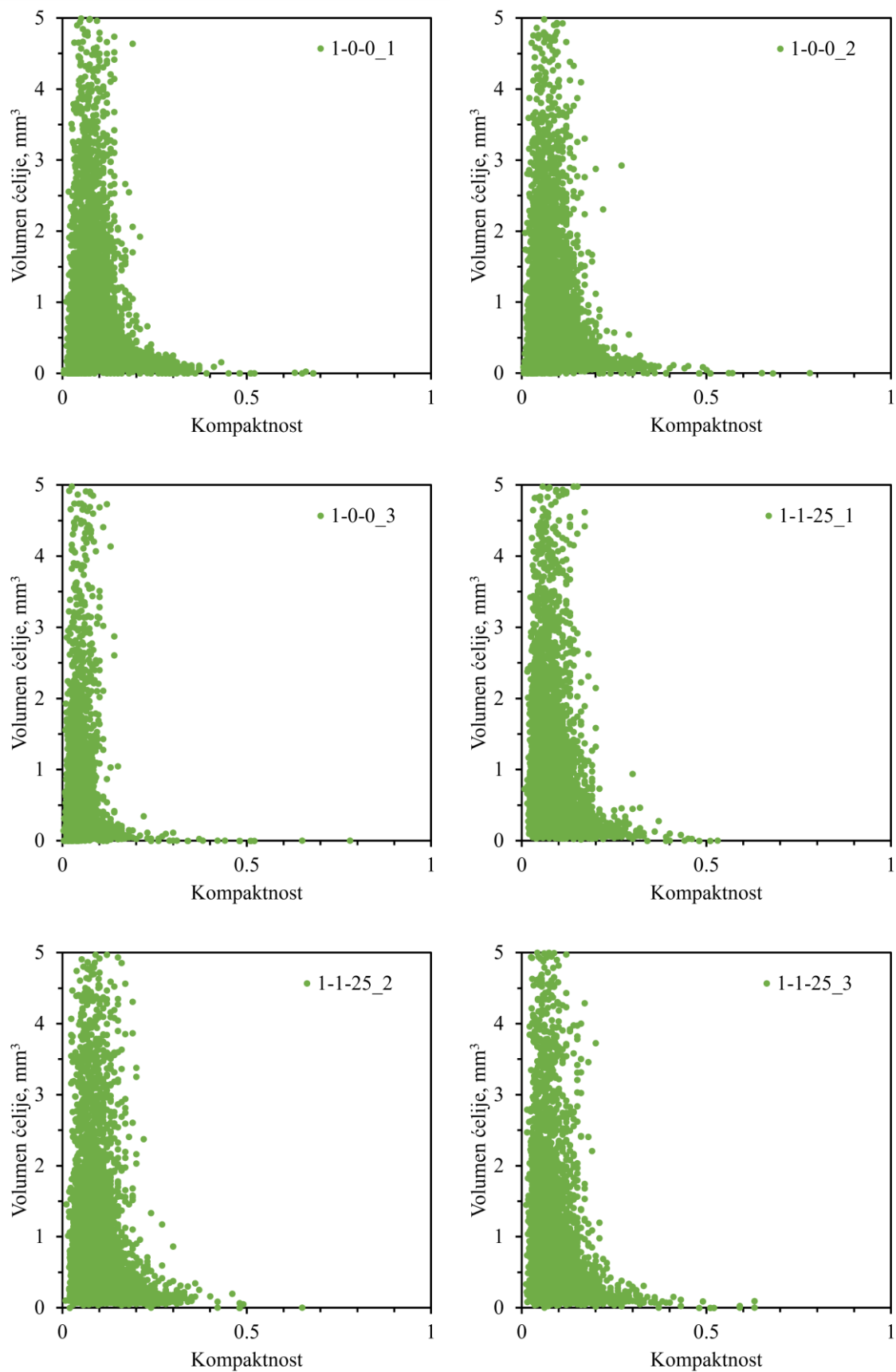


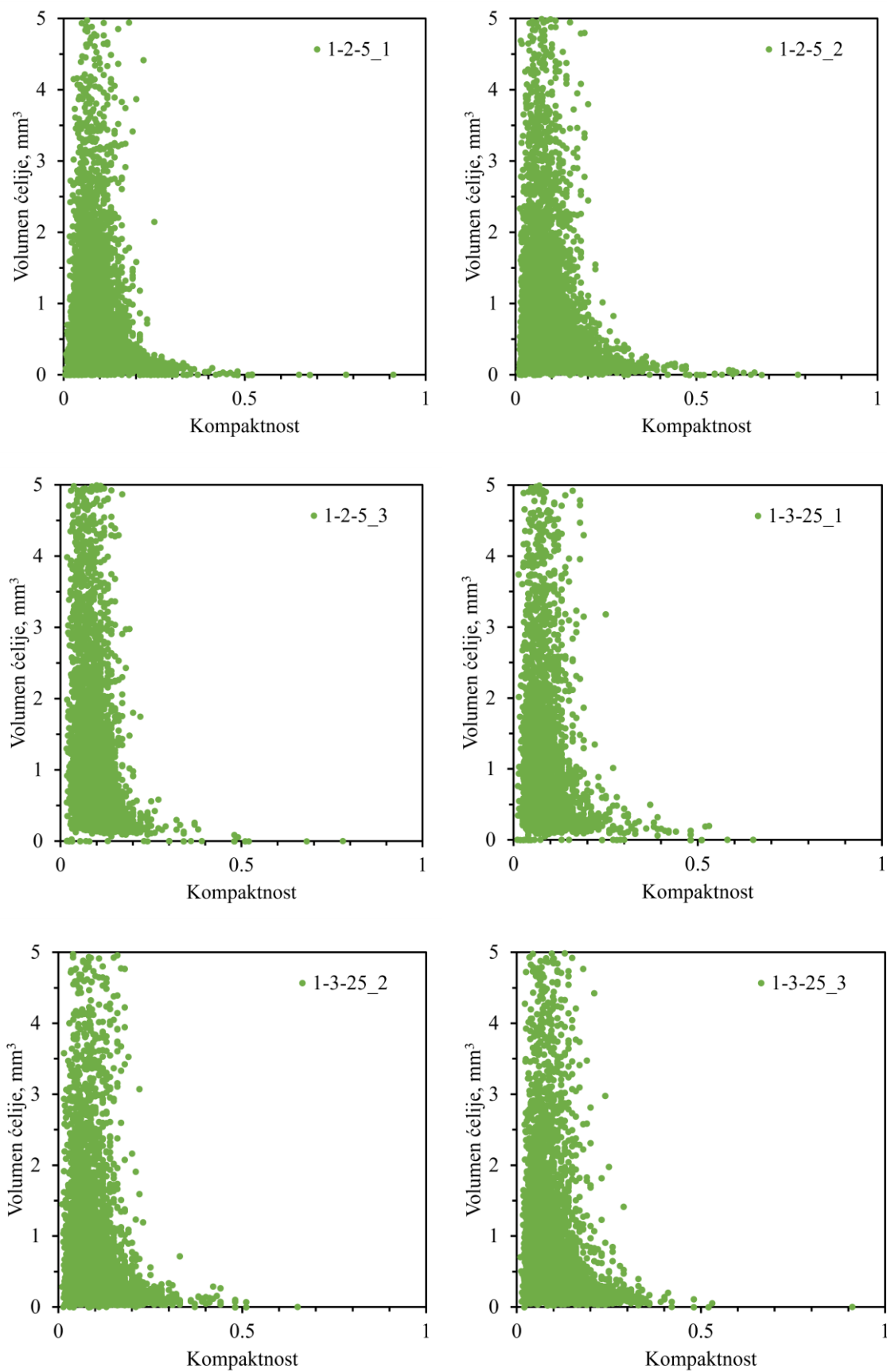
Prilog 6: Ovisnost sferičnosti i ekvivalentnog promjera ćelija CT skeniranih uzoraka

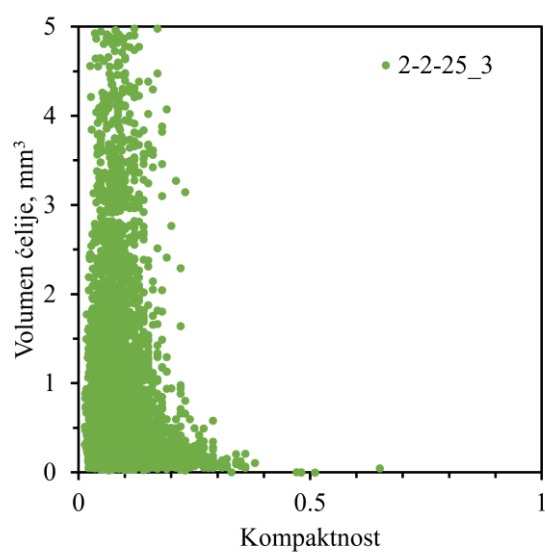
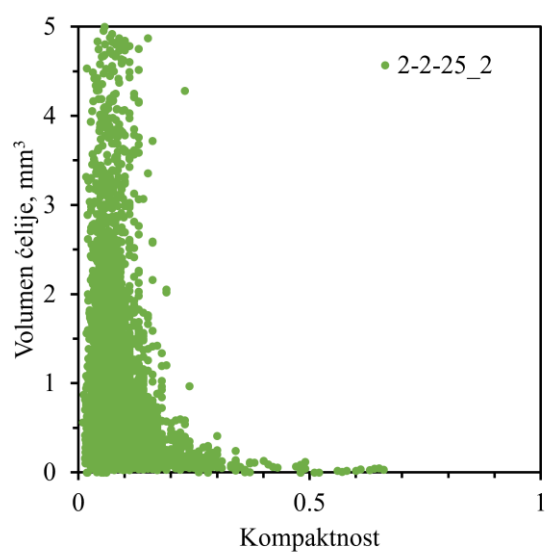
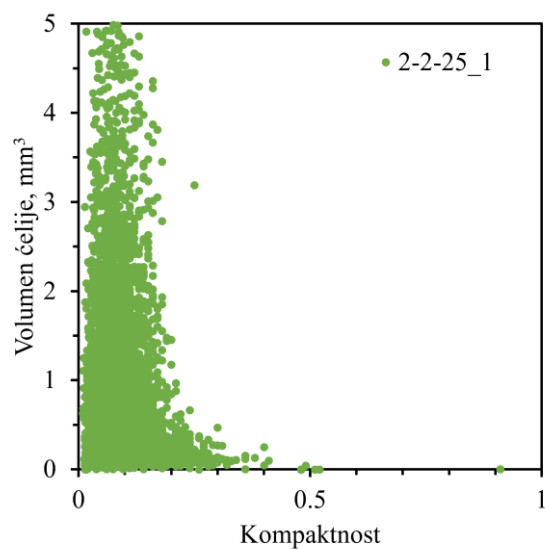
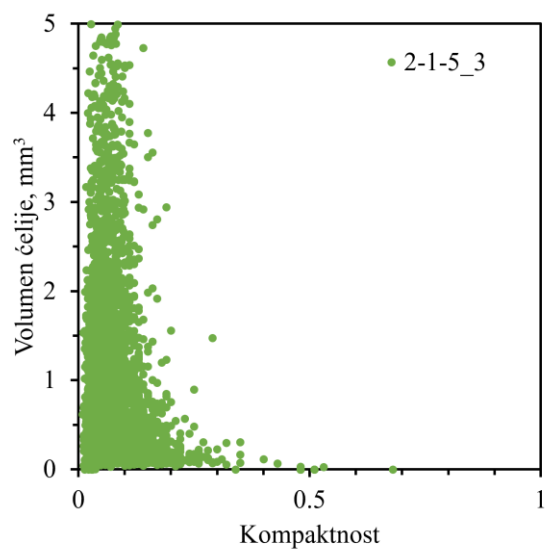
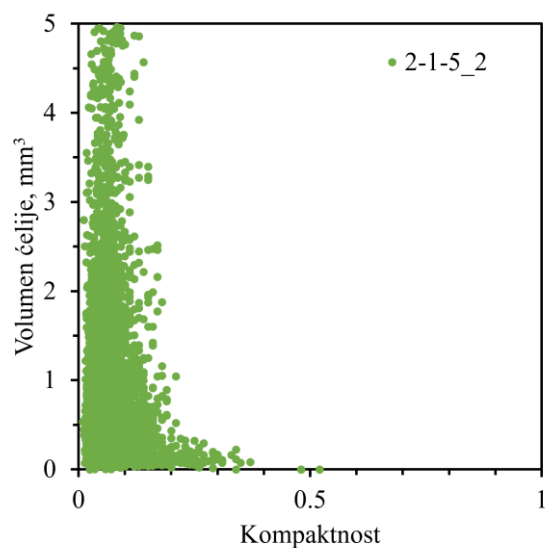
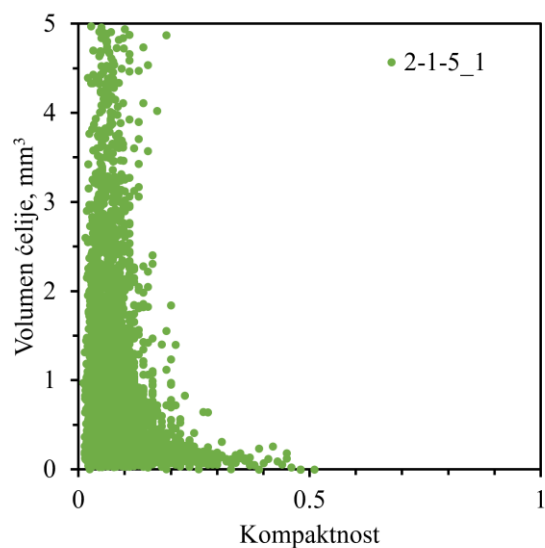


