

KARAKTERIZACIJA MORFOLOGIJE METALNIH PJENA

MORPHOLOGY CHARACTERIZATION OF METAL FOAMS

Danko Čorić, Toni Begović, Tamara Aleksandrov-Fabijanić

Izvorni znanstveni članak

Sažetak: Metalne pjene predstavljaju novu vrstu i oblik materijala visoke poroznosti. Njihova građa i struktura jedan su od najvažnijih preduvjeta koji određuju svojstva i mogućnosti primjene. Oblik građe i njezin utjecaj na svojstva još nisu u potpunosti proučeni posebice kada se radi o novim proizvodnim tehnikama koje nisu u potpunosti razrađene i kvantitativno opisane te nije ovladano upravljanje procesima izrade. Budući da se na svojstva primarno utječe promjenom parametara procesa proizvodnje ovaj rad predstavlja doprinos razumijevanju utjecaja temperature upjenjavanja na morfologiju metalnih pjena kroz kvantificiranje strukturnih veličina kao što su volumni udio ćelija, njihova veličina, oblik i raspodjela te debljina i tvrdoća stijenki ćelija. Kvantifikacija strukturnih parametara provedena je pomoću nekoliko stereoloških metoda koje su dale slične rezultate. Razumijevanjem utjecaja temperature upjenjavanja na građu metalne pjene otvaraju se mogućnosti za postizanje boljih svojstava, a time i veću komercijalnu zastupljenost.

Ključne riječi: Metalna pjena, morfologija, ćelijasta struktura, upjenjavanje

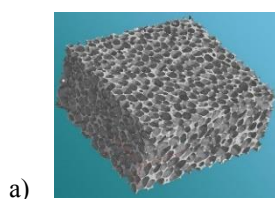
Original scientific paper

Abstract: Metal foams are a new type and form of material which possess a high porosity. Their structure is one of the most important prerequisites which determine the properties and application possibilities. The shape of the structure and its influence on the properties have not been fully studied especially when it comes to new production techniques that are still not fully developed and quantitatively described. Therefore, the management of processes is not fully mastered. This paper is a contribution to the understanding of the influence of the foaming temperature on the morphology of metal foams since the properties are primarily affected by changing the parameters of the production process. Structural parameters, such as the volume fraction of cells, size, shape and distribution of cells and thickness and hardness of cell walls were quantified. The quantification of structural parameters was performed using several stereological methods which showed similar results. Understanding the influence of the foaming temperature on the structure of metal foam creates opportunities for the achievement of better properties and consequently greater commercial use.

Keywords: Metal foam, morphology, cell structure, foaming

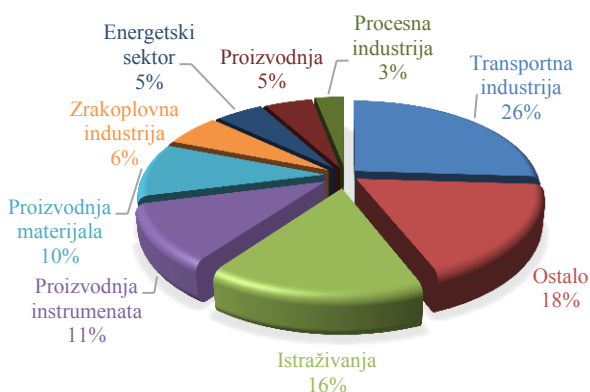
1. UVOD

Metalne pjene predstavljaju relativno novu vrstu materijala koji se razvija na osnovi oponašanja strukture i svojstava prirodnih ćelijastih materijala kao što su drvo, kosti, koralji itd. Radi se o posebnom obliku ćelijastih metala koji uglavnom nastaju od tekućih metalnih pjena i imaju specifičnu morfologiju. Čelije mogu biti okruglog ili poliedarskog oblika, otvorene ili zatvorene ovisno o procesu proizvodnje, slika 1.



