

# Istraživanje utjecaja starenja na mehanička svojstva nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi

---

Racan, Toni

Master's thesis / Diplomski rad

2022

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Pula / Sveučilište Jurja Dobrile u Puli**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:137:239175>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-08-03**



Repository / Repozitorij:

[Digital Repository Juraj Dobrila University of Pula](#)



Sveučilište Jurja Dobrile u Puli  
Tehnički fakultet u Puli



**Toni Racan**

**Istraživanje utjecaja starenja na mehanička svojstva nanokompozita od Al-  
legure i ugljikovih nanocijevi**  
Diplomski rad

Pula, prosinac, 2022.

Sveučilište Jurja Dobrile u Puli  
Tehnički fakultet u Puli



**Toni Racan**

**Istraživanje utjecaja starenja na mehanička svojstva nanokompozita od Al-  
legure i ugljikovih nanocijevi**

Diplomski rad

**JMB: 0069074249, redovan student**

**Studijski smjer: Strojarsstvo - Računalno inženjerstvo**

**Predmet: Metodologija znanstvenog istraživanja**

**Znanstveno područje: Tehničke znanosti**

**Znanstveno polje: Strojarsstvo**

**Znanstvena grana: Strojarsstvo**

**Mentor: doc.dr.sc. Vedrana Špada dipl.ing**

Pula, prosinac, 2022.

## ZAHVALA

*Zahvaljujem se mentorici doc.dr.sc. Vedrani Špadi na povjerenju, strpljenju, vodstvu i pomoći prilikom izrade ovog rada.*

*Zahvaljujem se svim članovima laboratorija Istarskog veleučilišta – Università Istriana di Scienze na pomoći pri korištenju instrumenata za provedbu istraživanja.*

*Hvala svim prijateljima i kolegama na podršci tijekom studiranja.*

*Također se zahvaljujem obitelji na podršci tijekom studiranja.*

*Posebno hvala mojoj curi na razumijevanju, bezrezervnoj pomoći i moralnoj podršci tijekom studiranja.*

doc.dr.sc. Vedrana Špada dipl.ing  
(Ime i prezime nastavnika)



Tehnički fakultet u Puli

Metodologija znanstvenog istraživanja  
(Predmet)

**Sveučilište Jurja Dobrile u Puli**

**TEHNIČKI FAKULTET U PULI**

**ZADATAK TEME DIPLOMSKOG RADA**

**Pristupniku Toni Racan**

**MBS: 40-PS**

**Studentu/ci stručnog studija Tehničkog fakulteta u Puli izdaje se zadatak za diplomski rad – tema diplomskog rada pod nazivom:**

**Istraživanje utjecaja starenja na mehanička svojstva nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi**

**Sadržaj zadatka: Proučiti aluminijske legure, nanokompozite i ugljikove nanocijevi. U laboratoriju Istarskog veleučilišta – Università Istriana di Scienze applicate provesti mehanička ispitivanja i kemijske analize na uzorcima. Usporediti dobivene rezultate s rezultatima iz doktorske disertacije doc. dr.sc. Vedrane Špade dipl.ing. i donijeti zaključke provedenog istraživanja.**

Rad obraditi sukladno odredbama Pravilnika o diplomskom radu Sveučilišta u Puli.

**Datum:** 15. prosinac 2022

**Potpis nastavnika** \_\_\_\_\_

**Potpis nastavnika** \_\_\_\_\_



## IZJAVA O AKADEMSKOJ ČESTITOSTI

Ja, dolje potpisani Toni Racan kandidat za magistar inženjer / magistra inženjerka strojarstva ovime izjavljujem da je ovaj diplomski rad rezultat isključivo mojega vlastitog rada, da se temelji na mojim istraživanjima te da se oslanja na objavljenu literaturu kao što to pokazuju korištene bilješke i bibliografija. Izjavljujem da niti jedan dio diplomskog rada nije napisan na nedozvoljen način, odnosno da je prepisan iz kojega necitiranog rada, te da ikoji dio rada krši bilo čija autorska prava. Izjavljujem, također, da nijedan dio rada nije iskorišten za koji drugi rad pri bilo kojoj drugoj visokoškolskoj, znanstvenoj ili radnoj ustanovi.

Student

\_\_\_\_\_

U Puli, prosinac, 2022. godine



IZJAVA  
o korištenju autorskog djela

Ja, Toni Racan dajem odobrenje Sveučilištu Jurja Dobrile u Puli, kao nositelju prava iskorištavanja, da moj diplomski rad pod nazivom „Istraživanje utjecaja starenja na mehanička svojstva nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi“ koristi na način da gore navedeno autorsko djelo, kao cjeloviti tekst trajno objavi u javnoj internetskoj bazi Sveučilišne knjižnice Sveučilišta Jurja Dobrile u Puli te kopira u javnu internetsku bazu završnih radova Nacionalne i sveučilišne knjižnice (stavljanje na raspolaganje javnosti), sve u skladu s Zakonom o autorskom pravu i drugim srodnim pravima i dobrom akademskom praksom, a radi promicanja otvorenoga, slobodnoga pristupa znanstvenim informacijama.

Za korištenje autorskog djela na gore navedeni način ne potražujem naknadu.

U Puli, 15. prosinac 2022. (datum)

Student

---

## Sadržaj

|   |    |
|---|----|
| 1. Uvod.....  | 1  |
| 1.1. Predmet, svrha i ciljevi istraživanja .....  | 1  |
| 1.2. Znanstvena hipoteza i metodologija istraživanja .....  | 2  |
| 1.3. Očekivani znanstveni doprinos i primjena rezultata istraživanja .....                        | 2  |
| 1.4. Struktura diplomskog rada .....  | 2  |
| 2. Materijali.....  | 3  |
| 2.1. Sistematizacija materijala.....  | 5  |
| 2.2. Kompozitni materijali.....   | 6  |
| 2.2.1. Kompoziti s polimernom matricom .....  | 10 |
| 2.2.2. Kompoziti s keramičkom matricom .....  | 11 |
| 2.2.3. Kompoziti s metalnom matricom .....  | 11 |
| 2.3. Nanokompozitni materijali .....  | 12 |
| 2.3.1. Nanokompoziti s polimernom matricom .....  | 12 |
| 2.3.2. Nanokompoziti s metalnom matricom .....  | 13 |
| 2.4. Ugljikova vlakna .....   | 14 |
| 2.4.1. Ugljikove nanocijevi .....   | 15 |
| 2.5. Legure aluminija sa silicijem (Al-Si) $AlSi_9Cu_3(Fe)$ .....                                 | 17 |
| 2.6. Visokotlačno lijevanje.....  | 18 |
| 2.7. Novi materijali u automobilske industriji.....   | 19 |
| 2.8. Ispitivanja svojstava materijala.....  | 20 |
| 2.8.1. Ispitivanje čvrstoće materijala .....  | 21 |
| 2.8.2. Ispitivanje tvrdoće materijala.....  | 22 |
| 2.8.3. Ispitivanje kemijskog sastava.....   | 23 |
| 2.8.4. Mikroskopske analize – Optički mikroskop .....   | 24 |
| 2.8.5. Mikroskopske analize – Elektronski mikroskop.....  | 27 |
| 3. Istraživanje svojstava nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi nakon starenja ..... | 29 |
| 3.1. Ispitivanje vlačne čvrstoće nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi .....         | 30 |
| 3.2. Priprema uzoraka za daljnje ispitivanje.....   | 34 |
| 3.3. Mjerenje tvrdoće prema Vickersu nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi.....      | 39 |
| 3.4. Ispitivanje kemijske analize uzoraka nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi..... | 42 |



|  |    |
|--|----|
| 3.5. Analiza mikrostrukture uzoraka nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi .....             | 45 |
| 3.6. SEM i EDS analiza uzoraka nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi .....                  | 47 |
| 3.7. EDS analiza uzorka B10 .....  | 50 |
| 3.8. EDS analiza uzorka M16.....   | 53 |
| 4. Usporedba rezultata prije i poslije starenja nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi ..... | 56 |
| 4.1 Usporedba rezultata vlačnog testa.....   | 56 |
| 4.2 Usporedba rezultata ispitivanja tvrdoće prema Vickersu .....   | 58 |
| 5. Zaključak .....   | 59 |
| Popis literature .....   | 61 |
| Popis slika .....  | 63 |
| Popis tablica .....  | 65 |
| Popis simbola, oznaka i mjernih jedinica.....  | 66 |
| Sažetak .....  | 67 |
| Abstract .....   | 68 |