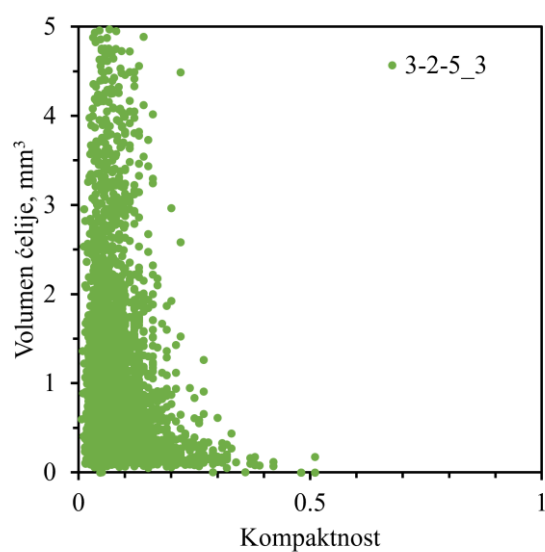
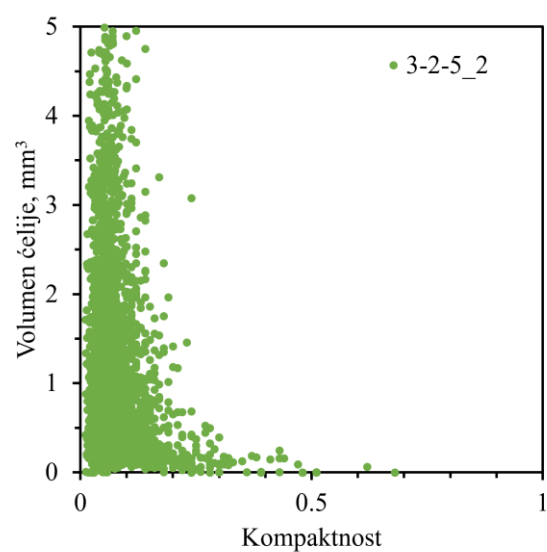
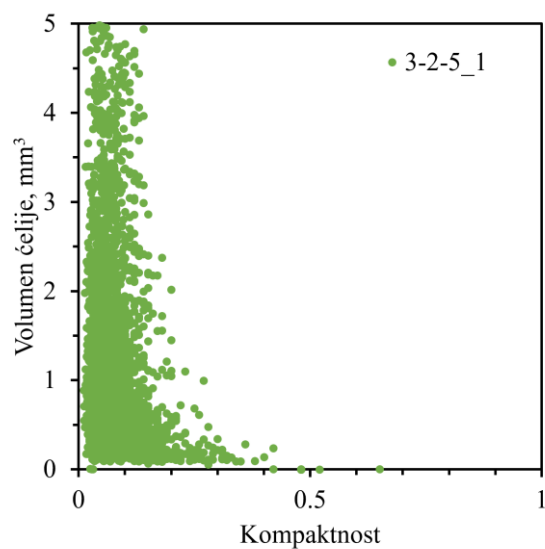
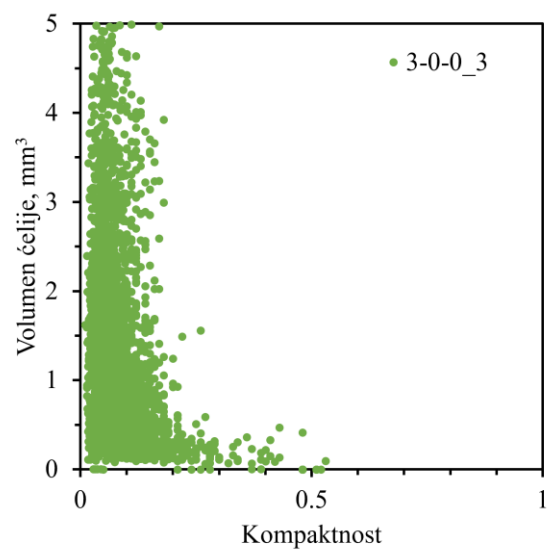
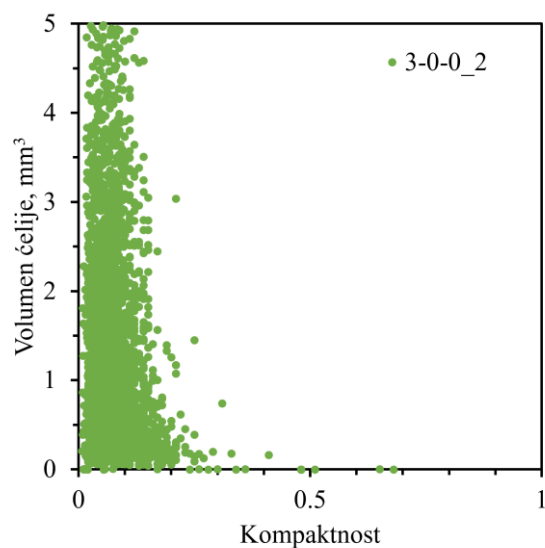
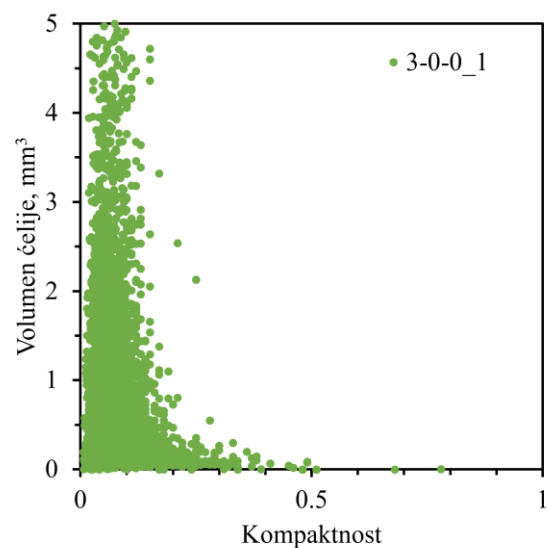




Prilog 7: Ovisnost kompaktnosti i volumena ćelija CT skeniranih uzoraka







Prilog 8: Karakteristična tlačna svojstva**Tablica P8.1** Vrijednosti naprezanja platoa

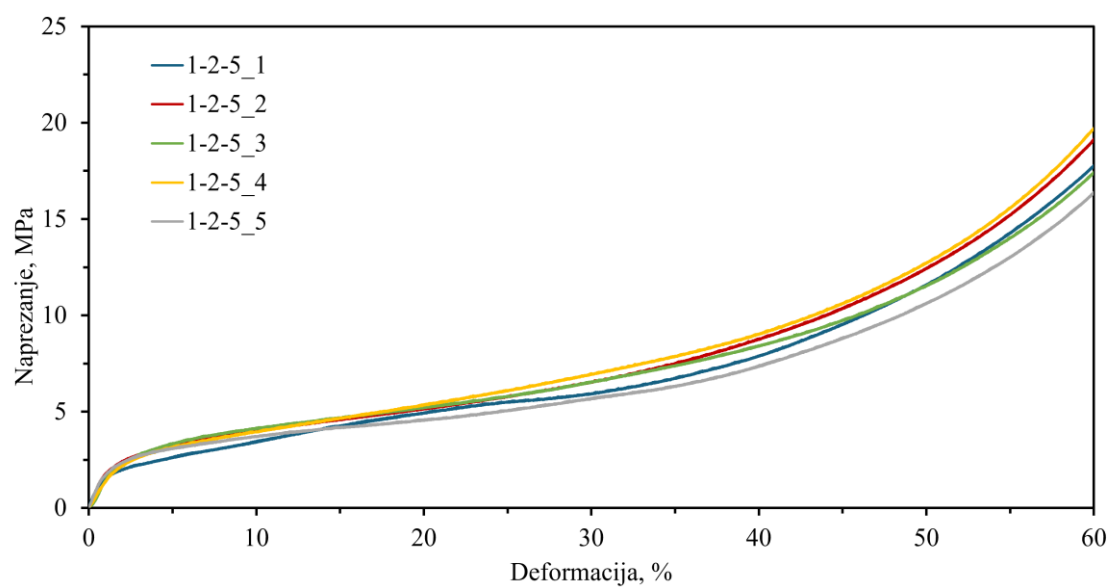
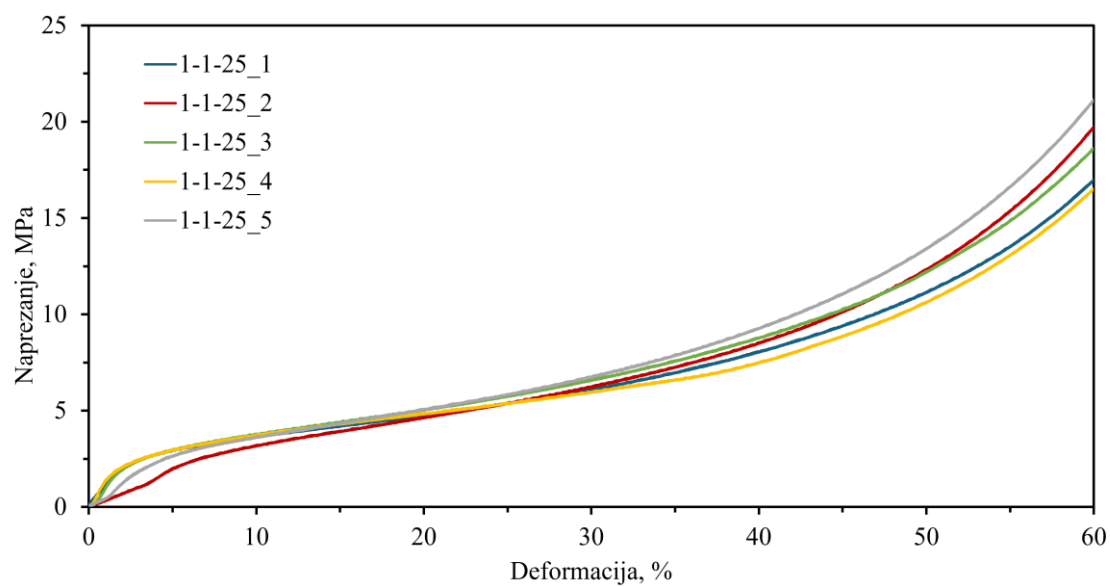
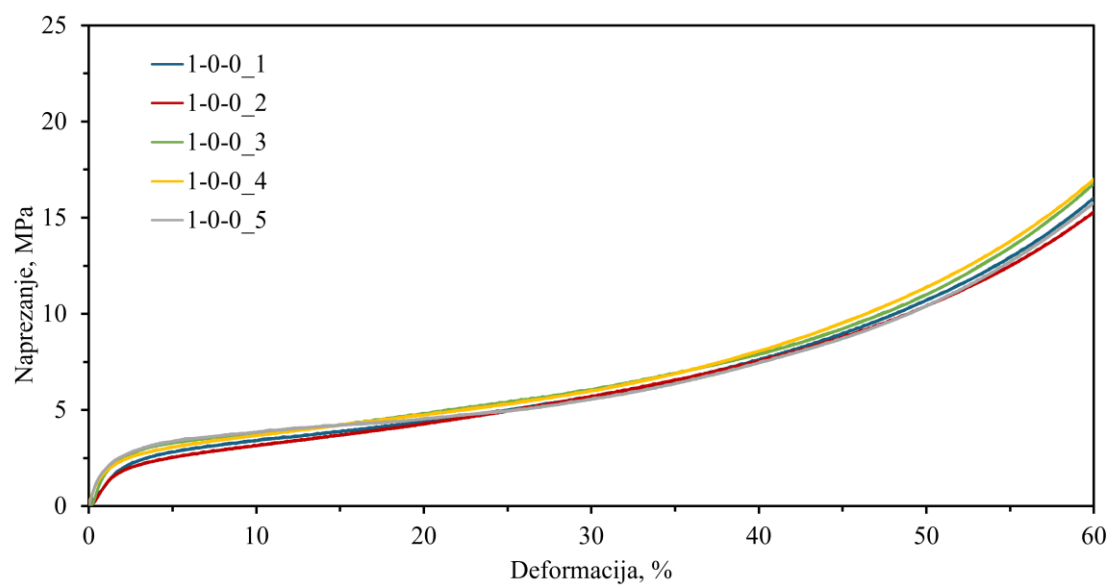
Stanje pokusa	Naprezanje platoa, MPa					Prosječno naprezanje platoa, MPa
	1	2	3	4	5	
1-1-25	6,196	6,346	6,686	6,007	6,885	6,424 ± 0,320
1-2-5	6,126	6,673	6,616	7,008	5,733	6,431 ± 0,449
1-2-45	6,508	6,657	6,273	6,388	6,063	6,378 ± 0,202
1-3-25	5,812	6,064	6,025	6,243	5,478	5,925 ± 0,262
2-1-5	6,259	6,499	6,727	6,959	6,302	6,549 ± 0,264
2-1-45	6,665	6,448	5,674	6,429	5,911	6,225 ± 0,371
2-2-25-1	6,637	6,540	6,871	6,748	6,417	6,643 ± 0,158
2-2-25-2	6,636	5,548	6,180	6,661	7,398	6,485 ± 0,610
2-2-25-3	6,480	6,460	6,264	7,191	6,144	6,508 ± 0,364
2-3-5	6,289	7,675	7,106	8,203	6,833	7,221 ± 0,664
2-3-45	5,674	6,508	5,789	6,289	6,320	6,116 ± 0,325
3-1-25	5,951	6,326	7,207	6,127	7,542	6,630 ± 0,628
3-2-5	6,391	6,687	6,518	5,988	7,257	6,568 ± 0,415
3-2-45	6,353	6,920	6,115	6,903	6,827	6,624 ± 0,328
3-3-25	6,122	7,135	6,474	6,535	5,802	6,413 ± 0,447
1-0-0	5,796	5,766	6,175	6,134	5,704	5,915 ± 0,198
2-0-0	6,195	6,466	5,939	6,459	5,927	6,197 ± 0,237
3-0-0	6,410	6,495	6,779	6,608	5,551	6,369 ± 0,427