Slika 1. Građa metalnih pjena: zatvorene ćelije (a), otvorene ćelije (b)

Primjena metalnih pjena prvenstveno proizlazi iz njihovih svojstava. Iako uporaba u industrijskoj praksi nije previše raširena, one pokazuju veliki potencijal, slika 2. Glavne prednosti metalnih pjena su: iznimno mala masa, velika specifična krutost, prilagodljiva toplinska svojstva – ovisno o strukturi (otvorene ili zatvorene ćelije), vrlo dobra mogućnost apsorpcije energije udara, vibracija i zvuka, vatrootpornost, recikličnost itd.



Slika 2. Potencijal metalnih pjena u pojedinim industrijskim granama

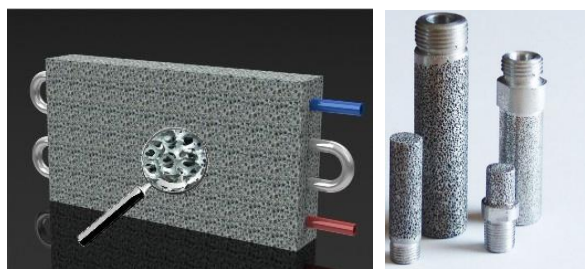
Zahvaljujući specifičnim svojstvima ove pjene nalaze primjenu na mnogim konstrukcijskim područjima (dijelovi cestovnih i tračnih vozila, letjelica, brodova, graditeljstvo i sl.), ali i kao funkcionalni materijali koji uključuje apsorbere udara, izmjenjivače topline, prigušivače zvuka i vibracija, protubalističku zaštitu, različite filtere itd, slika 3.



a)



b)



c)

d)

Slika 3. Primjeri primjene metalnih pjena: apsorber udara (a), protubalistički oklop (b), izmjenjivač topline (c), filteri (d)

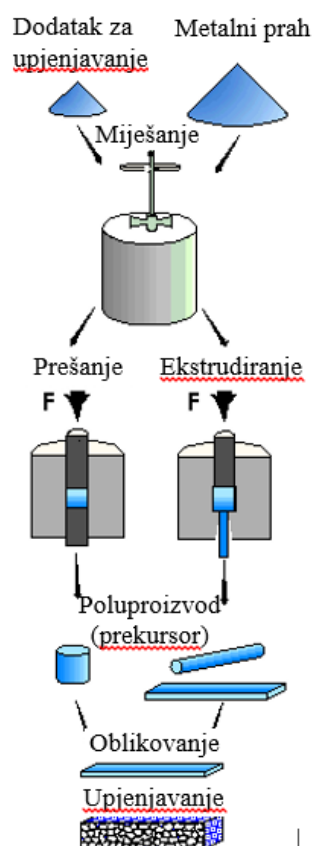
Glavni problem za industrijsku primjenu predstavlja nedovoljno poznavanje proizvodnih postupaka (neujednačena kvaliteta materijala) i neistražene

mogućnosti primjene. Neke od proizvodnih tehnika nisu još u potpunosti razrađene i nije usavršeno upravljanje parametrima tehnološkog postupka što može rezultirati neželjenim varijacijama građe i svojstava metalnih pjena, što se svakako želi izbjeći. Tako su najčešći nedostaci poznatih proizvodnih postupaka sljedeći:

- nedostatak razumijevanja osnovne mehanike metalnih pjena;
- nemogućnost proizvodnje pjena konstantne kvalitete pomoću prethodno definiranih parametara. To je posljedica činjenice da su sva dosadašnja istraživanja bila empirijskog karaktera bez detaljnog poznavanja osnova procesa upjenjavanja metala. Upravo mogućnost postizanja točno određenih svojstava metalnih pjena na temelju prethodno postavljenih parametara bitna je za njihovu masovnu primjenu.