## 1. Uvod

Svakim danom sve je više transportnih vozila u upotrebi u svijetu i koristi se sve veća količina energenata. Najčešći energenti koji se koriste su destilati fosilnih goriva i električna energija. Pri izgaranju fosilnih goriva proizvode se velike količine štetnih plinova posebice ugljikovog dioksida ( $\text{CO}_2$ ) koje zagađuju okoliš. U posljednjim desetljećima razvija se svjesnost prema okolišu i prirodi. Jedan od načina smanjenja zagađenja je smanjenje količine energenata koji se troše uporabom transportnih vozila. Transportna vozila s motorima s unutarnjim izgaranjem koriste fosilna goriva kako bi pomaknula vlastitu težinu od početne točke do odredišne točke. Smanjenje mase dovodi do manje potrošnje energenata te manjeg zagađenja. Nova istraživanja u autoindustriji sve se više bave modernim materijalima kako bi se poboljšala mehanička svojstva proizvoda i smanjile mase. Dio istraživanja posvećuje se nanokompozitnim materijalima i ugljikovim nanocijevima zbog njihovog velikog raspona svojstava na koja se utječe pri odabiru matrice i ojačala te načinu proizvodnje. Cilj je izgraditi transportna vozila od lakših dijelova kako bi se smanjilo zagađenje. Svi materijali stare s vremenom, ali dok većina degradira i dobiva lošija svojstva, nekim materijalima struktura i svojstva se kroz vrijeme poboljšavaju.

### 1.1. Predmet, svrha i ciljevi istraživanja

U sklopu doktorske disertacije doc.dr.sc. Vedrane Špade dipl.ing. (2019.) prikazana je proizvodnja, mehanička svojstva i kemijska analiza nanokompozitnog materijala aluminijske legure  $\text{AlSi9Cu3(Fe)}$  i ugljikovih nanocijevi. [1] Jedno od fizikalno mehaničkih svojstava aluminijske legure  $\text{AlSi9Cu3(Fe)}$  je pozitivno svojstvo starenja, što znači da se s vremenom povećava čvrstoća i tvrdoća materijala.[2] U doktorskoj disertaciji prikazano je znatno povećanje čvrstoće i tvrdoće materijala. Materijal je testiran na vlak i ispitana je tvrdoća. Proučila se kemijska analiza pomoću spektrometra i elektronskog mikroskopa te mikrostruktura svjetlosnim mikroskopijom. Istraženi materijal ima mnoge moguće primjene u industriji, posebice u automobilskoj industriji. [1] Cilj ovog istraživanja je utvrditi promjenu fizikalnih i kemijskih svojstava nanokompozita aluminijske legure  $\text{AlSi9Cu3(Fe)}$  i ugljikovih nanocijevi 3 godine nakon

Toni Racan, diplomski rad: Istraživanje utjecaja starenja na mehanička svojstva nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi, 2022.

njihove proizvodnje visokotlačnim lijevanjem. Sva fizikalna i kemijska testiranja se trebaju ponoviti u istim uvjetima s istim aparatima kako bi se izbacio utjecaj vanjskih faktora iz istraživanja.

## **1.2. Znanstvena hipoteza i metodologija istraživanja**

Hipoteza ovog istraživanja je da je vremenski period od 3 godine pozitivno utjecao na mehanička svojstva nanokompozitnog materijala aluminijske legure AlSi9Cu3(Fe) i ugljikovih nanocijevi što znači kako je moguće da su tvrdoća i vlačna čvrstoća materijala veće od prvobitnog testiranja.

## **1.3. Očekivani znanstveni doprinos i primjena rezultata istraživanja**

Nanokompozitni materijal ima mnoge moguće primjene u industriji, rezultati ovog istraživanja će utjecati na važnost materijala u budućnosti. U slučaju pozitivnih rezultata postoje procesi umjetnog starenja koji omogućavaju industrijsku proizvodnju i daljnja razvijanja materijala s ojačanim svojstvima putem starenja.

## **1.4. Struktura diplomskog rada**

Diplomski rad se sastoji od 5 poglavlja.

U prvom poglavlju napravljen je uvod u tematiku i problematiku rada te je postavljena hipoteza znanstvenog istraživanja uz očekivani znanstveni doprinos.

U drugom poglavlju obrađena je literaturna podloga istraživanja.

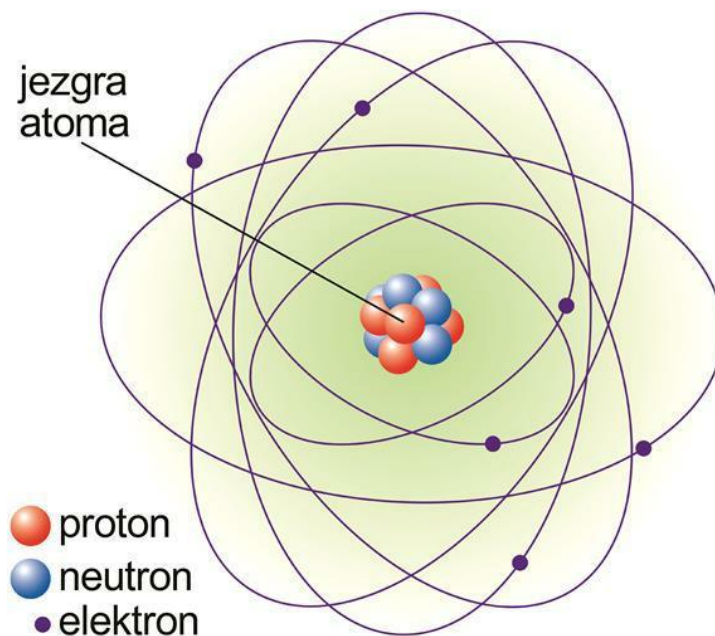
U trećem poglavlju opisani su korišteni aparati, postupci i rezultati istraživanja.

U četvrtom poglavlju napravljena je usporedba rezultata iz doktorske disertacije i diplomskog rada.

U petom poglavlju izneseni su dobiveni zaključci i rezultati istraživanja.

## 2. Materijali

Materijal je svaka tvar ili mješavina dvije ili više tvari koja čini predmet. U prirodi tvari se razlikuju po boji, tvrdoći, izgledu površine, specifičnoj masi i drugim svojstvima. Svaka tvar je građena od elementarnih čestica koje se nazivaju atomi. Pojednostavljeno gledano svaki atom se sastoji od jezgre i elektronskog omotača. Jezgra se sastoji od pozitivno nabijenih dijelova koji se nazivaju protoni i neutralno nabijenih dijelova neutrona. U jezgri se nalazi većina mase atoma i oko nje se na određenoj udaljenosti nalazi oblak elektrona. Elektroni se gibaju oko jezgre po određenim putanjama koje mogu biti različitih oblika, od kružnih do eliptičnih, a dimenzija najveće putanje služi za određivanje promjera atoma. Redni broj elementa ujedno označava broj protona u jezgri atoma. Pošto se u jezgri nalazi većina mase prema njoj se računa atomska masa. Elektroni imaju zanemarivo malu masu, ali zbog velike brzine gibanja oko jezgre imaju kinetičku energiju. U određenim uvjetima neki atomi imaju svojstvo da mogu izgubiti ili dobiti dodatne elektrone te se onda nazivaju ionima. [3] Slika broj 1 prikazuje pojednostavljeni prikaz atoma s jezgrom i elektronskim omotačem.