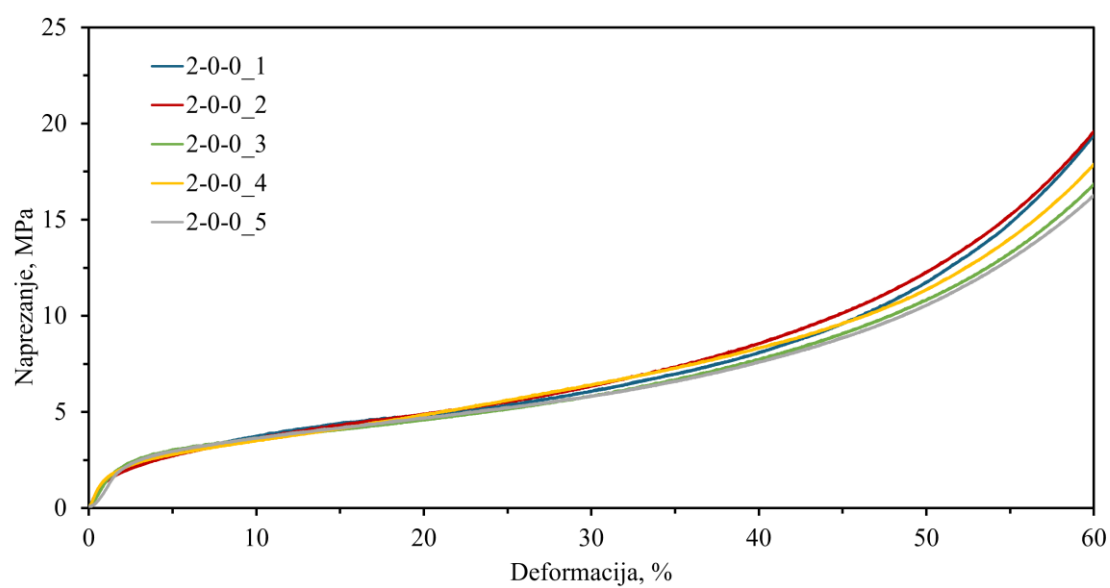
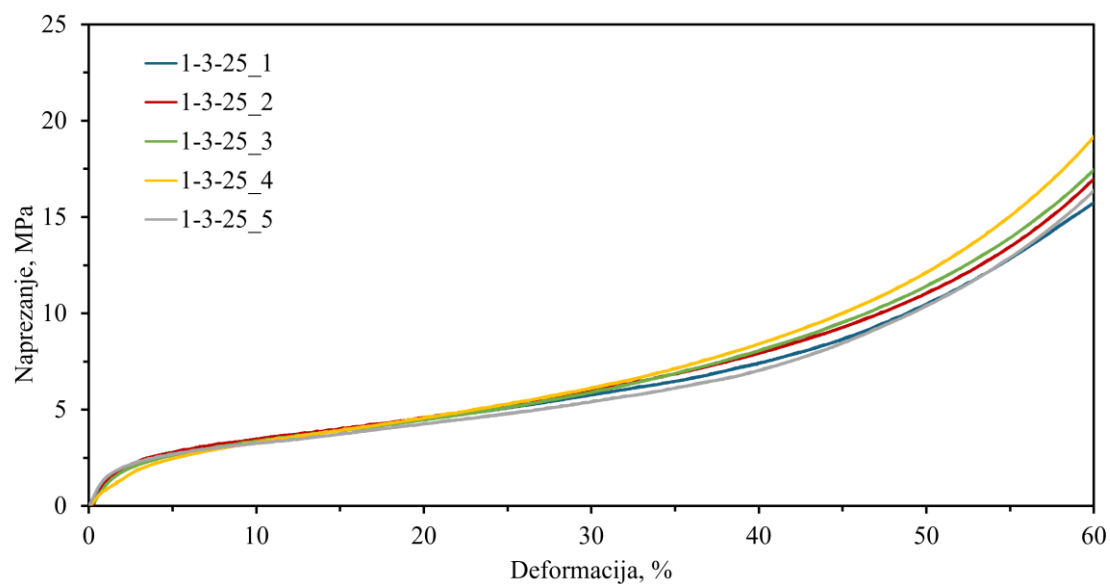
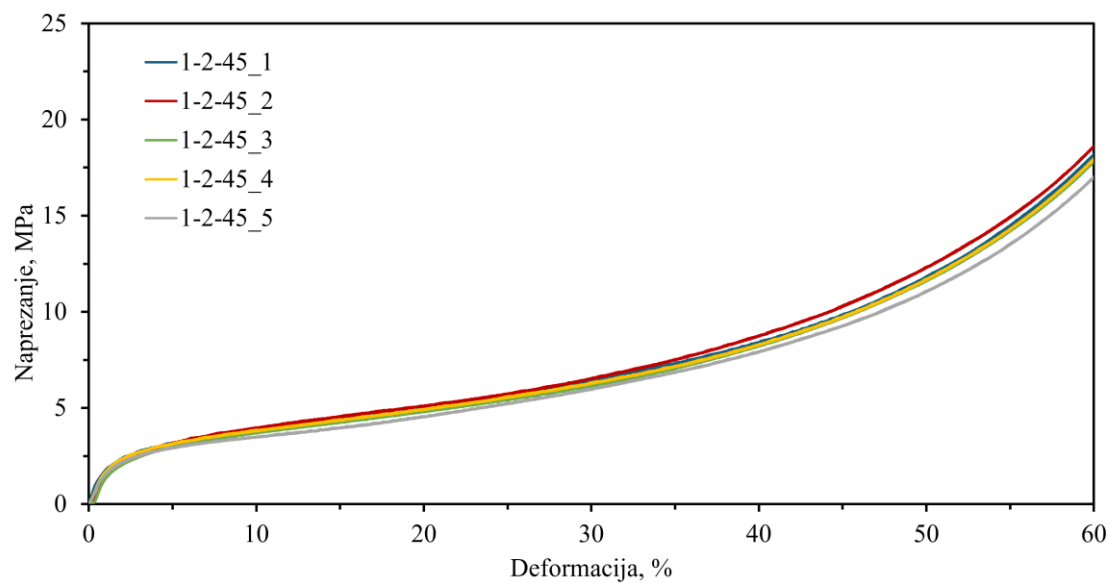
Tablica P8.2 Vrijednosti naprezanja na kraju platoa

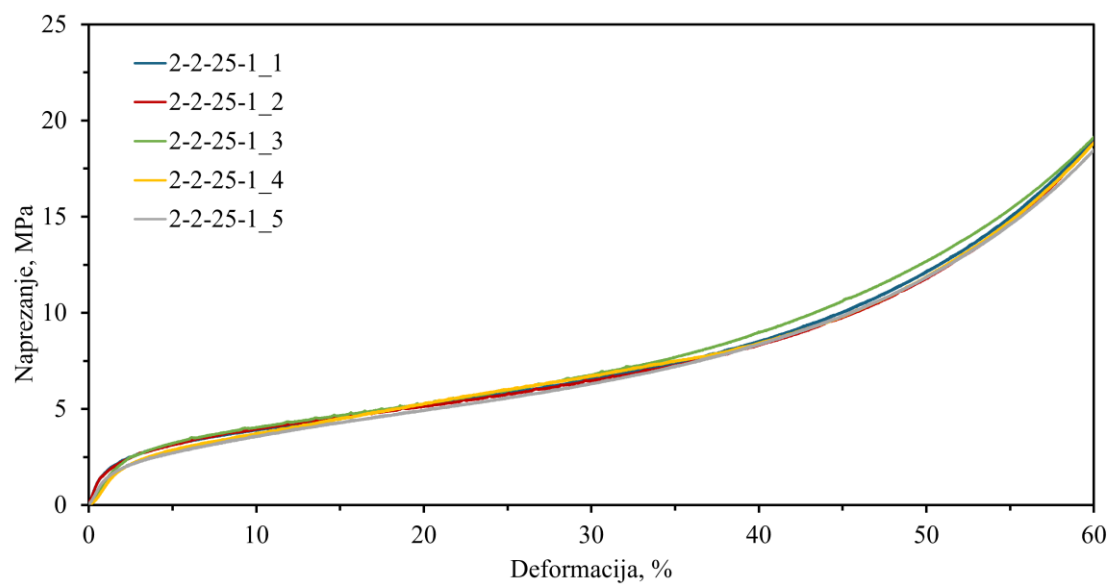
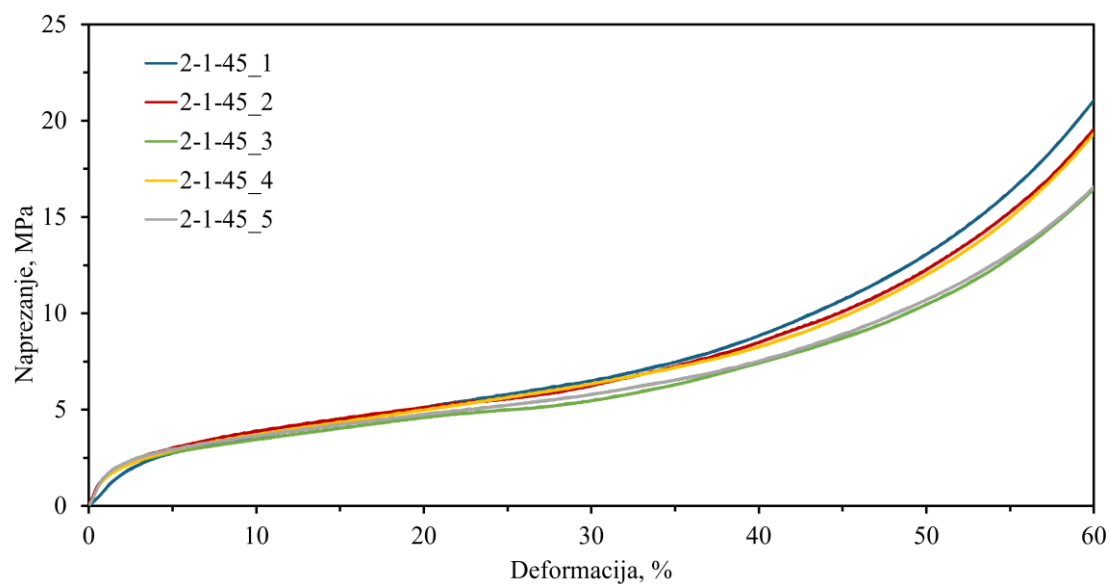
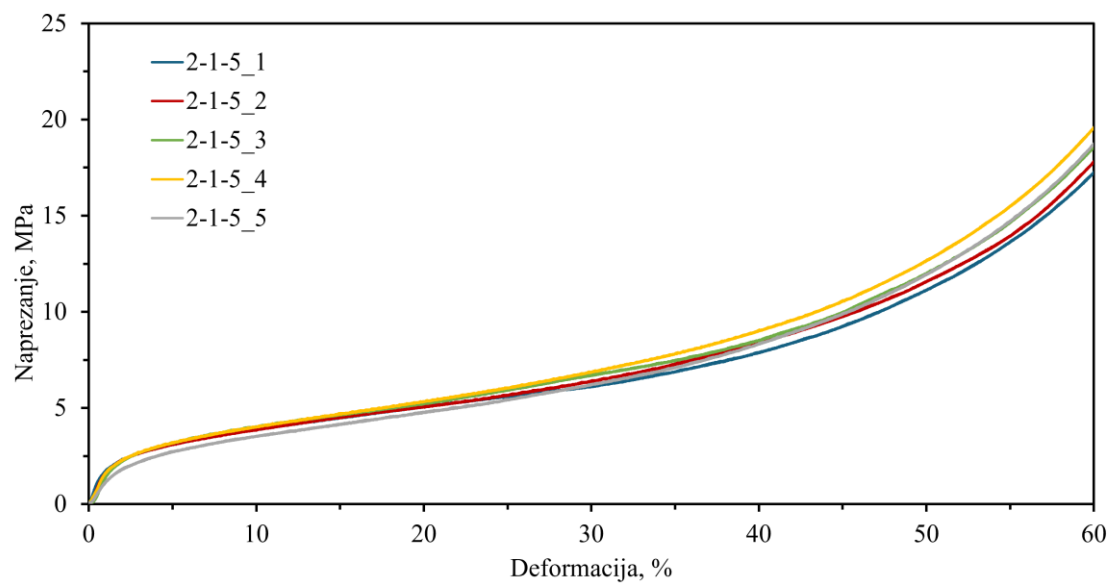
Stanje pokusa	Naprezanje na kraju platoa, MPa					Prosječno naprezanje na kraju platoa, MPa
	1	2	3	4	5	
1-1-25	8,054	8,250	8,691	7,809	8,950	8,332 ± 0,266
1-2-5	7,964	8,675	8,600	9,111	7,452	8,361 ± 0,583
1-2-45	8,460	8,654	8,155	8,304	7,882	8,291 ± 0,263
1-3-25	7,556	7,884	7,832	8,116	7,121	7,702 ± 0,341
2-1-5	8,137	8,449	8,745	9,046	8,192	8,514 ± 0,343
2-1-45	8,664	8,382	7,377	8,358	7,684	8,093 ± 0,482
2-2-25-1	8,628	8,502	8,932	8,773	8,342	8,636 ± 0,205
2-2-25-2	8,627	7,212	8,034	8,659	9,617	8,430 ± 0,792
2-2-25-3	8,424	8,398	8,144	9,348	7,987	8,460 ± 0,473
2-3-5	8,176	9,977	9,237	10,664	8,882	9,387 ± 0,863
2-3-45	7,376	8,460	7,526	8,176	8,216	7,951 ± 0,442
3-1-25	7,736	8,224	9,369	7,965	9,804	8,620 ± 0,816
3-2-5	8,308	8,692	8,474	7,784	9,435	8,539 ± 0,539
3-2-45	8,259	8,996	7,950	8,974	8,875	8,611 ± 0,427
3-3-25	7,958	9,275	8,417	8,496	7,542	8,338 ± 0,581
1-0-0	7,534	7,496	8,028	7,974	7,415	7,689 ± 0,258
2-0-0	8,053	8,405	7,720	8,397	7,705	8,056 ± 0,308
3-0-0	8,333	8,443	8,812	8,590	7,217	8,279 ± 0,555