2. MATERIJAL I EKSPERIMENTALNI POSTUPAK

Uzorci pjenastog metala izrađeni su od metalnog praha. Na samom početku procesa miješaju se prah čistog metala ili legure i dodatak koji pospješuje upjenjavanje, slika 4. Kao raspršujući agens najčešće se koristi titanov hidrid (TiH₂). Nastala mješavina zatim se sabija u poluproizvod (prekursor) oblika šipke ili pločice. Tehnike sabijanja u metalnu matricu mogu biti različite: prešanje, ekstrudiranje, valjanje praha itd.



Slika 4. Proces proizvodnje FOAMINAL-ALULIGHT metalne pjene

Takav poluproizvod mora biti pažljivo napravljen jer poroznost i druge nepravilnosti uzrokuju loše rezultate u

kasnijim fazama procesa. U radu je korišten aluminijски precursor AlMgSi0,6 s udjelom 0,4 % TiH₂. Ovaj precursor, poznat pod komercijalnim nazivom ALULIGHT, reže se u manje komade i stavlja u kalup. Masa prekursora (m_p) koja osigurava određeni stupanj poroznosti određuje se iz jednadžbe:

$$m_p = \rho_r \cdot \rho_{Al} \cdot V_k, \quad (1)$$

gdje su:

ρ_r - relativna gustoća pjene;

ρ_{Al} - gustoća aluminija ($\rho_{Al}=2700 \text{ kg/m}^3$);

V_k - volumen kalupa ($V_k=0,0000431 \text{ m}^3$).

Za zahtijevanu poroznost od 65 % i relativnu gustoću pjene $\rho_r=0,35$ masa prekursora iznosi 40,73 g. Kalup se potom čvrsto zatvara i stavlja u peć te zagrijava na temperaturu iznad likvidusa. Dodatak (raspršujući agens) se raspada na Ti i plinoviti H₂ koji uzrokuje širenje i stvarnje visoko poroznog materijala. Proizvod zadržava oblik kalupa (slika 5) i ima zatvorne ćelije promjera 1 do 5 mm.



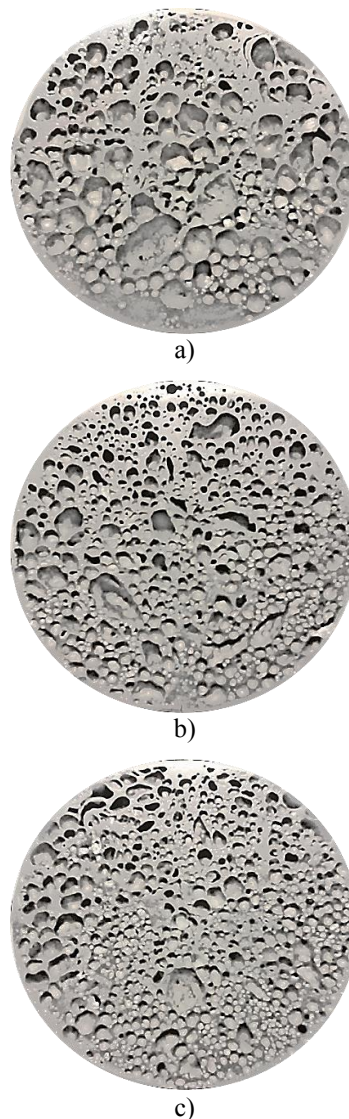
Slika 5. Uzorak metalne pjene

Ovaj postupak nije ograničen samo na aluminij, već se njime mogu proizvoditi pjene na osnovi cinka, mjedi, olova, zlata i drugih metala ovisno o parametrima procesa. Upjenjavanje se događa u polučvrstom stanju jer se TiH₂ raspada na temperaturi 465 °C što je niže od tališta aluminija. Sve to pospješuje upjenjavanje aluminija koji se zatim zagrijava do taljenja. Nakon hlađenja ispod temperature tališta tekuća se pjena pretvara u čvrstu pjenu i stvara visoko porozni materijal. Komercijalni naziv za ovako proizvedene pjene je „FOAMINAL-ALULIGHT“.