Slika 1: Pojednostavljeni prikaz atoma s jezgrom i elektronskim omotačem

Izvor: <https://proleksis.lzmk.hr/9825/>

Materijali mogu biti u različitim agregatnim stanjima. Agregatno stanje tvari u prirodi vezano je uz temperaturu i tlak okoliša. Za konstrukcijske materijale koriste se tvari u krutom agregatnom stanju, a tvari u tekućem i plinovitom agregatnom stanju su nositelji energije. Plinovi koji imaju svojstva električne vodljivosti nazivaju se plazme. Većina tvari prolazi kroz sva četiri agregatna stanja ako im se dodaje ili oduzima energija, a ti procesi su povratni, što znači da povećanjem temperature željezu, ono prelazi u tekuće agregatno stanje, a hlađenjem ili snižavanjem temperature ono se vraća u čvrsto agregatno stanje. [3]

Materijali se proučavaju kako bi znanstvenicima ili inženjerima bilo lakše odabrati pravi materijal između velikog izbora danas dostupnih materijala. Prilikom konstruiranja novog proizvoda u obzir se trebaju uzeti sljedeća svojstva:

1. Funkcionalnost – svojstvo koje se dijeli na: mehanička svojstva, fizikalna svojstva, kemijska svojstva, rezistentnost prema trošenju i djelovanju agresivnih medija.

2. Tehnogičnost – opisuje se svojstvima: rezljivost, livljivost, oblikovljivost deformiranjem, zavarljivost i toplinska obradivost.

3. Raspoloživost i cijena materijala – porijeklo materijala, raspoloživost materijala, kvaliteta materijala i troškovi nabave materijala.

4. Standardiziranost – normama propisani materijali.

5. Ekologija i mogućnost recikliranja materijala – mogućnost recikliranja i razgradnje materijala te posljedice vezane uz okoliš i zdravlje ljudi.

6. Estetičnost – boja, mogućnost oblikovanja materijala i postizanje željenog stanja površine materijala.

Kod izbora materijala danas, koriste se klasične i računalne podloge i pomagala. Kod strojarskih konstrukcija su bitna sljedeća svojstva materijala:

1. Tehnološka svojstva su svojstva koja pokazuju sposobnost materijala za obradu različitim postupcima.

2. Kemijska svojstva su korozijska svojstva i kemijski sastav.

3. Fizikalna svojstva su magnetna svojstva, električna svojstva, toplinska svojstva, optička svojstva, gustoća, talište itd.

4. Eksploatacijska svojstva su svojstva koja pokazuju otpornost materijala tijekom uporabe.
5. Mehanička svojstva su udarne radnje loma i slično. [4]

## 2.1. Sistematizacija materijala

Danas postoji više pristupa sistematizaciji materijala, a najčešća je podjela prema sastavu i atomskoj strukturi. Prema navedenoj podjeli, materijali se dijele na metale, keramike, polimere, kompozite, poluvodiče i biomaterijale.

Metali su najčešće kombinacija metalnih kemijskih elemenata. Imaju velik broj slobodnih elektrona zbog čega posjeduju specifična svojstva. Najvažnija svojstva metala su dobra vodljivost električne energije i toplinske energije, neprozirnost, sjajan izgled poliranih površina i visoka čvrstoća. [4]

Keramike su spojevi nemetalnih i metalnih elemenata. Najčešće se radi o oksidima, nitridima i karbidima. U grupu keramika spada širok raspon materijala, uključujući keramike koje se sastoje od gline, cementa i stakla. Keramike su dobri izolatori, otporne su na visoke temperature i na agresivne medije, visoke su tvrdoće i čvrstoće i vrlo su krhke.

Polimeri su materijali koji su većinom građeni od organskih kemijskih spojeva temeljenih na ugljiku, vodiku i drugim nemetalima. U skupinu polimera spadaju i plastike i gume. Obično imaju nisku gustoću te mogu biti izuzetno fleksibilni.

Poluvodiči imaju električna svojstva koja su vrlo osjetljiva na najmanju prisutnost stranih atoma u strukturi. Njihova električna svojstva mogu se svrstati između vodiča i izolatora. Zbog poluvodiča razvili su se integrirani sklopovi koji su doveli do razvoja elektronike i računalne industrije.

Biomaterijali su materijali koji se često koriste za komponente u medicini, primjerice za izradu umjetnih kostiju. Svi materijali mogu se koristiti kao biomaterijali pod uvjetom da nisu toksični, kompatibilni su s tkivom i neće uzrokovati štetne biološke reakcije.

Kompoziti su materijali koji se sastoje od dvije ili više tvari ili materijala. Napravljeni su na način da se postigne kombinacija najboljih svojstava svakog konstituenta. Jedan od primjera kompozita je stakloplastika, koja ima staklena vlakna unutar matrice od polimernog materijala. Stakloplastike su popularne jer imaju čvrstoću stakla zbog staklenih vlakana, a fleksibilnost polimerne matrice. [3] Slika broj 2 prikazuje izgled različitih metala.



Slika 2: Prikaz rude zlata, bakra i srebra

Izvor: <https://www.remusic.it/EN/The-use-of-precious-metals-in-High-End-audio-9f9b4a00>

## 2.2 Kompozitni materijali

Kompozitni materijali imaju strukture kod kojih se razlikuju pojedine faze, koje mogu biti nemetali, metali, intermetalni spojevi i metalni spojevi. Kod kompozita u principu postoje dvije faze: matrica i dodatak. Česti naziv za dodatak je i ojačalo, a drugi nazivi su punilo ili konstituent. Navedene faze često imaju znatno različita mehanička svojstva. Matrica je manje tvrdoće (mekša) te služi kao vezivo za postizanje stabilnosti oblika tvrde faze. Ojačalo se unutar kompozita nalazi u manjoj količini u odnosu na matricu te ima veću tvrdoću i čvrstoću. [3]

Svrha matrice:

- Daje potporu ojačalu
- Štiti ojačalo od vanjskih uvjeta
- Prenosi opterećenje na ojačalo
- Daje vanjski oblik kompozitnog predmeta [5]

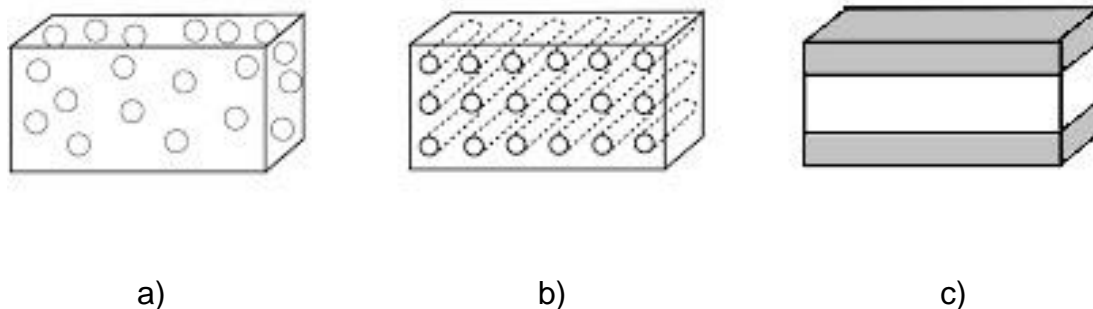
Svrha ojačala:

- Pridonose visokoj krutosti i čvrstoći kompozita
- Imaju visoku otpornost na trošenje
- Budu nosivi element kompozita [5]

Sveukupna svojstva kompozita ovise o:

- Svojstvima kojima doprinose ojačala i matrice
- Rasporedu i veličini konstituenata
- Količini i volumenu konstituenata
- Obliku matrice i ojačala
- Jakosti i prirodi veze između konstituenata [6]

Slika broj 3 prikazuje usporedbu vrsta kompozita prema obliku ojačala:



Slika 3: Usporedba vrsta kompozita prema obliku ojačala: a) kompoziti s česticama; b) kompoziti s vlaknima; c) slojeviti kompoziti

Izvor: Primorac I., Jarosit kao punilo za kompozite na bazi poliesterske smole, Sveučilište u Zagrebu



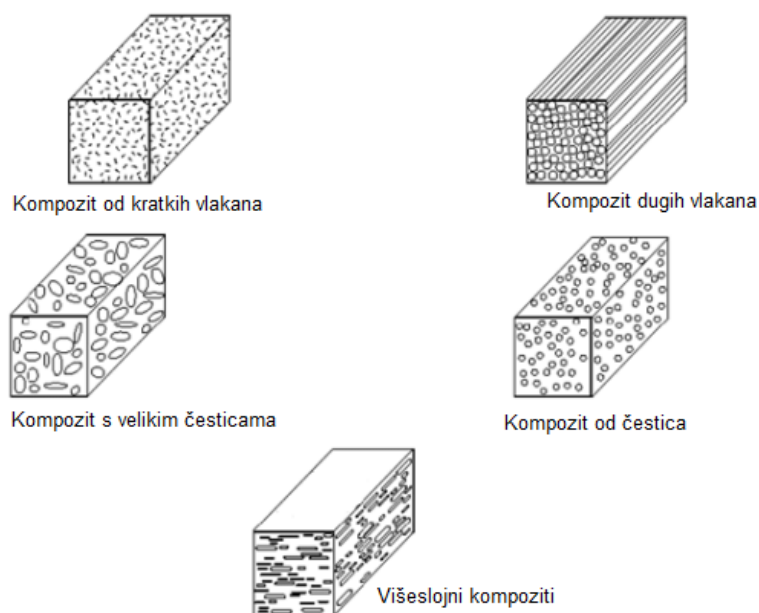
Prema vrsti ojačala kompozitnih materijala, oni se mogu klasificirati u sljedeće kategorije, čiji prikaz je vidljiv na slici broj 4:

1. Kompoziti od čestica – sastoje se od matrice ojačane ojačalom u obliku čestica. Orijehtacija ojačala može biti nasumična ili željene orijentacije. Čestice ojačala mogu biti različitih oblika među kojima su i sferični oblici, piramidni oblici i kockasti oblici. Ojačala u obliku čestica se često koriste jer ona mijenjaju termička i električna svojstva vodljivosti, poboljšavaju svojstva pri visokim temperaturama, povećavaju otpornost na trošenje, povećavaju tvrdoću i smanjuju skupljanje produkta.

2. Vlaknasti kompoziti – dijele se na kompozite s ojačalima kratkih vlakana i s ojačalima dugih vlakana. Kompoziti kratkih vlakana sastoje se od matrice ojačane isprekidanim vlaknima nasumične ili željene orijentacije. Kompoziti dugih vlakana sastoje se od matrice ojačane konstituentom u obliku neprekinutih vlakana koja su jednosmjerno ili dvosmjerno orijentirana. Ojačala u obliku vlakana pridonose ojačanju matrice, ali ovise o poziciji i orijentaciji vlakana.

3. Višeslojni kompoziti – imaju slojevitú građu matrice i ojačala različitih orijentacija. [7]

Slika broj 4 prikazuje različite vrste kompozita.



Slika 4: Različite vrste kompozitnih materijala

Izvor: [https://www.researchgate.net/figure/Different-types-of-composite-materials\\_fig2\\_313880039](https://www.researchgate.net/figure/Different-types-of-composite-materials_fig2_313880039)

Kompoziti mogu biti: metalno – polimerni, metalno – keramički, metalno – metalni, keramičko – keramički, keramičko – polimerni, polimerno – metalni i polimerno – polimerni. Iz navedenih kompozita dolazi se do podjele kompozita po vrsti materijala matrice. Prema navedenoj podjeli kompozitni materijali mogu se klasificirati u sljedeće kategorije:

1. Kompoziti s metalnom matricom (eng. *Metal Matrix Composites* (MMC)) – sastoje se od metalne matrice (Al, Mg, Fe, Co, Cu i legure) i ojačala

2. Kompoziti s keramičkom matricom (eng. *Ceramic Matrix Composites* (CMC)) – sastoje se od keramičke matrice i ojačala.

3. Kompoziti s polimernom matricom (eng. *Polymer Matrix Composites* (PMC)) – sastoje se od ojačala (staklena vlakna, karbonska vlakna, čelična vlakna, itd.) i termoaktivne matrice (nezasićeni poliester, epoksi smola) ili termoplastične matrice (najlon, polistiren itd.) [6]

Kompozitni materijali danas se koriste u mnogim granama inženjerstva i drugim znanostima. Primjeri primjene kompozitnih materijala:

- o Elektrotehnika (vjetrenjače, kućišta i električna izolacija).
- o Automobilska industrija (volani, branici, dijelovi karoserije i sjedišta).
- o Građevinarstvo (vrata, betonske konstrukcije i unutarnji zidovi).
- o Zrakoplovstvo (propeleri, diskovi sustava za kočenje i konstrukcijski dijelovi).
- o Sport (reketi, štapovi za pecanje, skije, zaštitna oprema, daske za vodene sportove itd.). [5]

Slika broj 5 prikazuje trup zrakoplova Boeing 787 koji je napravljen od kompozita s polimernom matricom.



Slika 5: Boeing 787 trup, napravljen od plastičnog kompozita

Izvor: <https://harpers.org/2013/07/boeings-plastic-planes/>

### *2.2.1. Kompoziti s polimernom matricom*

Kompozitni materijali s polimernom matricom sastoje se od polimerne smole ili polimera kao matrice i vlakana kao ojačala. Smola u ovom kontekstu obilježava polimere velike molekularne mase koje treba ojačati ojačalom. Kompozitni materijali s polimernom masom koriste se s visokom raznolikošću primjene. Do visoke raznolikosti dolazi zbog dobrih svojstava na sobnoj temperaturi, prihvatljive cijene i relativne lakoće pri proizvodnji. Matrica kompozita često određuje najvišu radnu temperaturu kompozita, jer je u većini slučajeva mekša i ima nižu temperaturu tališta od vlaknastog ojačala. Najrašireniji i najjeftiniji polimeri matrica su poliesteri i vinil esteri. Uz spomenute matrice prvenstveno se koriste staklena vlakna kao ojačala kompozita. Veliki broj formulacija kod smola omogućuje širok raspon svojstava ovih polimernih materijala. [6] Epoksidne smole su skuplje te neprikladne za komercijalnu primjenu, ali

se često koriste u zrakoplovstvu i brodogradnji zbog njihove visoke otpornosti na vlagu. Za upotrebu pri visokim temperaturama primjenjuju se poliamidi.

Kompozitni materijali s polimernom matricom mogu se podijeliti po prevladavajućoj ulozi vlakana kao ojačala na:

- Staklenim vlaknima ojačani polimerni kompoziti.
- Ugljikovim vlaknima ojačani polimerni kompoziti.
- Aramidnim vlaknima ojačani polimerni kompoziti.
- Ostali materijali s vlaknima za ojačavanje polimernih kompozita.