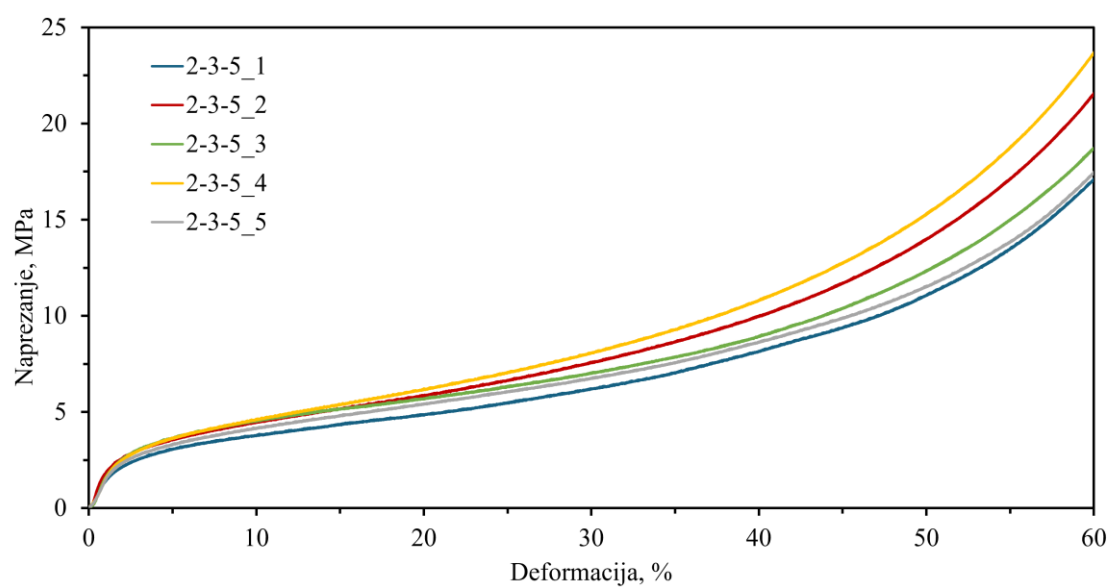
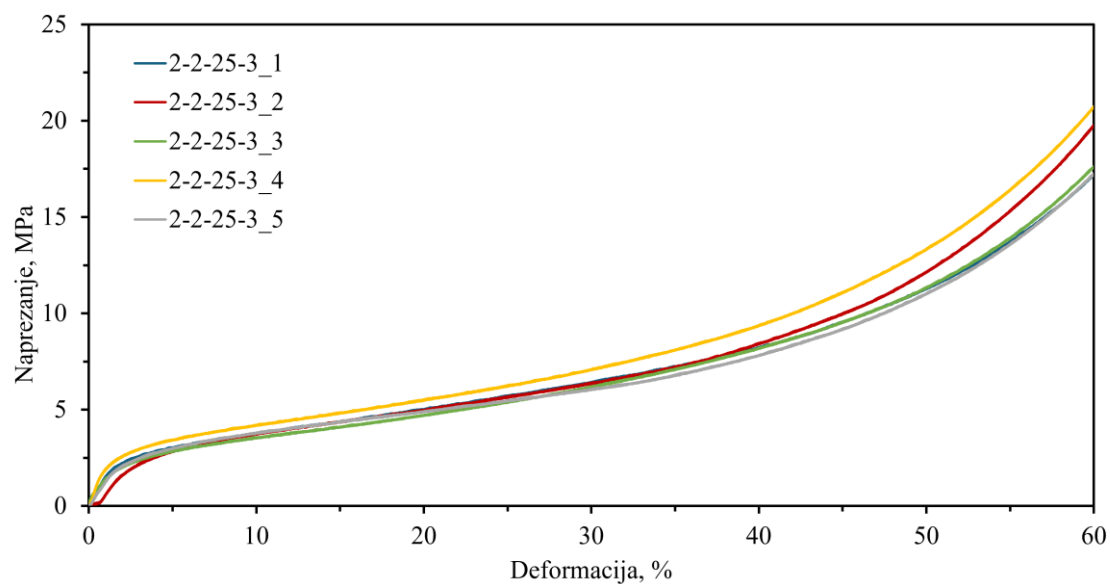
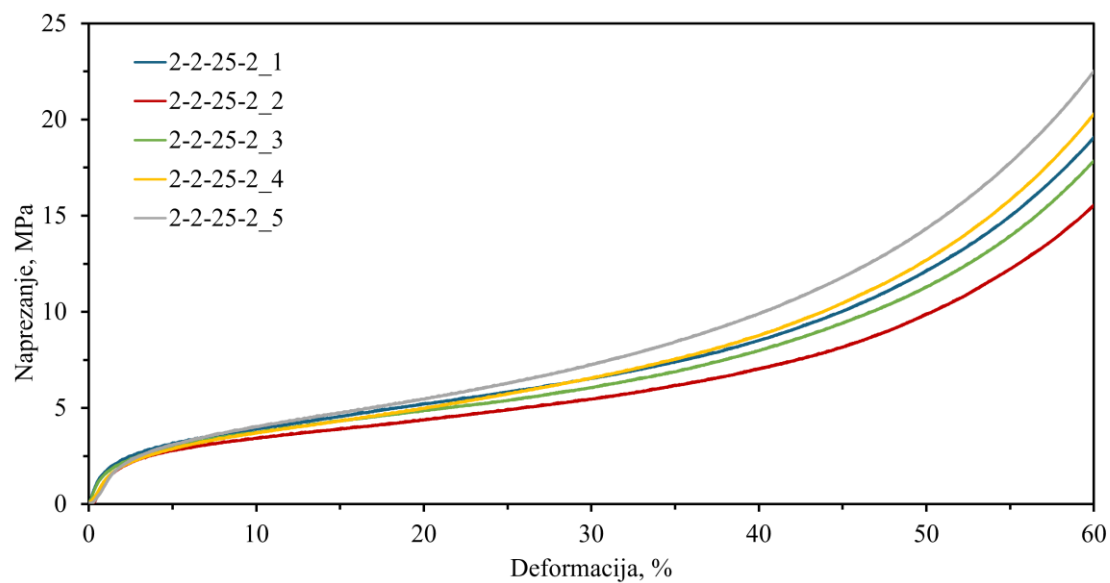
Tablica P8.3 Vrijednosti deformacije na kraju platoa

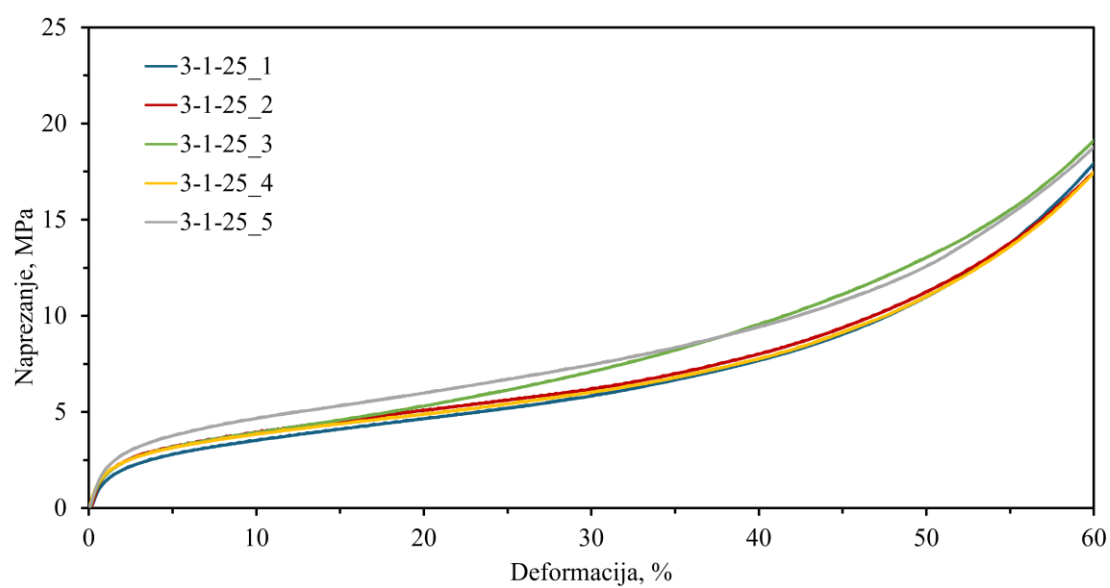
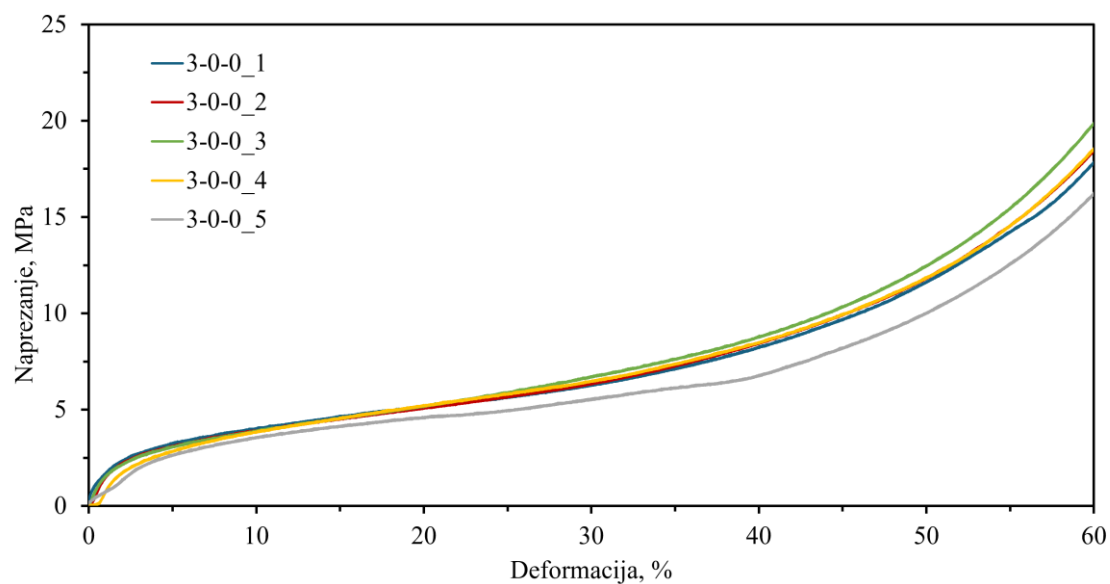
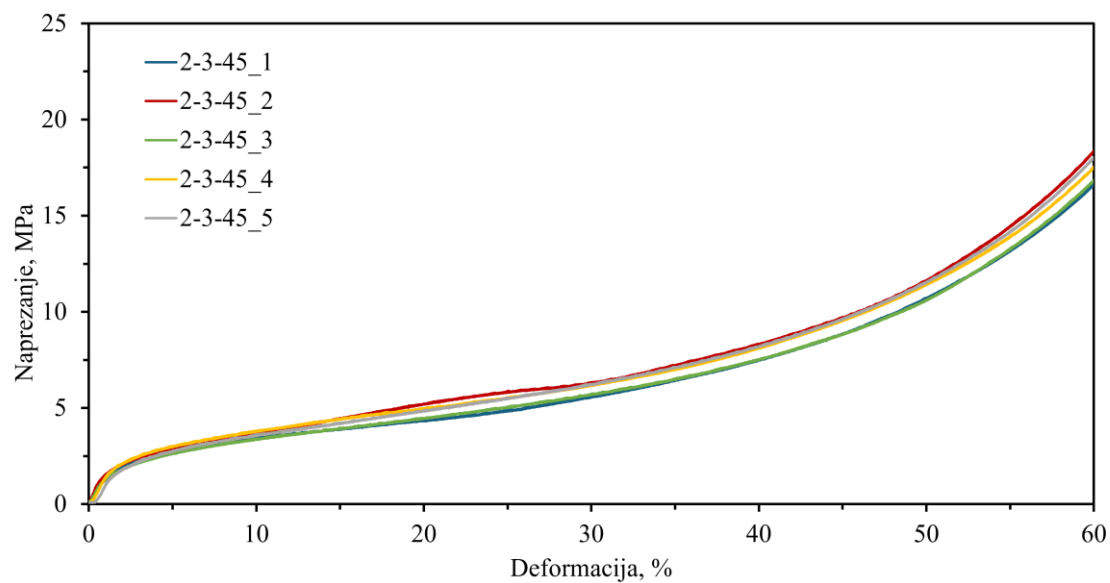
Stanje pokusa	Deformacija na kraju platoa, %					Prosječna deformacija na kraju platoa, %
	1	2	3	4	5	
1-1-25	40,175	39,199	39,781	41,451	39,047	39,930 ± 0,862
1-2-5	40,348	39,756	40,903	40,412	40,472	40,378 ± 0,367
1-2-45	40,314	39,776	39,889	40,153	39,926	40,012 ± 0,195
1-3-25	40,783	39,938	39,204	39,049	40,512	39,897 ± 0,688
2-1-5	41,174	40,323	40,895	40,233	39,626	40,450 ± 0,541
2-1-45	39,540	39,678	39,928	40,456	40,785	40,078 ± 0,472
2-2-25-1	40,552	40,813	39,888	41,570	40,053	40,575 ± 0,598
2-2-25-2	40,571	41,053	40,348	39,741	39,202	40,183 ± 0,647
2-2-25-3	40,999	39,965	39,926	40,052	40,762	40,341 ± 0,449
2-3-5	40,219	40,121	41,234	39,676	41,226	40,495 ± 0,627
2-3-45	39,657	40,693	40,161	40,342	40,207	40,212 ± 0,334
3-1-25	40,356	40,959	39,444	40,962	41,639	40,672 ± 0,736
3-2-5	40,455	39,983	40,590	39,718	40,399	40,229 ± 0,326
3-2-45	40,422	41,665	41,439	39,678	40,044	40,649 ± 0,777
3-3-25	39,658	39,605	40,440	39,107	40,539	39,870 ± 0,542
1-0-0	39,835	39,941	40,742	39,748	39,928	40,039 ± 0,359
2-0-0	39,979	39,503	40,104	40,415	40,685	40,137 ± 0,401
3-0-0	40,440	40,058	40,172	40,458	41,853	40,596 ± 0,647