Vrijeme potrebno za potpunu ekspanziju pjene i ispunjavanje kalupa ovisi o temperaturi i veličini poluproizvoda i iznosi oko nekoliko minuta. Stupanj maksimalne ekspanzije, a time i gustoća pjene može se kontrolirati udjelom raspršujućeg agensa, ali i podešavanjem parametara kao što su temperatura i vrijeme. S ciljem određivanja utjecaja režima toplinske obrade na morfologiju metalnih pjena provedeno je upjenjavanje na tri različite temperature: 700, 750 i 800 °C. Kod svake temperature mjereno je vrijeme do maksimalne ekspanzije tj. kada prva kap rastaljenog aluminija počinje istjecati kroz otvor na gornjoj strani kalupa.

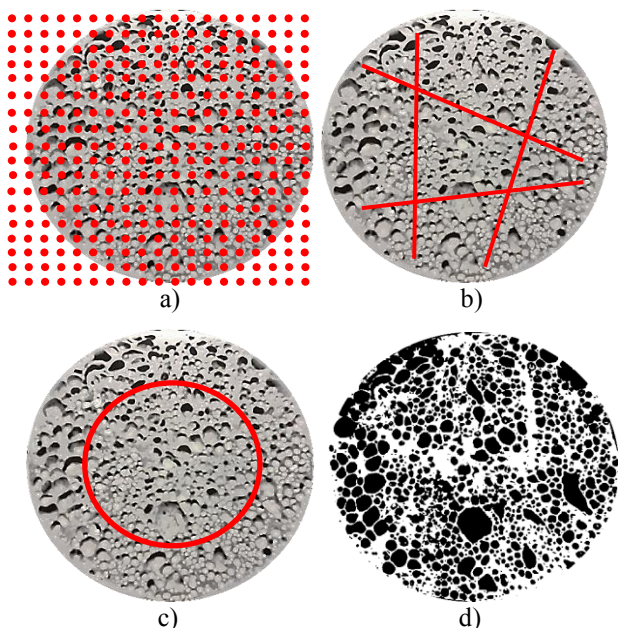
Za potrebe morfološke analize uzorci su moraju metalografski pripremiti kroz postupke rezanja, brušenja

i poliranja. Rezanje je provedeno na automatskoj rezalici s dijamantnom pločom uz mali broj okretaja i obilno vodeno hlađenje. Pri tom je potrebno voditi računa da se stjenke ćelija ne deformiraju kako bi zadržale izvorni oblik. U sljedećoj fazi, brušenju, na brusilici Phoenix Alpha 60-1996-230, proizvođača Buehler, uklonjeni su tragovi rezanja. Tijekom brušenja su korišteni brusni papiri različite granulacije silicij karbidnog abraziva (P320, P600, P1200 i P2500). Između svake promjene brusnog papira uzorci su tretirani u ultrazvučnoj kupki. Nakon brušenja slijedi poliranje pomoću dijamantne paste veličine abrazivnih čestica 1 μm. Slika 6 prikazuje pripremljene uzorke metalnih pjena.



Slika 6. Uzorci Al-pjene upjenjeni na temperaturama: 700 °C (a), 750 °C (b), 800 °C (c)

Na ovim uzorcima je provedena je stereološka analiza građe i strukture koja uključuje određivanje volumnog udjela ćelija, njihove veličine, oblika i raspodjele. Stereologija je disciplina koja kvantitativno procjenjuje trodimenzionalnu unutrašnju građu tijela iz njegovih dvodimenzionalnih presjeka. Analiza morfologije je provedena pomoću nekoliko različitih analitičkih postupaka, te uz pomoć programa za analizu slike, slika 7.