### *2.2.2. Kompoziti s keramičkom matricom*

Keramički materijali su otporni na oksidaciju i na pogoršavanje svojstava pri visokim temperaturama, ali skloni su krhkom lomu. U posljednje vrijeme razvojem keramičkih kompozita lomna žilavost je znatno povećana. Ugradnjom keramičkog ojačala u keramičku matricu lomna žilavost se povećava za oko deset puta. Koriste se različite vrste keramika. Inicijalna pukotina na matrici se događa unatoč ugradnji ojačala, ali keramičko ojačalo sprječava širenje. Općenito, povećavanjem količine ili udjela cijevi ili vlakana povećava se i lomna žilavost i čvrstoća. Proizvodnja keramičkih kompozitnih materijala dijeli se na postupke vrućeg prešanja (HP), procese vrućeg izostatičkog prešanja (HIP) i postupke sinteriranja tekuće faze. Kompoziti s keramičkom matricom često se primjenjuju za umetke reznih alata čiji je vijek trajanja dulji od većine drugih materijala. [6]

### *2.2.3. Kompoziti s metalnom matricom*

Kompoziti s metalnom matricom mogu se primjenjivati pri višim radnim temperaturama od same metalne osnove. Ojačalom se može povećati specifična čvrstoća, specifična krutost, otpornost na abraziju, toplinska vodljivost, otpornost na puzanje i dimenzijska postojanost. Neke od prednosti kompozita s metalnom matricom naspram kompozita s polimernom matricom su negorivost, primjena pri povišenim temperaturama i veća otpornost na degradaciju nastalu kapljevinama. Jedna od mana metalnih kompozita je

visoka cijena zbog čega se koriste rjeđe od kompozita s polimernom matricom. Materijali koji se mogu koristiti kao metalna matrica u kompozitu su: legure magnezija, aluminijske, titana i bakra te superlegure. Ojačala kompozita s metalnom matricom mogu biti u obliku kontinuiranih i diskontinuiranih vlakana, čestica i cijevi. Volumni udio ojačala u kompozitu ovisi o kompozitu i varira od 10% do 60%. Materijali koji se koriste za ojačala, oblika kontinuiranih vlakana, su sicilij-karbid, bor, tvrdi metali, aluminij i ugljik. Prerada kompozita s metalnom matricom u načelu se sastoji od najmanje dva koraka. Prvi korak je sinteza ili sjedinjenje, nakon koje slijedi operacija oblikovanja. Dio proizvođača automobila uvodi kompozite s metalnom matricom u proizvodnju dijelova motora na osnovi aluminijske legure ojačane s  $\text{Al}_2\text{O}_3$  i ugljikovim vlaknima. Proizvod načinjem od spomenutih materijala je lagan, toplinski postojan i otporan na trošenje. [6]

### 2.3. Nanokompozitni materijali

Nanokompoziti su kompozitni materijali u kojima jedna ili više komponenata imaju nanometarske dimenzije ( $< 1 \mu\text{m} = 10^{-6} \text{m} = 10^3 \text{nm}$ ) te pridonose novim svojstvima koja ne posjeduju klasični kompoziti ili komponente. Navedeno podrazumijeva da su nano-strukture manjih dimenzija od karakteristične skale za fizikalno svojstvo materijala. Kod poluvodiča i vodiča skala je veličine od nekoliko nanometara za metalne materijale do nekoliko stotina nanometara za poluvodiče te kod mehaničkih svojstava polimera vezana je za veličinu polimernog kristala koja iznose od nekoliko nanometara do nekoliko stotina nanometara. [3]

#### 2.3.1. Nanokompoziti s polimernom matricom

Polimerni nanokompoziti su tvorevine koje imaju ojačala nanometarskih dimenzija raspršena u polimernoj matrici. Najčešća ojačala ili nanopunila su:

1. slojevita ojačala s debljinom slojeva nanometarskih dimenzija i pločastom strukturom (primjer: alumino-silikati u omjeru 2:1),

2. vlaknasta ojačala (primjer: ugljikove nanocijevi i nanovlakna),
3. nanočestice (primjer: čestice SiO<sub>2</sub> nanometarskih dimenzija, čađa i slično).

Kod polimernih nanokompozita isto kao i kod polimernih kompozita preduvjet dobrih svojstava je termodinamička i homogena stabilna disperzija ojačala u polimernoj matrici. [3]

### 2.3.2. Nanokompoziti s metalnom matricom

Nanokompoziti s metalnom matricom (eng. *Metal Matrix Nanocomposites*, skraćeno MMC) su aktualni i mnoga istraživanja se provode na njihovom razvoju. Kod MMC-a, ojačavanja se formiraju egzotermalnim reakcijama između spojenih materijala. Nanokompoziti s metalnom matricom mogu se sastojati od raznih matrica uključujući aluminij, titan, bakar, nikal, željezo i njihove legure te i od raznih ojačala uključujući boride, karbide, nitride i okside. Zbog formacija stabilnih keramičkih ojačanja nanometarskih dimenzija, MMC imaju izvrsna mehanička svojstva. MMC su vrsta materijala u kojoj se čvrsto keramičko ojačalo miješa ili uvodi u duktilnu matricu od metala ili legure. [8] Duktilnost je sposobnost metala da obradom promjeni oblik i dimenzije bez pucanja. Bitna značajka nanokompozita s metalnom matricom je kombiniranje svojstava metalnih matrica s keramičkim ojačalima. Zbog navedenog oni imaju visoku tvrdoću, čvrstoću, otpornost na tlak i vlak te visoke radne temperature. Spomenuta svojstva su razlog zbog kojeg mnoge industrije uključujući automobilsku industriju i zrakoplovnu industriju pokazuju interes prema razvijanju i proizvodnji MMC-a. Kod metalnih nanokompozita, osim keramičkih, često se koriste nasumična čestična i ojačala kratkih vlakana. Bitne osobine MMC-a zbog kojih raste njihova popularnost su:

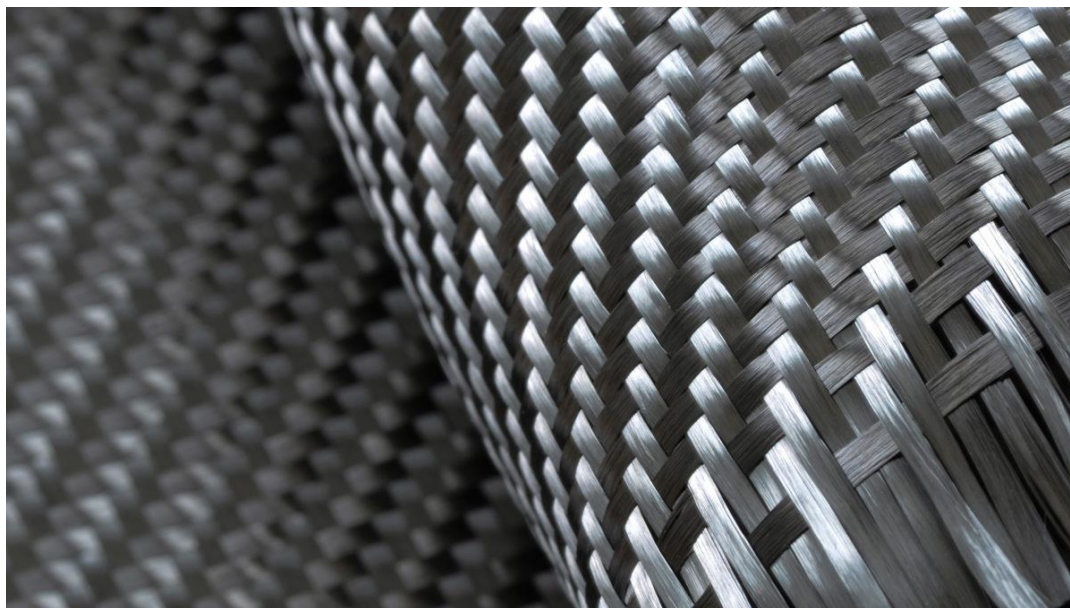
- a) moguće raznovrsne kombinacije što dovodi do raznolikih svojstava,
- b) konkurentna cijena,
- c) mogućnost ponavljanja svojstava pri proizvodnji,
- d) neke vrste proizvodnje su standardne proizvodnje za metal što olakšava postupak proizvodnje.