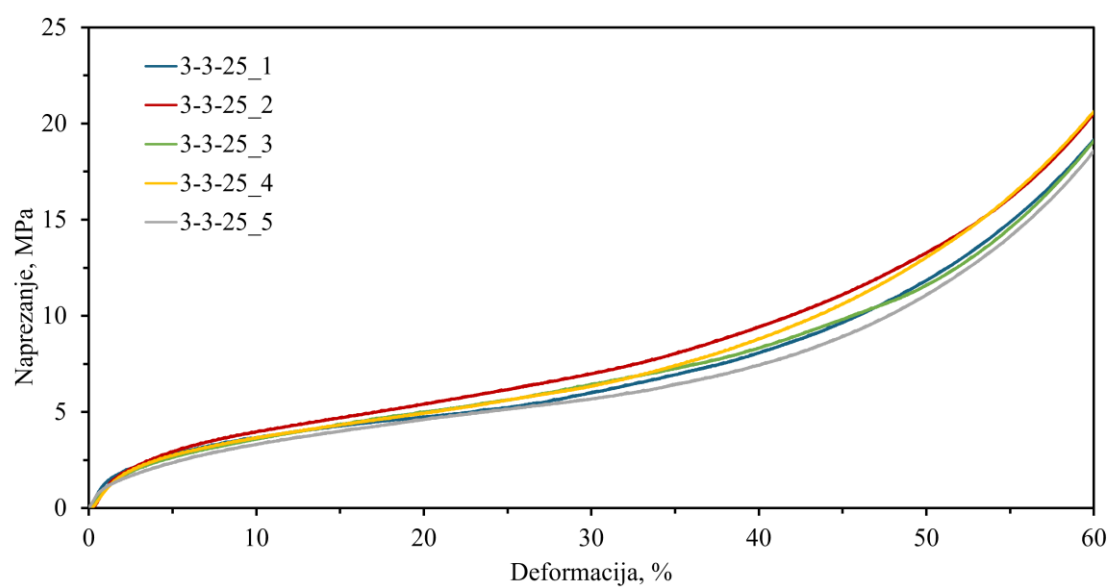
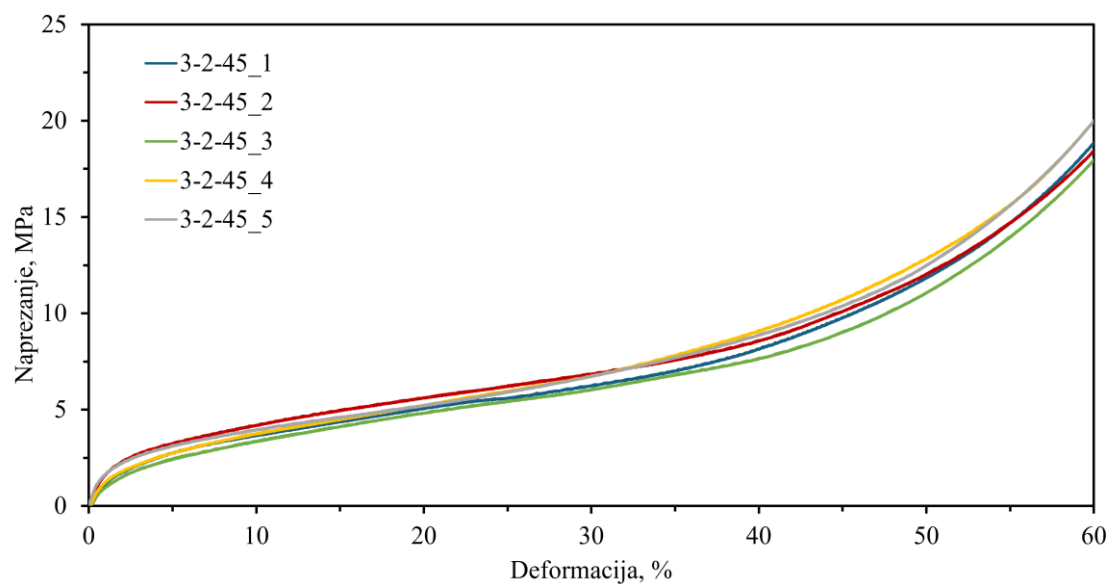
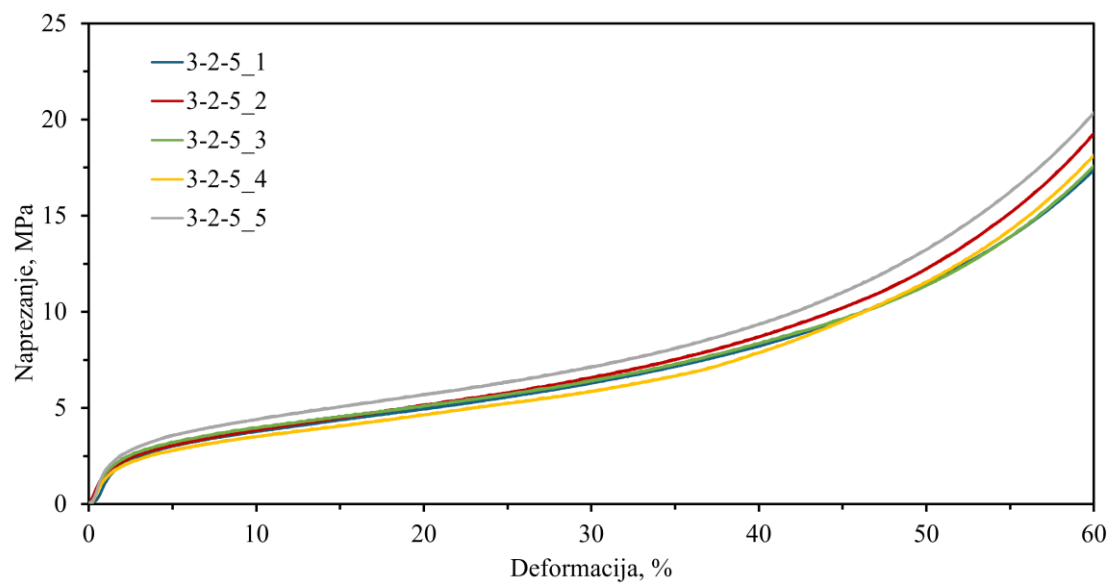
Prilog 9: Dijagrami naprezanje – deformacija









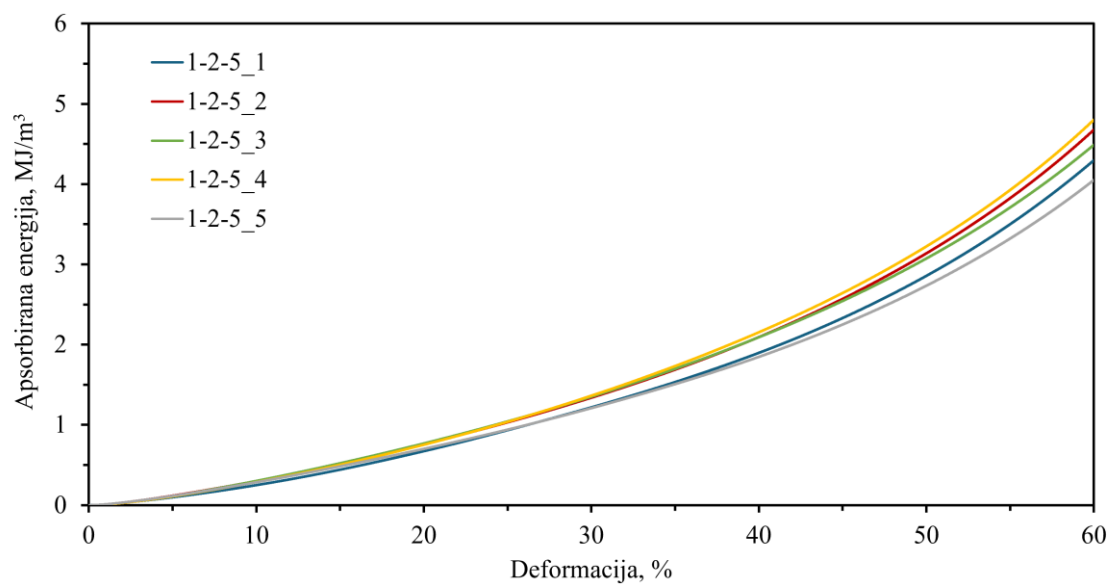
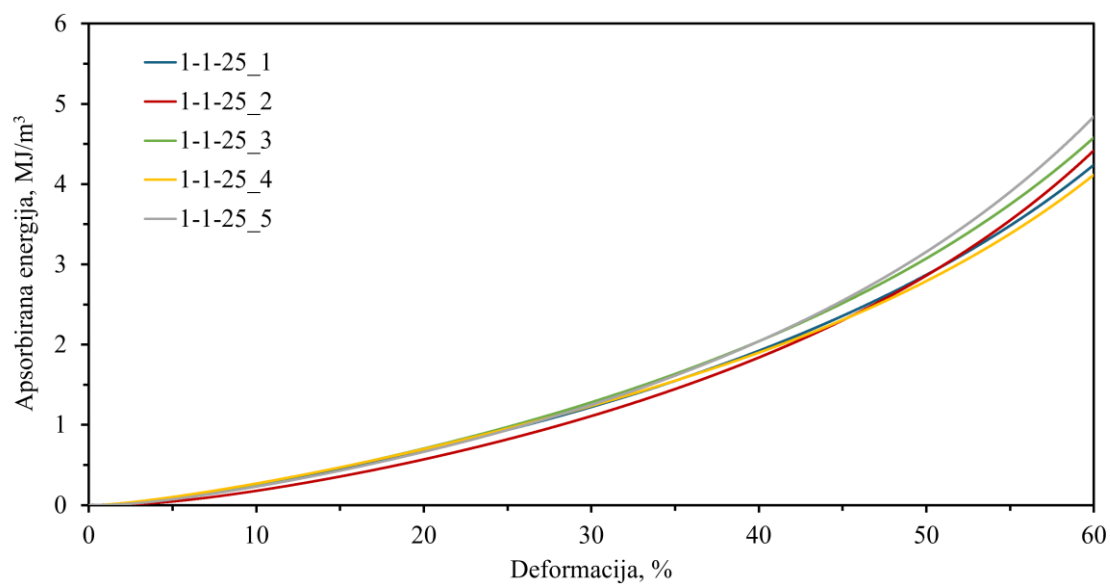
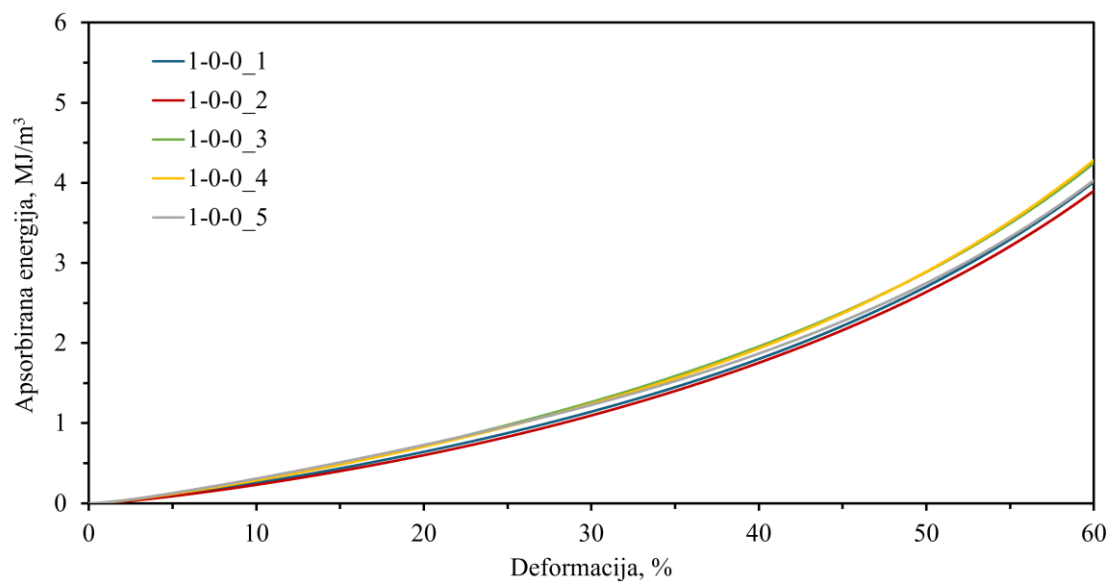