Slika 7. Postupci analize morfologije: metoda s točkama (a); metoda s crtama (b); metoda s krugom (c); metoda pomoću računalnog programa za analizu slike (d)

Kod metode s točkama uzorak ili njegova slika prekriva se referentnom prozirnomo folijom s ucrtanom mrežom točaka s ciljem određivanja poroznosti pjene. Metoda s crtama koja također omogućuje određivanje udjela ćelija, ali i njihove veličine i debljine stijenki temelji se na pretpostavci da zbroj duljina linije preko ćelija (l_c) u odnosu na ukupnu duljinu linije (l_{uk}) dobro aproksimira analizirani parametar. Za valjane rezultate potreban je veći broj linija tako da su u radu korištene četiri linije, svaka duljine $l_{uk}=35$ mm. Analizirane veličine određene su iz izraza:

- volumni udio ćelija (V_c): $V_c = \frac{l_c}{l_{uk}}$, (2)

- srednji promjer ćelija (\bar{d}_c): $\bar{d}_c = \frac{l_c}{n}$, (3)
gdje je n - broj ćelija koje linija sječe,

- srednja debljina stijenke ćelija (\bar{d}_s): $\bar{d}_s = \frac{l_s}{n}$, (4)
gdje je l_s - duljina preko stijenki ($l_s = l_{uk} - l_c$).

Kod metode s krugom gustoća ćelija (N_c) slijedi iz jednadžbe:

$$N_c = M^2 \cdot \frac{n_u + \frac{1}{2}n_k}{A_K}, \quad (5)$$

gdje su: M – povećanje,
 n_u i n_k - broj ćelija unutar kruga odnosno na kružnici,
 A_K - površina kruga.

Srednji promjer ćelija (\bar{d}_c) određuje izraz:

$$\bar{d}_c = \sqrt{\frac{A_c \cdot 4}{\pi}}, \quad (6)$$

gdje je \bar{A}_c - srednja površina ćelija ($\bar{A}_c = 1/N_c$).

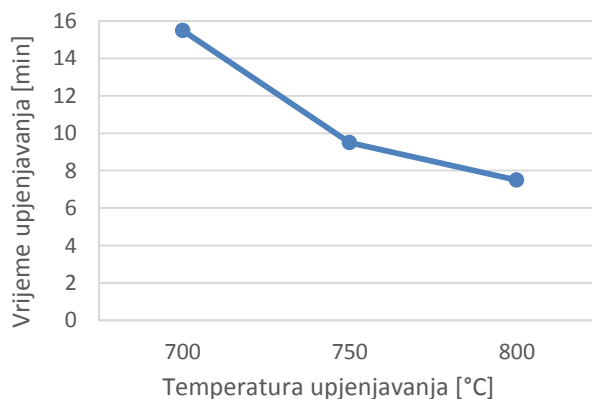
Također je razmatran i faktor oblika ćelija (F_c) koji predstavlja omjer minimalnog (d_{min}) i maksimalnog promjera (d_{max}) ćelije.

Osim navedenih analitičkih postupaka morfološka analiza je načinjena i uz pomoć računalnog programa "ImageJ" (*Image processing and analysis in Java*). Digitalizacijom se slika pretvara u skupinu točaka (piksela) određenog stupnja sivila tako da ćelije postaju crno obojane, a njihove stijenke bijelo.

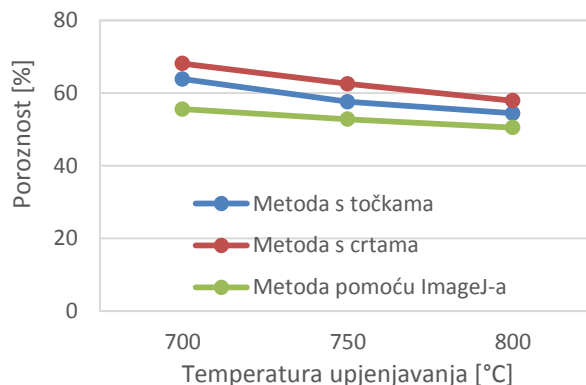
Za potrebe ispitivanja tvrdoće stijenki ćelija korištena je Vickersova metoda koja omogućuje mjerenje mikrotvrdoće primjenom malog opterećenja. Sila utiskivanja dijamante piramide iznosila je 0,098 N što odgovara metodi HV0,01. Mjerenja su obavljena na tvrdomjeru Instron Tukon 2100B proizvođača Wilson-Wolpert. Brzina primicanja indentora ispitnoj površini bila je $\approx 0,2$ mm/s, vrijeme opterećenja 15 s, a ispitna temperatura u granicama 23 ± 5 °C. Tijekom mjerenja osobita pažnja je posvećena vibracijama koje mogu nepovoljno utjecati na točnost mjerenja. Tvrdoća je određena na osnovi 20 mjerenja na svakom uzorku.