Nanokompoziti s metalnom matricom i nasumičnim ojačalom se često proizvode pomoću sljedećih metoda: praškasta metalurgija, taloženje sprejom, mehaničko legiranje i mnoge druge metode. Sve metode baziraju se na mogućnosti dodavanja ojačala u obliku praha ili taljevine u metalnu matricu. [8]

## 2.4. Ugljikova vlakna

Kemijski element s atomskim brojem 6 i relativnom masom 12,011 naziva se ugljik te ima simbol C. Elementarni ugljik najviše se nalazi u škriljevcima, vapnencu, dolomitu itd. Znatne količine ugljika prisutne su u ugljikovom dioksidu koji se u velikim količinama nalazi u atmosferi, otopljen u moru i u ostacima organizmima iz prošlih geoloških razdoblja (ugljen, prirodni plin i nafta). [9]

Ugljikova vlakna ili karbonska vlakna su vlakna koja se sastoje od minimalno 90% ugljika, najčešće su kružnog presjeka, promjera od 5 do 10  $\mu\text{m}$  i crne boje. Ugljikova vlakna dobivaju se iz već postojećih drugih organskih vlakana, većinom poliakrilonitrilnih vlakana velike čvrstoće. Proces proizvodnje provodi se termičkom obradom u više koraka. Ugljikova vlakna dijele se na anizotropna i izotropna ugljikova vlakna. Primjeri korištenja ugljikovih vlakana su teniski reket, dijelovi trupa aviona, baterije itd. [10] Slika broj 6 prikazuje izgled isprepletenih ugljikovih vlakana.



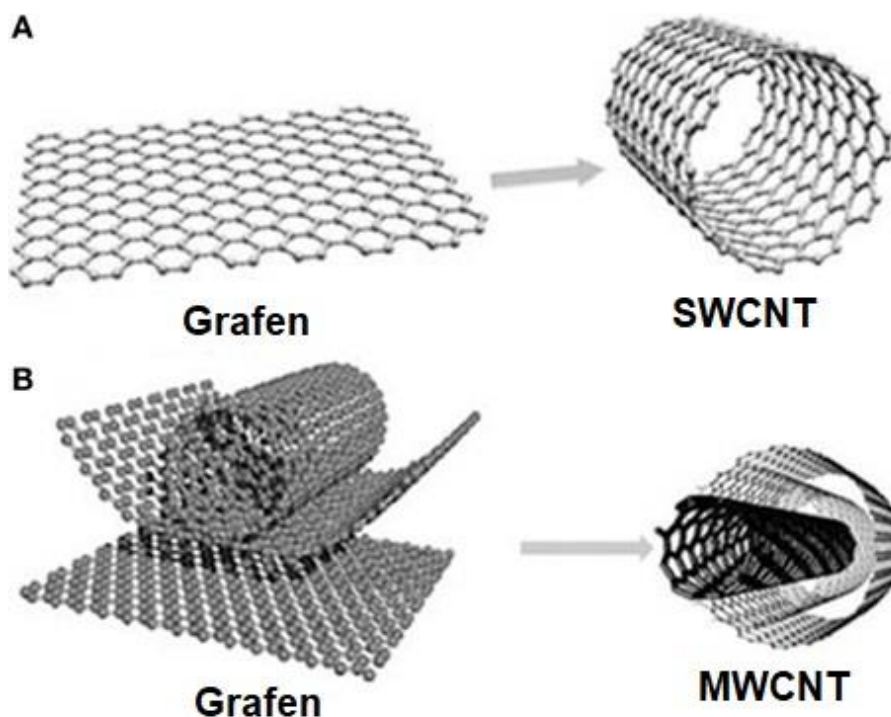
Slika 6: Prikaz isprepletenih ugljikovih vlakana

Izvor: <https://geek.hr/znanost/clanak/znanstvenici-proizvode-ugljicna-vlakna-iz-biljaka-umjesto-iz-nafte/>

#### 2.4.1. Ugljikove nanocijevi

Ugljikove nanocijevi (eng. *Carbon NanoTubes*, CNT), otkrivene su 1960. godine. Otkrio ih je Roger Bacon. Sumio Iijima je 1991. godine prvi detaljno proučio ugljikove nanocijevi i njihove karakteristike. Jednostijene ili jednoslojne ugljikove nanocijevi (eng. *Single-Walled Carbon Nanotubes* (SWCNT)) sastoje se od jednog sloja grafena i imaju usku raspodjelu veličina od 1nm do 2nm. Osim jednoslojnih postoje i višestijene ili višeslojne ugljikove nanocijevi (eng. *Multi-Walled Carbon Nanotubes* (MWCNT)). MWCNT se sastoje od dvije ili više koncentričnih cilindričnih ljuski grafenskih ploča koje su koaksalno raspoređene oko šuplje jezgre u sredini s međuslojnim razmakom od 0,34 nm. Obje vrste ugljikovih nanocijevi imaju fizikalne karakteristike krutina i spadaju pod mikrokristale unatoč tome što su njihovi promjeri blizu dimenzija molekula. [8] Nanocijevi imaju heksagonalnu simetriju ugljikovih atoma u ravnim pločama grafena prije nego se zakrive u cijevi. Slika broj 7 prikazuje razliku u izgledu između jednostijene nanocijevi koja se nalazi u gornjem dijelu slike i višestijene nanocijevi koja se nalazi u donjem dijelu slike. [24]





Slika 7: Prikaz SWCNT i MWCNT nanocijevi

Izvor: [https://www.researchgate.net/figure/Graphene-and-carbon-nanotubes-as-A-single-wall-carbon-nanotube-SWCNT-and-B\\_fig1\\_263740854](https://www.researchgate.net/figure/Graphene-and-carbon-nanotubes-as-A-single-wall-carbon-nanotube-SWCNT-and-B_fig1_263740854)

Ugljikove nanocijevi imaju jedinstvena svojstva u usporedbi s drugim tradicionalnim karbonskim vlaknima i njihova struktura se razlikuje. Nanocijevi imaju gotovo savršena, idealna i uređena karbonska vlakna, čija struktura je poznata na atomskoj razini. Višestijene nanocijevi imaju mogućnost reverzibilne deformacije pri kompresiji što može biti korisno u specifičnim slučajevima. Autori Bower i sur. [11] dokazali su da se višestijene ugljikove nanocijevi savijaju pod pritiskom naprezanja i da je to savijanje reverzibilno pod vrlo velikim napreznjima, vjerojatno zbog mogućnosti da nanocijevi klize jedna unutar druge. MWCNT podnose velika napreznja bez pokazivanja znakova loma. Fleksibilnost je povezana s ravninskom fleksibilnošću grafenske plohe i sposobnosti ugljikovih atoma da se rehibridiziraju.

## 2.5. Legure aluminija sa silicijem (Al-Si) $AlSi9Cu3(Fe)$

Aluminij je kemijski element atomskog broja 13, tališta  $660\text{ }^{\circ}\text{C}$ , vrelišta  $2519\text{ }^{\circ}\text{C}$  i ubraja se u lake metale. [12]

Legiranjem aluminija s legirnim elementima dobivaju se legure aluminija različitih kemijskih sastava i različitih mehaničkih svojstava. Aluminijske legure se klasificiraju ili s obzirom na postupak proizvodnje i toplinski tretman ili s obzirom na kemijski sastav. Pogodni elementi za legiranje aluminija su: magnezij (Mg), silicij (Si), mangan (Mn), bakar (Cu) i cink (Zn) i koriste se u kombinacijama ili pojedinačno. [13]