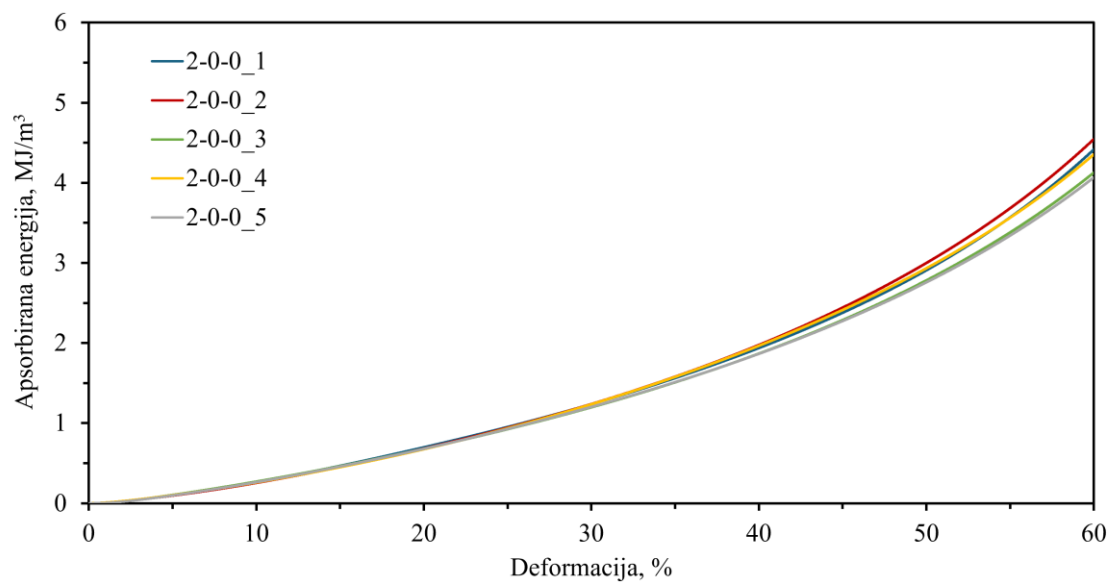
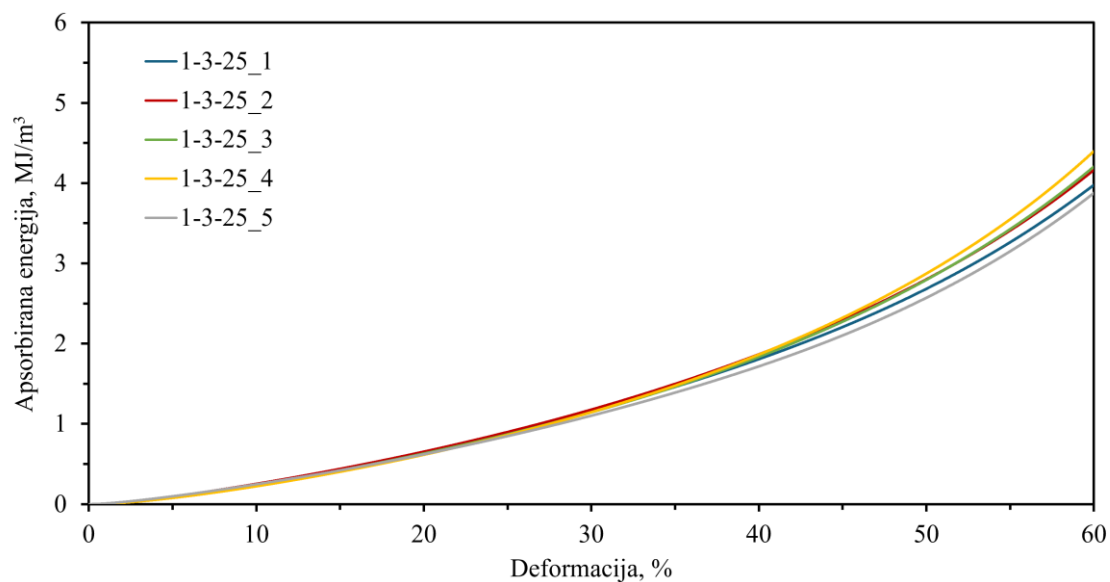
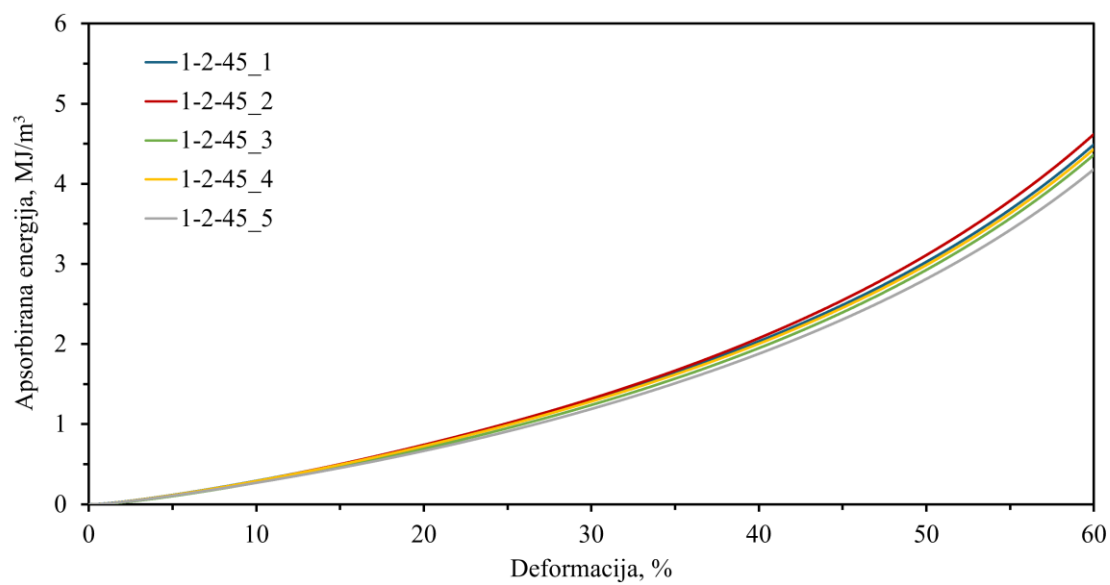
Prilog 10: Količina apsorbirane energije i učinkovitost apsorpcije**Tablica P10.1** Vrijednosti apsorbirane energije

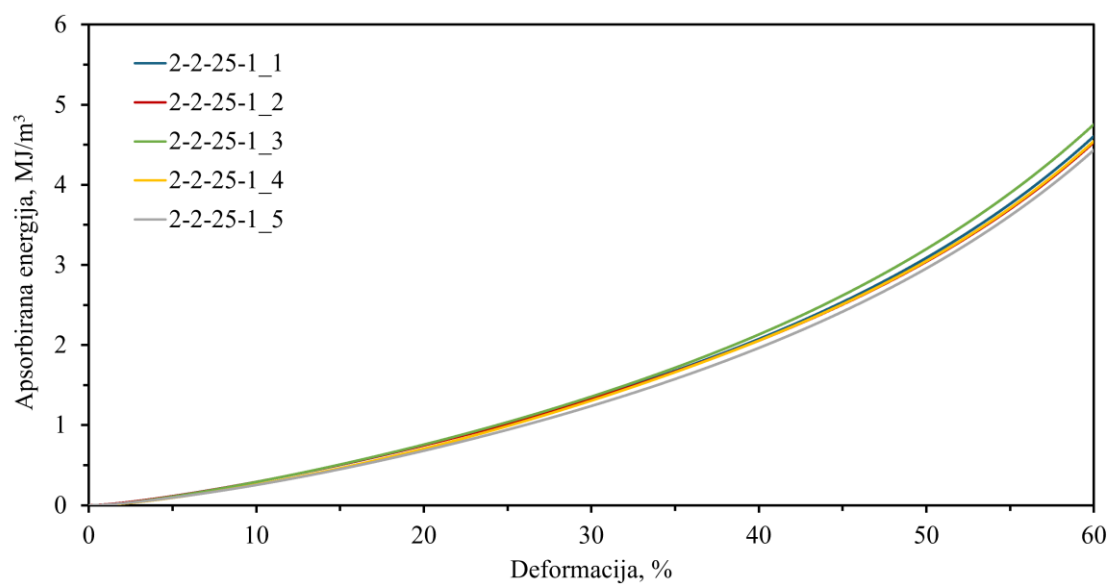
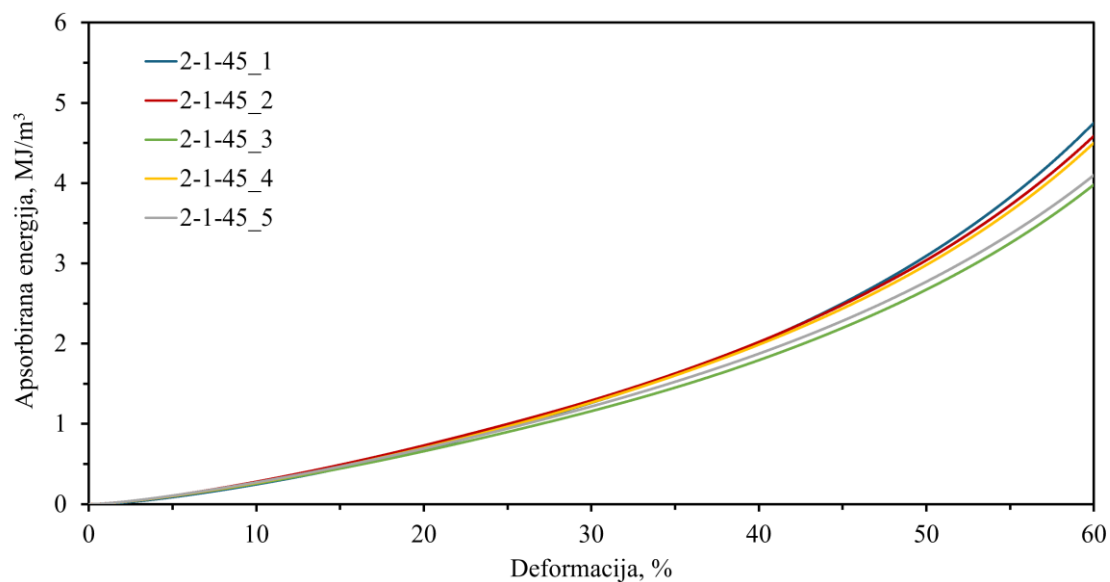
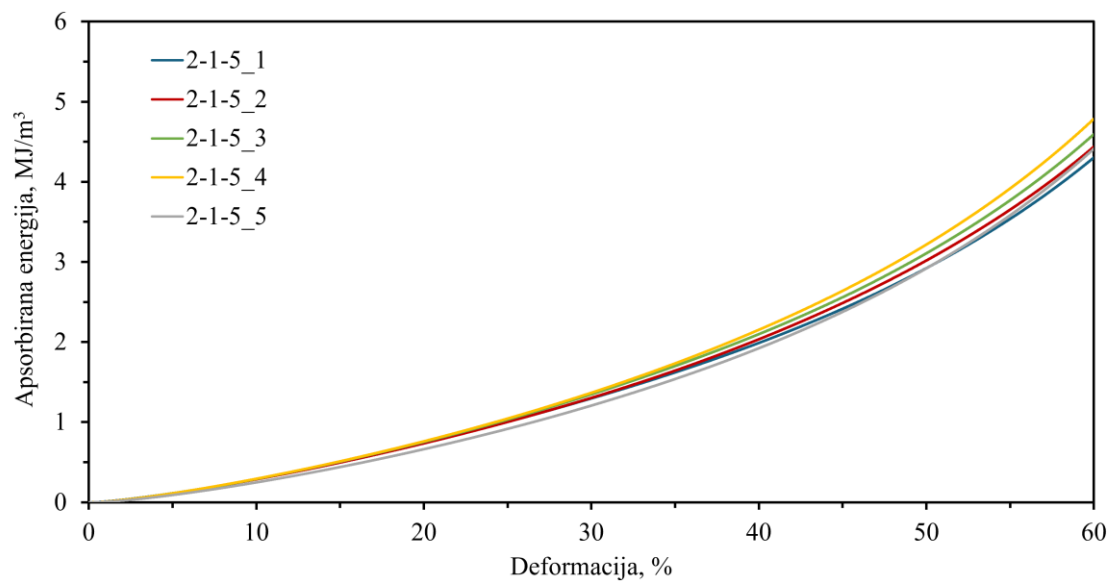
Stanje pokusa	Apsorbirana energija, MJ/m ³					Prosječna apsorbirana energija, MJ/m ³
	1	2	3	4	5	
1-1-25	1,94	1,77	2,02	2,01	1,95	1,94 ± 0,09
1-2-5	1,92	2,07	2,17	2,19	1,88	2,05 ± 0,12
1-2-45	2,06	2,05	1,94	2,02	1,87	1,99 ± 0,07
1-3-25	1,86	1,86	1,77	1,78	1,75	1,81 ± 0,05
2-1-5	2,08	2,06	2,18	2,17	1,89	2,08 ± 0,10
2-1-45	1,97	1,99	1,79	2,02	1,93	1,94 ± 0,08
2-2-25-1	2,12	2,12	2,12	2,19	1,97	2,10 ± 0,07
2-2-25-2	2,12	1,83	1,97	2,01	2,15	2,02 ± 0,12
2-2-25-3	2,09	1,97	1,92	2,24	2,00	2,04 ± 0,11
2-3-5	1,99	2,39	2,38	2,47	2,25	2,30 ± 0,17
2-3-45	1,75	2,07	1,80	2,00	1,95	1,91 ± 0,12
3-1-25	1,88	2,09	2,14	2,03	2,55	2,14 ± 0,22
3-2-5	2,02	2,07	2,10	1,84	2,32	2,07 ± 0,15
3-2-45	1,99	2,32	1,97	2,06	2,12	2,09 ± 0,13
3-3-25	1,88	2,12	2,01	1,91	1,82	1,95 ± 0,11
1-0-0	1,79	1,75	2,02	1,91	1,86	1,87 ± 0,09
2-0-0	1,94	1,93	1,88	2,00	1,92	1,93 ± 0,04
3-0-0	2,08	2,04	2,11	2,07	1,89	2,04 ± 0,08