3. ANALIZA REZULTATA

Dobiveni rezultati su pokazali da se porastom temperature upnjavanja skraćuje vrijeme ekspanzije pjene kako to prikazuje dijagram na slici 8.



Slika 8. Dijagram upnjavanja metalne pjene



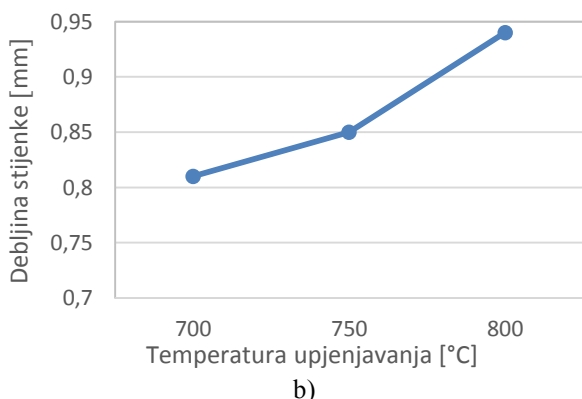
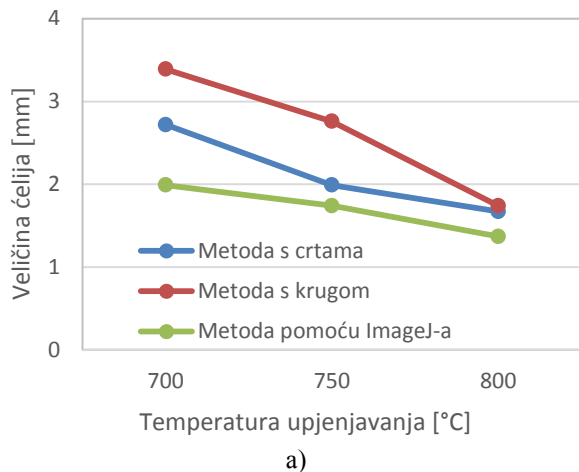
Slika 9. Ovisnost poroznosti o temperaturi upnjavanja

Vrijeme upnjavanja ne smije biti ni prekratko ni predugo jer uz dulje držanje dolazi do prevelikog gubitka materijala pri čemu pjena usahne zbog urušavanje

čelijaste strukture dok u slučaju prekratkog držanja u peći upjenjavanje neće biti potpuno.

Na slici 9 prikazana je ovisnost stupnja poroznosti pjene o režimu upjenjavanja za područje temperatura od 700 do 800 °C. Sve tri metode jasno pokazuju da se porastom temperature upjenjavanja smanjuje volumni udio ćelija, a time i poroznost metalne pjene.

Usporedno sa sniženjem stupnja poroznosti smanjuje se i veličina ćelija pri višim temperaturama upjenjavanja, slika 10a).