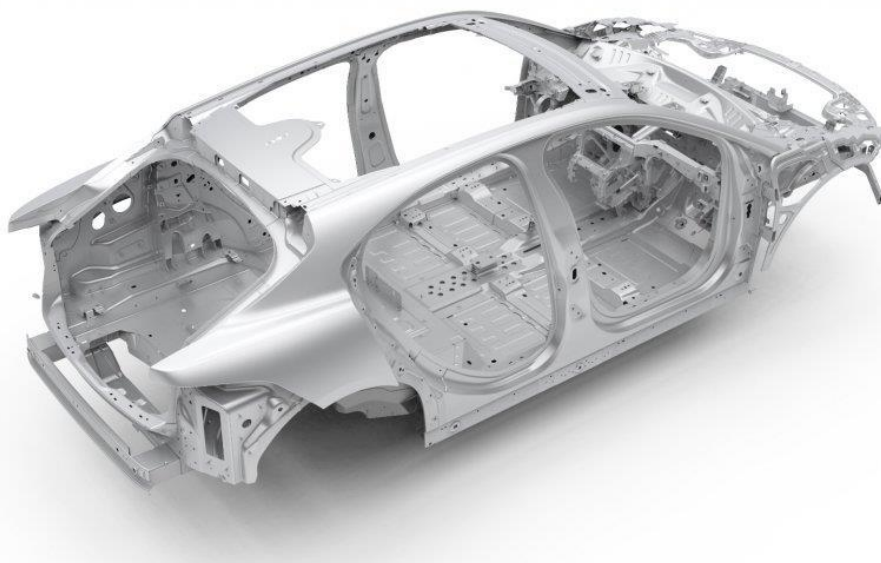
Kod legura aluminija za lijevanje, primjerice  $AlSi9Cu3(Fe)$ , poznato je da starenje ima utjecaj na mehanička svojstva. Starenjem dolazi do precipitacijskog očvršćivanja i povećanja mehaničkih svojstava legura  $AlSi9Cu3(Fe)$ . [1]

Slike pod brojem 8 i 9 prikazuju različite mogućnosti primjene aluminija kao materijala.



Slika 8: Prikaz različitih profila napravljenih od aluminija

Izvor: <https://www.laser-ing.hr/blog/usporedna-tablica-normizacije-aluminija/>



Slika 9: Prikaz aluminijskih legura kao konstrukcijskog materijala u automobilskoj industriji

Izvor: <https://www.tportal.hr/autozona/clanak/zasto-je-aluminij-toliko-vazan-za-danasnje-automobile-foto-20190806>

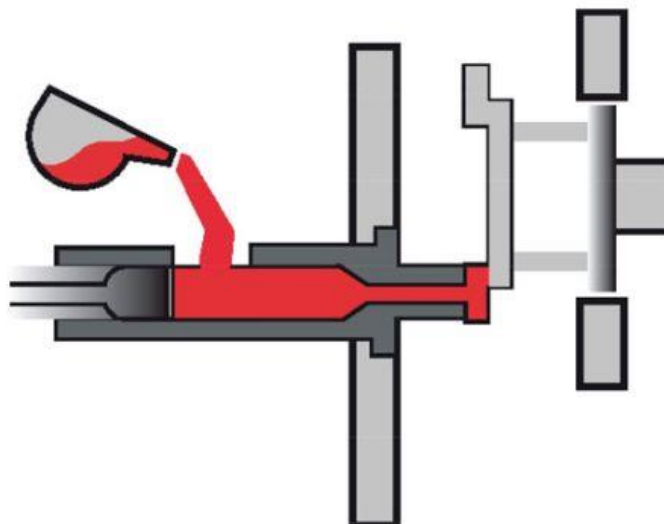
## 2.6. Visokotlačno lijevanje

Proizvodnja odljevaka procesom tlačnog lijevanja (eng. *Pressure Die Casting*) je idealno prikladna za proizvodnje s visokom brzinom procesa, visokom dimenzijskom točnošću i proizvodnjom velikog broja proizvoda. Jedan od razloga uspjeha procesa je razvijanje opreme visoke brzine rada i visoke preciznosti pri radu. Drugi razlog je razvijanje procesa za proizvodnju proizvoda s debljim stijenkama. Kod tlačnog lijevanja, metal se prvo rastopi pa se potom ubrizgava pod pritiskom u kalupe koji se hlade vodom. Pritisak se održava dok proizvod ne očvrstne. Potrebno je podmazivanje kalupa kako bi se olakšalo odvajanje proizvoda od kalupa. Kalupi se najčešće proizvode od visoko kvalitetnog čelika za alate. [14]

Strojevi za tlačno lijevanje mogu biti raznih vrsta, dimenzija i kapaciteta, ovisno o potrebi. Dva osnovna tipa strojeva za tlačno lijevanje su strojevi s toplom i hladnom komorom. Proces tople komore koristi se za metale poput magnezija i cinka dok se aluminij najčešće proizvodi procesom hladne komore. Strojevi za tlačno lijevanje variraju u snazi pritiska koje koriste u granicama od 25 tona do 4500 tona što odgovara

tlaku do 280MPa. Tlačno lijevanje je optimalna metoda za proizvodnju velikog broja komada proizvoda manjih dimenzija. [23]

Visokotlačni lijev (eng. *High Pressure Die Casting*, HPDC) je jedan od najvažnijih procesa proizvodnje dijelova automobila od metalnih materijala. [25] Slika broj 10 prikazuje proces visokotlačnog lijevanja.



Slika 10: Skica procesa visokotlačnog lijevanja

Izvor: <https://www.italpressegauss.com/en-us/my-application-and-industry/application-by-process/what-is-high-pressure-die-casting>

## 2.7. Novi materijali u automobilskoj industriji

Automobilska industrija teži razvoju novih materijala s istim ili boljim mehaničkim svojstvima i manjom masom. Što su dijelovi vozila lakši, to je manja masa vozila te je samim time i potrošnja goriva manja. Manja potrošnja goriva rezultira manjim zagađenjem okoliša. Jedan od problema u automobilskoj industriji je porast mase vozila unatoč sve većem korištenju lakih materijala. Do problema dolazi zbog povećanja maksimalne brzine vozila, komfora putnika, sigurnosti i snage motora. [15]

Osim lakih metala, u automobilskoj industriji vidljiv je i veliki porast primjene kompozitnih materijala. Prvi kompozitni materijali počeli su se koristiti 1950. godine.

Kako su se kompozitni materijali razvijali i poboljšavali u svojim svojstvima tako je porasla i njihova upotreba kroz godine. Jedan od materijala koji se koristi u automobilskoj industriji je kompozit s ugljikovim vlaknima čija izuzetna svojstva kao što su visoka krutost, visoka čvrstoća i niska gustoća povećavaju sigurnost i maksimalnu brzinu automobila. [16] Slika broj 11 prikazuje poklopac motora napravljen od kompozita s ugljikovim vlaknima.



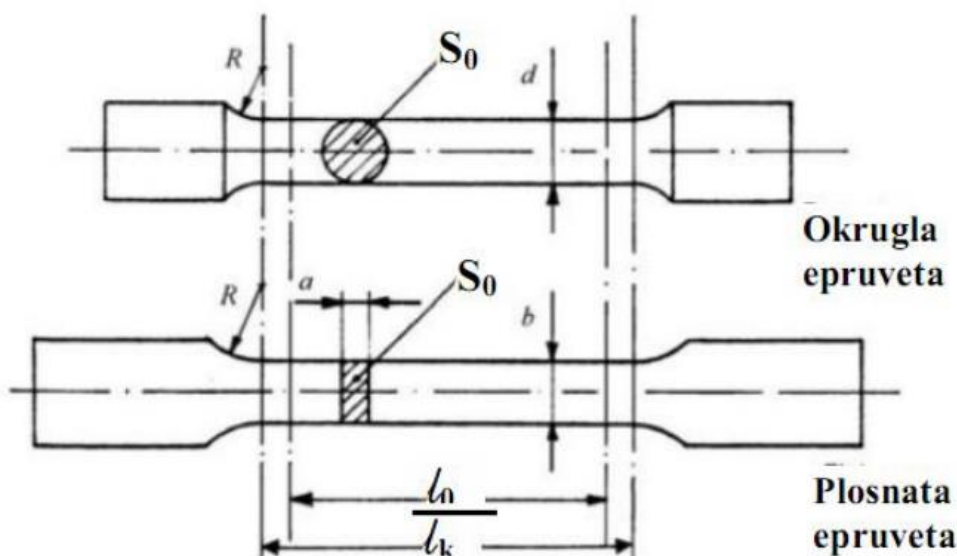
Slika 11: Prikaz poklopca motora napravljenog kompozita s ugljikovim vlaknima

Izvor: <https://www.motorbiscuit.com/why-do-so-many-expensive-cars-use-carbon-fiber/>

## 2.8. Ispitivanja svojstava materijala

Mehanička, kemijska i morfološka ispitivanja materijala primjenjuju se kako bi se odredila svojstva ili karakteristike materijala. Dobiveni podaci prikazuju kvalitetu materijala te područje primjene i prerade materijala. Pri dimenzioniranju dijelova uređaja pri odabiru materijala proučavaju se potrebna mehanička svojstva. Odabir pravog materijala može spriječiti neželjena oštećenja materijala. Mehanička svojstva koja se najčešće razmatraju su čvrstoća, žilavost, tvrdoća i elastičnost. Pri ispitivanju

čvrstoće materijala uvijek se provode ponovljena ispitivanja kako bi se utvrdila što točnija mehanička svojstva. Ispitivanje na vlak se provodi na testnim uzorcima odnosno epruvetama. [17] Najčešće se koriste dvije vrste epruveta: okrugla epruveta i plosnata epruveta prikazane na slici broj 12.