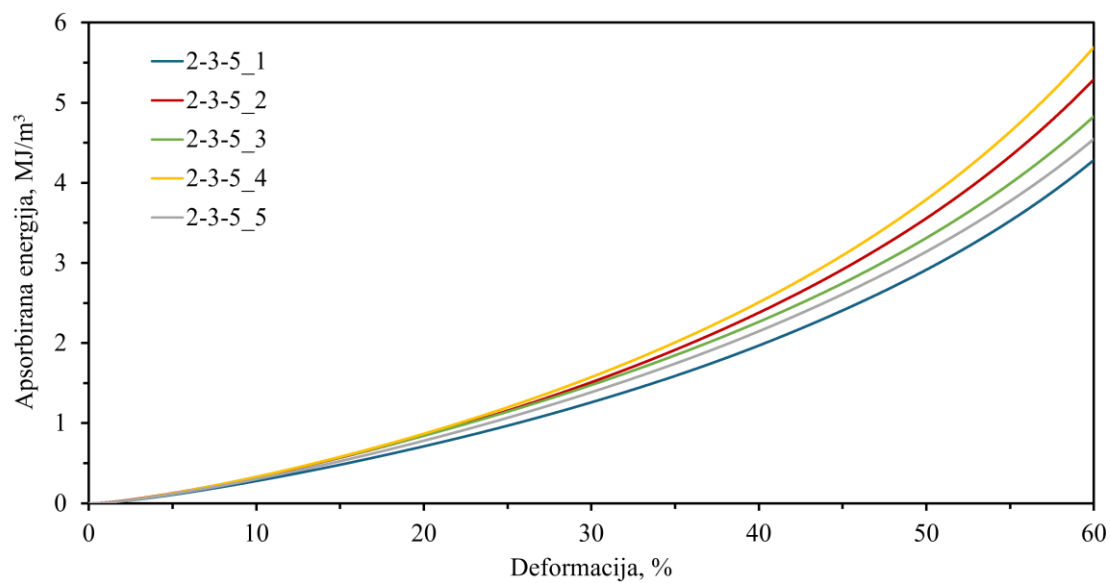
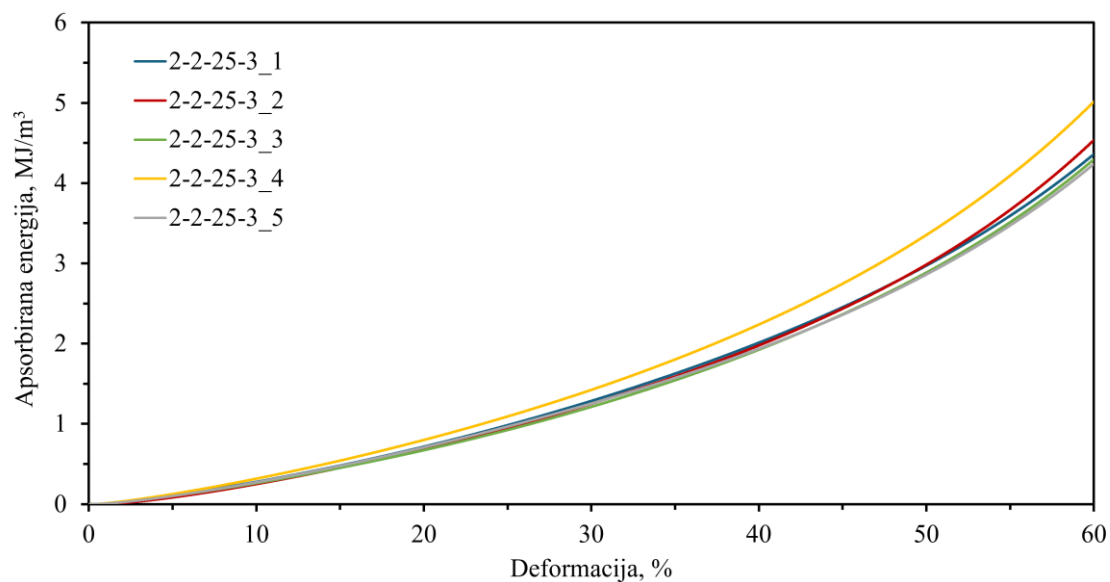
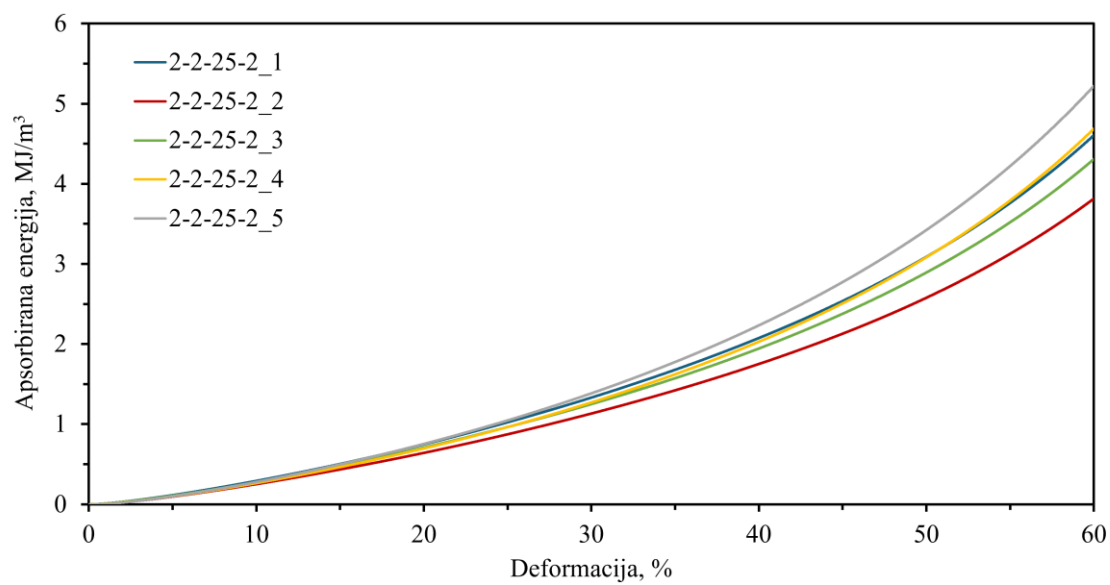
Tablica P10.2 Vrijednosti učinkovitosti apsorpcije energije

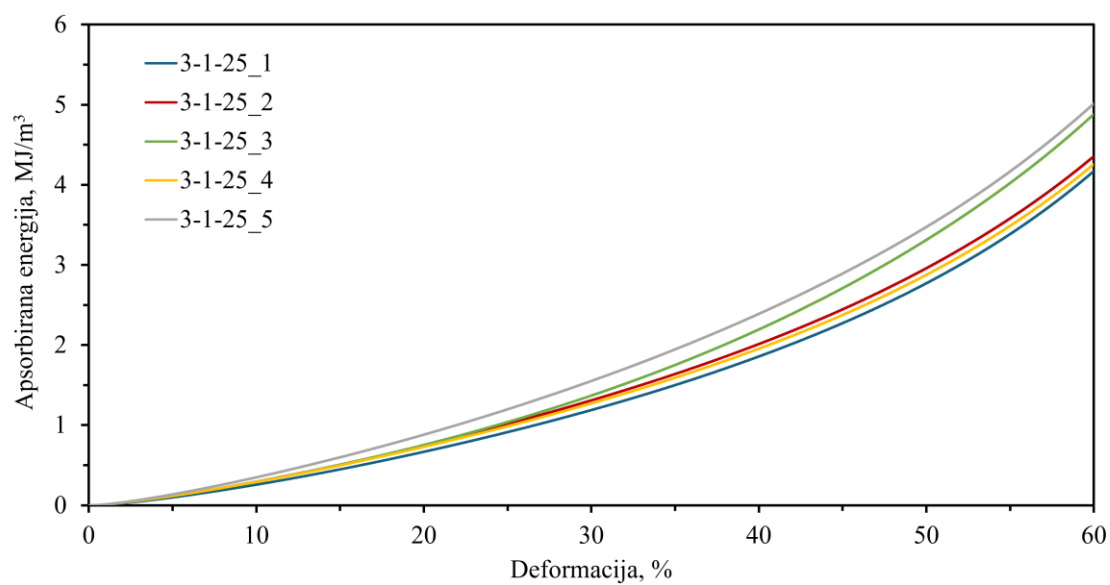
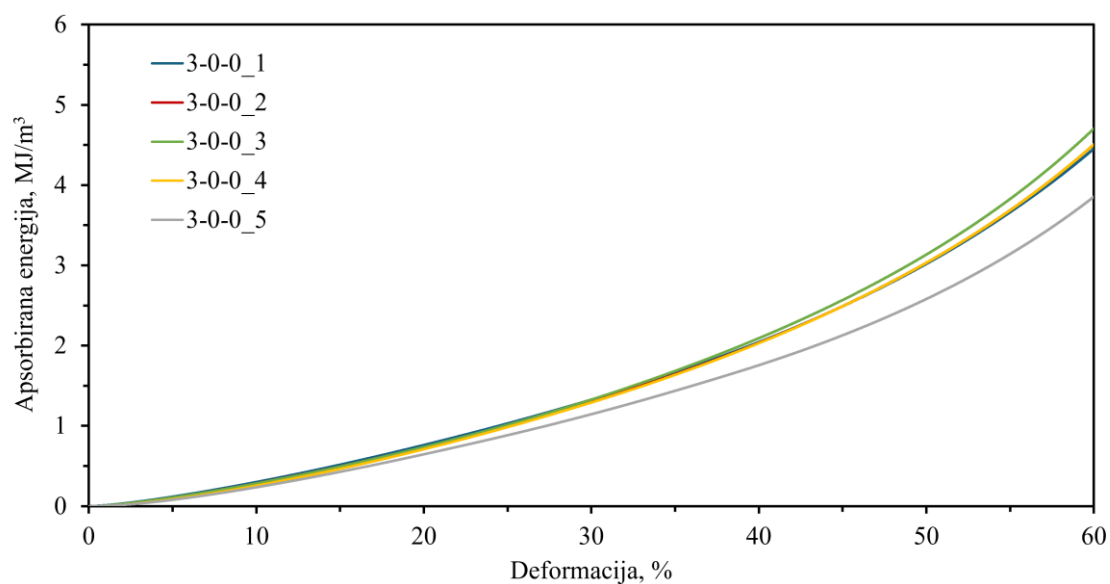
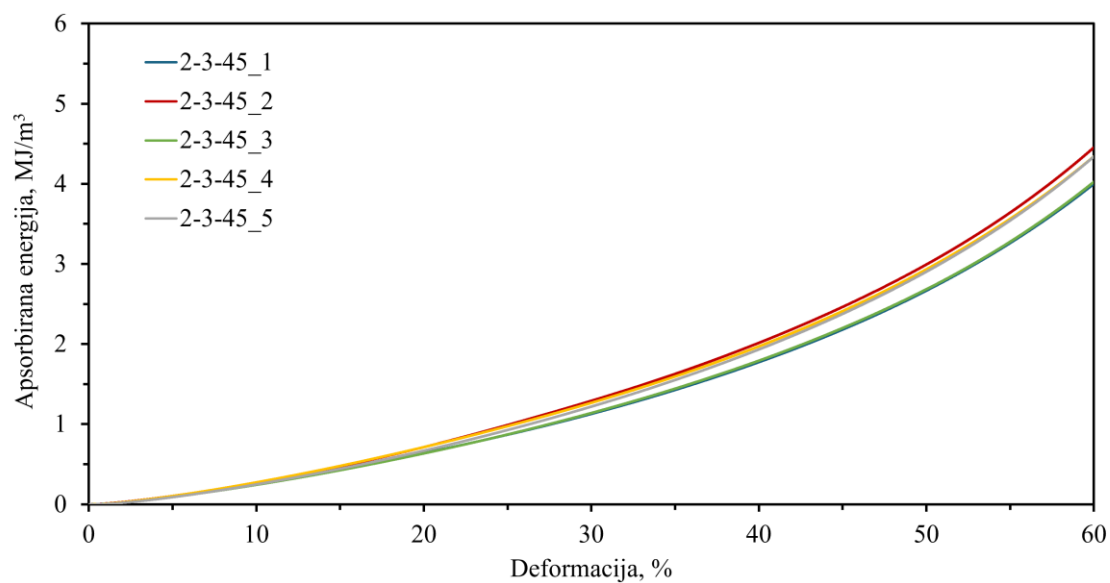
Stanje pokusa	Učinkovitost apsorpcije energije, %					Prosječna učinkovitost apsorpcije energije, %
	1	2	3	4	5	
1-1-25	59,90	54,78	58,52	62,13	55,92	58,25 ± 2,66
1-2-5	59,95	60,12	61,69	59,51	62,39	60,73 ± 1,11
1-2-45	60,41	59,68	59,57	60,52	59,56	59,95 ± 0,42
1-3-25	60,55	59,11	57,76	56,26	60,73	58,88 ± 1,69
2-1-5	62,20	60,56	60,88	59,75	58,32	60,34 ± 1,28
2-1-45	57,61	59,94	60,72	59,90	61,74	59,98 ± 1,36
2-2-25-1	60,67	61,25	59,59	60,03	58,88	60,08 ± 0,82
2-2-25-2	60,79	61,61	60,83	58,25	57,11	59,72 ± 1,73
2-2-25-3	60,68	58,86	58,97	59,90	61,32	59,95 ± 0,96
2-3-5	60,42	59,74	62,42	58,43	61,53	60,51 ± 1,39
2-3-45	59,73	60,21	59,68	60,60	58,97	59,83 ± 0,55
3-1-25	60,40	62,07	57,91	62,22	62,41	61,00 ± 1,70
3-2-5	60,14	59,51	61,07	59,43	60,81	60,19 ± 0,66
3-2-45	59,71	62,04	59,81	57,70	59,61	59,77 ± 1,38
3-3-25	59,59	57,83	58,93	57,41	59,54	58,66 ± 0,89
1-0-0	59,57	58,39	61,60	60,37	62,93	60,57 ± 1,58
2-0-0	60,14	58,28	60,60	56,00	61,23	59,85 ± 1,07
3-0-0	61,72	60,29	59,57	59,60	62,40	60,72 ± 1,15