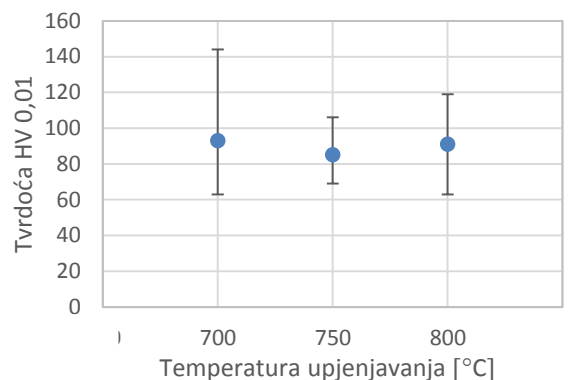


Slika 10. Ovisnost veličine ćelija (a) i debljine stijenki ćelija (b) o temperaturi upjenjavanja

Sve tri metode ukazuju na smanjenje veličine ćelija porastom temperature prema 800 °C. Kod metode s crtama srednji promjer ćelija za temperaturu 700 °C iznosi 2,72 mm dok je za 800 °C samo 1,67 mm. Slična je situacija i kod metode s krugom koja rezultira neznatno većim vrijednostima (3,39 mm za 700 °C odnosno 1,74 mm za 800 °C), dok je najmanja veličina ćelija izmjerena pomoću računalnog programa ImageJ i to u rasponu od 1,99 mm (700 °C) do 1,37 mm (800 °C).

Smanjenje volumnog udjela i veličine ćelija uzrokuje povećanje debljine stijenke tako da je najmanja debljina 0,81 mm zabilježena kod uzorka toplinski obrađenog pri 700 °C, a najveća 0,94 mm za uzorak upjenjen na 800 °C, slika 10b). Slika 11 prikazuje srednje vrijednosti tvrdoća stijenki ćelija za različite temperature upjenjavanja. Očito je da svi uzorci pokazuju približno istu tvrdoću stijenke u rasponu od 85 do 93 HV uz veliko

rasipanje koje se može pripisati mjernoj metodi (HV 0,01) i izrazito maloj debljini stijenke.



Slika 11. Ovisnost tvrdoće stijenki ćelija o temperaturi upjenjavanja

4. ZAKLJUČAK

Problemi u proizvodnji i primjeni metalnih pjena danas još uvijek proizlaze iz nepotpunog ovladavanja parametrima procesa izrade tako da su istraživanja velikom dijelom usmjerena na unaprjeđenje proizvodnog procesa čime bi se dobili što kvalitetniji i ujednačeniji materijali predvidljive strukture i svojstava.

Za većinu tehnoloških procesa trenutno nema primjenjivog teorijskog ili numeričkog modela koji bi omogućio predviđanje ponašanja materijala tijekom upjenjavanja. Poboljšanja se čine metodom pokušaja i pogrešaka čemu u prilog ide i ovaj rad i njegovi rezultati.

Upjenjavanje pri višim temperaturama iziskuje kraće vrijeme, ali i veći utrošak energije. U slučaju prekratkog ili predugog držanja u peći nastaje defektan uzorak koji svojim svojstvima ne može zadovoljiti zahtjeve krajnje primjene jer se radi o djelomično upjenjenom materijalu ili pak materijalu gdje je došlo do urušavanja ćelijaste strukture uslijed prevelike poroznosti.

Porastom temperature upjenjavanja smanjuje se poroznost pjene kao posljedica manjeg volumnog udjela ćelija. To se objašnjava činjenicom da se dio materijala troši na formiranje vanjske stijenke uzorka, a drugi dio tvori relativno velike čvorove oko ćelija koje su uz to i debljih stijenki. Za režime upjenjavanja 700 i 750 °C stereološka metoda kvantitativne analize s crtama daje vjerodostojnije rezultate u pogledu volumnog udjela ćelija nego metoda s točkama ili računalni program ImageJ.