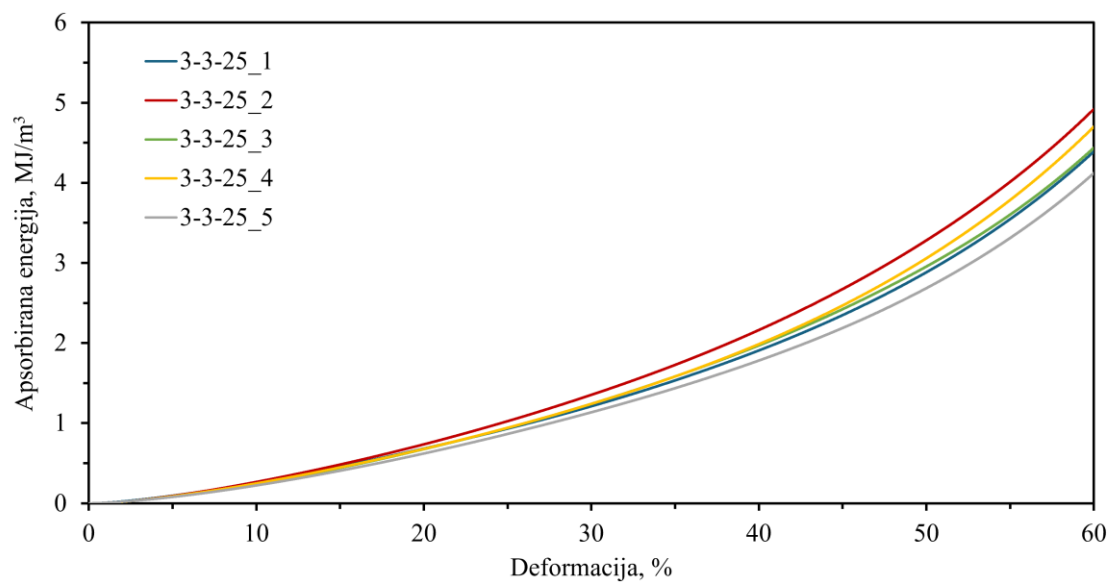
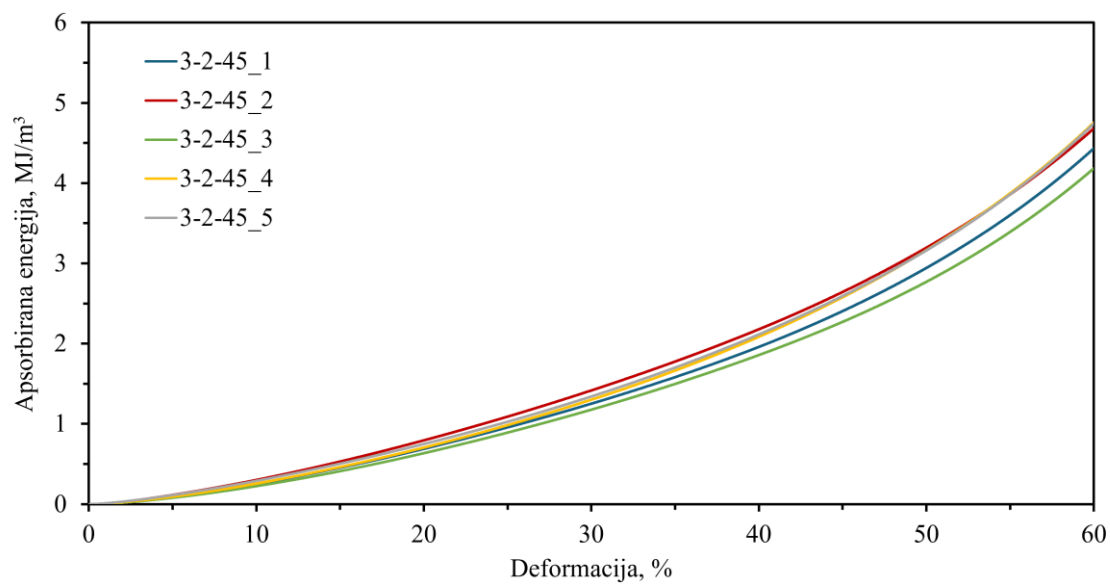
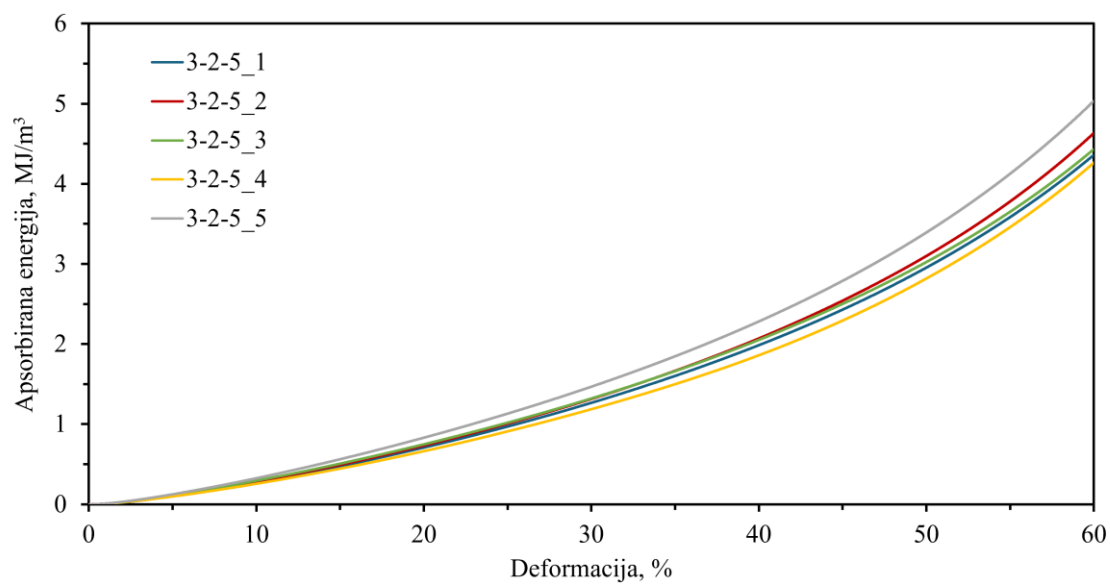
Prilog 11: Dijagrami apsorbirana energija – deformacija











ŽIVOTOPIS

Tomislav Rodinger rođen je 17. lipnja 1991. godine u Čakovcu, gdje završava srednjoškolsko obrazovanje u Tehničkoj školi. Godine 2010. upisuje Fakultet strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu, gdje 2015. godine završava diplomski studij smjera Inženjerstvo materijala te stječe akademski naziv magistra inženjera strojarstva. Nakon završetka studija odlazi raditi u industriju, a 2020. godine vraća se na Fakultet strojarstva i brodogradnje, gdje se zapošljava kao asistent na Katedri za materijale i tribologiju Zavoda za materijale. Uz znanstveno-istraživački rad, sudjeluje i u izvođenju vježbi iz većeg broja kolegija. Istovremeno s radom na Fakultetu nastavlja s obrazovanjem te upisuje poslijediplomski doktorski studij smjera Inženjerstvo materijala.

Dobitnik je stipendije Nacionalnog programa stipendiranja Republike Slovačke, u sklopu koje je četiri mjeseca boravio na Institutu za materijale i mehaniku strojeva Slovačke akademije znanosti. Također je dobitnik stipendije Hrvatske zaklade za znanost, u sklopu koje je proveo tri mjeseca na Institutu za teorijsku i primijenjenu mehaniku Češke akademije znanosti.

Koautor je više znanstveni radova objavljenih u međunarodnim časopisima te je sudjelovao na brojnim znanstvenim konferencijama.

BIOGRAPHY

Tomislav Rodinger was born on June 17, 1991 in Čakovec, where he completed his secondary education at the Technical School. In 2010, he enrolled at the Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, University of Zagreb, where he completed his graduate studies in Materials Engineering in 2015 and obtained the academic title of Master of Mechanical Engineering. After graduating, he went to work in industry, and in 2020, he returned to the Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, where he was employed as an assistant at the Chair of Materials and Tribology of the Department of Materials, where, in addition to scientific research work, he also participates in conducting exercises in a number of courses. In addition to employment at the Faculty, he continued his education and enrolled in postgraduate doctoral studies in Materials Engineering.

He received a scholarship from the National Scholarship Programme of the Slovak Republic, as part of which he spent four months at the Institute of Materials and Machine Mechanics of the Slovak Academy of Sciences. In addition, he is the recipient of a scholarship from the Croatian Science Foundation, during which he spent three months at the Institute of Theoretical and Applied Mechanics of the Czech Academy of Sciences.

He is the co-author of several scientific papers published in international journals and has participated in numerous scientific conferences.

POPIS OBJAVLJENIH RADOVA**Radovi u časopisima:**

- [1] Rodinger T, Ćorić D. Retrogression and Re-Aging of 7xxx Series Aluminum Alloys: A Review of Microstructural Changes and Their Influence on Mechanical Properties and Corrosion Resistance. *Materials Today Communications*. 2025;49:114456. doi: 10.1016/j.mtcomm.2025.114456
- [2] Lukšić H, Rodinger T, Rede V, Švagelj Z, Ćorić D. Comparative Analysis of Microstructure and Properties of Wear-Resistant Structural Steels. *Materials*. 2025;18(17):4002. doi: 10.3390/ma18174002
- [3] Rodinger T, Lukšić H, Ćorić D, Rede V. Abrasion Wear Resistance of Precipitation-Hardened Al-Zn-Mg Alloy. *Materials*. 2024;17(10):2446. doi: 10.3390/ma17102446
- [4] Rodinger T, Ćorić D, Kováčik J. The Effect of Foaming Agents on the Thermal Behavior of Aluminum Precursors. *Materials*. 2024;17(3):710. doi: 10.3390/ma17030710
- [5] Rodinger T, Ćorić D, Alar Ž. The Influence of Foaming Agents on Aluminium Foam Cell Morphology. *Metals*. 2023;13(6):1146. doi: 10.3390/met13061146
- [6] Rodinger T, Ćorić D. Metalne pjene - Svojstva, proizvodnja i primjena. *Sustavi*. 2022;8:4–10.

Radovi u zbornicima skupova:

- [1] Rodinger T, Ćorić D. Foaming Kinetics of Aluminum Precursors with Ceramic Particles Produced by the Powder Metallurgy Method. In: Mihalic Pokopec I, Videršćak D, editors. *Proceedings of the 27th International Conference on Materials, Tribology and Recycling – MATRIB 2026*. Vela Luka, Hrvatska: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju (HDMT), 2026. p. 409–416.
- [2] Rodinger T, Ćorić D. Comparative Analysis of Foaming Agents on the Formation and Structure of Aluminum Foams. In: Alar Ž, Videršćak D, Pustički D, editors. *Proceedings of the International Conference on Materials: Corrosion, Heat Treatment, Testing and Tribology – MTECH 2025*. Plitvička Jezera, Hrvatska: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju (HDMT), 2025. p. 326–333.
- [3] Lukšić H, Rede V, Rodinger T, Ćorić D, Kladarić S. Comparison of Properties of Wear Resistant Structural Steels. In: Rogina A, Bušić M, editors. *Proceedings of the 25th*

- International Conference on Materials, Tribology and Recycling – MATRIB 2024. Vela Luka, Hrvatska: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju (HDMT), 2024. p. 200–210.
- [4] Rodinger T, Lukšić H, Ćorić D, Rede V. The Influence of Artificial Aging Parameters on the Abrasive Wear Resistance of an Al-Zn-Mg Alloy. In: Dumnić B, editor. Proceedings of the 15th International Scientific Conference MMA – Flexible Technologies. Novi Sad, Srbija: Faculty of Technical Sciences, Department of Production Engineering; 2024. p. 115–118. doi: 10.24867/mma-2024-03-007.
- [5] Rodinger T, Ćorić D. The Influence of Different Foaming Agents on Aluminium Foam Pore Size. In: Alar Ž, Jačan J, Žanetić F, editors. Proceedings of the International Conference on Materials: Corrosion, Heat Treatment, Testing and Tribology – MTECH 2023. Cavtat, Hrvatska: Hrvatsko društvo za toplinsku obradu i inženjerstvo površina (HDTOIP); 2023. p. 253–261.
- [6] Ćorić D, Sakoman M, Jakovljević S, Rodinger T. Analysis of Erosion Wear Resistance of Nanostructured WC-Co Modified with TiBN Coating. In: Džijan I, Šolić S, Tropša V, editors. Proceedings of the 24th International Conference on Materials, Tribology and Recycling – MATRIB 2023. Vela Luka, Hrvatska: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju (HDMT); 2023. p. 65–71.
- [7] Rodinger T, Ćorić D. Properties of Aluminium Foams Reinforced with Ceramic Particles. In: Bušić M, Leder Horina J, Tropša V, editors. Proceedings of the 22nd International Conference on Materials, Tribology and Recycling – MATRIB 2022. Vela Luka, Hrvatska: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju (HDMT); 2022. p. 370–377.
- [8] Rodinger T, Ćorić D, Kurtalj L. Analysis of Aluminium Foam Pore Size by Computed Tomography. In: Bušić M, Leder Horina J, Tropša V, editors. Proceedings of the 22nd International Conference on Materials, Tribology and Recycling – MATRIB 2022. Vela Luka, Hrvatska: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju (HDMT); 2022. p. 378–384.
- [9] Rodinger T, Ćorić D. Application of Calcium Carbonate for Foaming Aluminium Foams. In: Cindrić I, Janković L, Kurtela M, editors. Proceedings of the International Conference on Materials: Corrosion, Heat Treatment, Testing and Tribology – MTECH 2021. Šibenik, Hrvatska: Hrvatsko društvo za zaštitu materijala (HDZaMa); 2021. p. 339–347

- [10] Ćorić D, Rodinger T, Sakoman M, Šnajdar Musa M. Determination of Microstructural Characteristics of Nanostructured Cemented Carbide. In: Ćorić D, Šolić S, Ivušić F, editors. Proceedings of the 21st International Conference on Materials, Tribology and Recycling – MATRIB 2021. Vela Luka, Hrvatska: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju (HDMT); 2021. p. 151–160.
- [11] Ćorić D, Meštrović K, Rodinger T, Šolić S. Utjecaj centričnosti prijenosnog etalona sile na rezultate umjeravanja. In: Ćorić D, Šolić S, Ivušić F, editors. Proceedings of the 21st International Conference on Materials, Tribology and Recycling – MATRIB 2021. Vela Luka, Hrvatska: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju (HDMT); 2021. p. 161–170.