S gledišta morfološke građe radi se o zatvorenim ćelijama pri čemu niže temperature upjenjavanja osiguravaju veće ćelije, nepravilnog i izduženog oblika dok više temperature rezultiraju manjim, pretežno okruglim ćelijama. Faktor oblika ćelija varira u rasponu od 0,778 (700 °C) do 0,814 (800 °C). Kod određivanja dimenzija ćelija treba biti oprezan jer se njihova veličina najčešće kvantificira kao promjer kruga koji ima istu površinu kao i ćelija na metalografskom presjeku. U idealnom slučaju promjer kruga trebao bi biti jednak promjeru kugle istog volumena kao što je i volumen ćelije. Budući da kod rezanja ravnina presjeka prolazi

posve slučajno kroz ćelije može se desiti da mala površina na metalografskom presjeku zapravo predstavlja dio (vrh) znatno veće ćelije. Samo mali broj ćelija od njih stotinu presijeca se upravo po najvećem presjeku. To je razlog što je stvarna veličina ćelija uvijek nešto veća od one izmjerene.

Što se tiče tvrdoće stijenki ćelija svi uzorci pokazuju podjednaku tvrdoću oko 90 HV0,01 neovisno o temperaturi upjenjavanja. Budući da je tvrdoća mjerena s malim opterećenjem izmjerene mikrotvrdoće znatno su više od makrotvrdoća koje se dobivaju primjenom većih sila utiskivanja. Kod mjerenja tvrdoće stijenki ćelija javlja se čitav niz problema počevši od male debljine stijenke koja potiče pojačano plastično tečenje materijala pri utiskivanju Vickersove piramide i iziskuje male sile utiskivanja te odsutnost vibracija do odabira mjernog mjesta koje može biti na čvoru ispod kojeg se nalazi nova ćelija što uzrokuje preveliku indentaciju tijekom utiskivanja.

S gledišta inženjerske primjene metalnih pjena odabir parametara upjenjavanja u velikoj mjeri ovisi i o zahtjevima krajnje primjene. Ukoliko se radi o mehanički opterećenim dijelovima povoljnije će biti više temperature upjenjavanja koje osiguravaju nižu poroznost i ćelije manjih dimenzija te veće debljine stijenke, dok će za neke funkcionalne primjene primjerenije biti pjene građe i strukture koja se postiže pri nižim temperaturama obrade.

5. LITERATURA

- [1] Filetin, T.; Kramer, I.; Marić, G.: Metalne pjene, Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, Zagreb, 2003.
- [2] Banhart, J.: Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams, Progress in Materials Science, 2001., br. 46, str. 559-632
- [3] Janus – Michalska, M.; Pecherski, R.B.: Macroscopic Properties of Open – Cell Foams Based on Micromechanical Modelling, Technische Mechanik, 2003., br. 23, str. 234-234
- [4] Bhattacharya, A.; Calmidi, V.V.; Mahajan, R.L.; Thermophysical properties of high porosity metal foams, International Journal of Heat and Mass Transfer, 2002., br. 45, str. 1017-1031
- [5] Weaire, D.; Cox, S.J.; Banhart, J.: Methods and Models of Metallic Foam Fabrication, Annual Conference in Composites Engineering, 2001., br. 8, str. 977-978
- [6] Gibson, L.J.: Mechanical Behavior of Metallic Foams, Annual Revue of Materials Science, 2000., br. 30, str. 191-227
- [7] Ashby, M.F.; Evans, A.G.; Fleck, N.A.; Gibson, L.J.; Hutchinson J.W.; Wadley, H.N.G.: Metal Foams: A Design Guide, Butterworth – Heinemann, United States of America, 2000.
- [8] Banhart, J.; Fleck, N.; Mortensen, A.: Cellular Metals: Manufacture, Properties, Applications, Verlag MIT Publishing, Berlin, 2003.
- [9] <http://www.metalfoam.net> (dostupno 11.05.2015.)

[10] http://en.wikipedia.org/wiki/Metal_foam (dostupno 12.05.2015.)

[11] <http://www.ergaerospace.com/Material-Applications-guide.html> (dostupno 29.04.2015.)

Kontakt autora:

Danko Ćorić, prof.dr.sc.

Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje
Ivana Lučića 5, 10000 Zagreb
Tel. 01 6168 312
Fax. 01 6157 106
e-mail: danko.coric@fsb.hr.