Slika 12: Skica testnih epruveta za vlačni test okruglog i plosnatog tipa

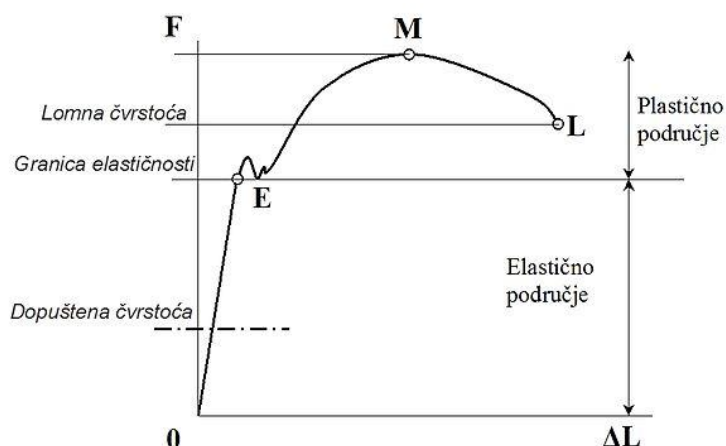
Izvor: Gabrić I. i S. Šitić, Materijali 1, Sveučilište u Splitu.

### 2.8.1. Ispitivanje čvrstoće materijala

Za vlačno ispitivanje materijala koriste se testne epruvete koje mogu varirati u obliku i dimenzijama ovisno o zahvatnim čeljustima stroja za kidanje i s obzirom na raspoloživost materijala. [18] Vlačnim ispitivanjem materijala provjerava se čvrstoća i elastičnost materijala da pruža otpor na djelovanje određene vanjske sile. Čvrstoća se dijeli na vlačnu i tlačnu čvrstoću.

Vlačna čvrstoća je mogućnost materijala da se opire na rastezanje. Vlačna čvrstoća je definirana kao omjer maksimalnog opterećenja koje materijal podnosi do pucanja i površine presjeka testne epruvete prije ispitivanja. Odnosi se na izdržljivost materijala prema opterećenju koje rasteže njegovu veličinu.

Za ispitivanje čvrstoće materijala koristi se kidalica. Uređaj je povezan s računalom na kojem se nalazi program koji mjeri promjene na testnoj epruveti te ih bilježi numerički i grafički. [19] Prikaz primjera dijagrama sile-produljenje nalazi se na slici broj 13.



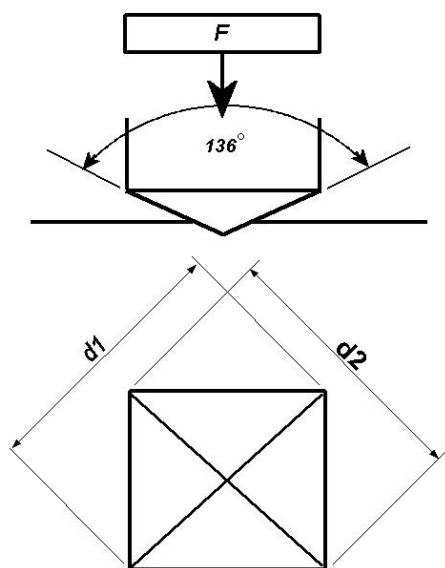
Slika 13: Primjer izgleda dijagrama sile-produljenje za čelične materijale

Izvor: autor modificirao prema Renjo R., *Utjecaj predopterećenja na rezultate vlačnog umjeravanja kidalice*, diplomski rad

### 2.8.2. Ispitivanje tvrdoće materijala

Svojstvo tvrdoće materijala je definirano kao otpornost materijala na trajno prodiranje drugog materijala. Tvrdoća se testira kako bi proučila izdržljivost materijala u specifičnim situacijama. Najčešći testovi na tvrdoću su: Brinell, Vickers, Rockwell i Knoop test. Navedeni testovi daju brojčane rezultate što je korisno i jednostavno pa se takvi rezultati lakše povezuju s rezultatima drugih ispitivanja mehaničkih svojstava. Ispitivanje tvrdoće se provodi na svim materijalima i spada pod destruktivnu metodu iako ju mnogi svrstavaju kao nedestruktivnu metodu zbog malih dimenzija oštećenja materijala. Za provedbu ispitivanja tvrdoće prvo treba ispitati primjerni uzorak ili etalon. [19]

Testiranje tvrdoće po Vickersu se provodi s dijamantnom piramidom s četverokutnim podnožjem malih dimenzija. Koristeći piramidalni vrh prikazan na slici broj 14 na gornjoj polovici, stroj utisne otisak u uzorku prikazan na slici na donjoj polovici slike i izmjeri dijagonale rupe koje potom koristi za izračunavanje tvrdoće uzorka. [19]



Slika 14: Prikaz izgleda piramidalnog vrha koji se koristi za mjerenje tvrdoće

Izvor: <https://www.ispitivanje.com/smjernice-za-ispitivanje-tvrdoce/>

### 2.8.3. Ispitivanje kemijskog sastava

Uređaji za kreiranje i mjerenje spektara nazivaju se spektrometri. Spektroskop je prvi instrument koji je već u 19. stoljeću služio za promatranje spektara raspršene vidljive svjetlosti nakon prolaska kroz uzorak. Instrument za izravno registriranje spektra elektronskim detektorom i mjerenje njegovih intenziteta naziva se spektrometar. [20] Spektrometrijska analiza je uporaba spektroskopskih tehnika radi određivanja kemijskog sastava (kvalitativna analiza), identifikacije, količine (kvantitativna analiza) i strukture tvari. Valna duljina registriranih spektralnih linija nudi podatke za kvalitativnu kemijsku analizu, a intenzitet valnih duljina za kvantitativnu kemijsku analizu. [21] Moderni spektrometar je uređaj s ugrađenim računalom koje ima višestruku ulogu: planiranje i provođenje mjerenja, bilježenje spektra, nadzor sveukupnog mjernog postupka, pohrana digitalnih podataka i njihova obrada. Optički spektrometri koriste dva tipa spektrometra: interferometrijski i disperzivni. Disperzivni spektrometar se sastoji od izvora zračenja, selektora valnih duljina, pretvornika zračenja, kiveta za uzorak, sustava za očitavanje signala (detektor), procesora signala i pisača. U



interferometrijskom spektrometru disperzivni selektor valnih duljina je zamijenjen s interferometrom. Interferometar služi za mjerenje spektara u vremenskoj domeni, a računalo prenosi podatke u frekvencijsku domenu korištenjem diskretne Fourierove transformacije. Neke od vrsta spektrometra su optički spektrometar, spektrometar nuklearne magnetske rezonancije, Mössbauerov spektrometar, fotoelektronski spektrometar itd. [20] Slika broj 15 prikazuje maseni spektrometar kao primjer izgleda spektrometra.



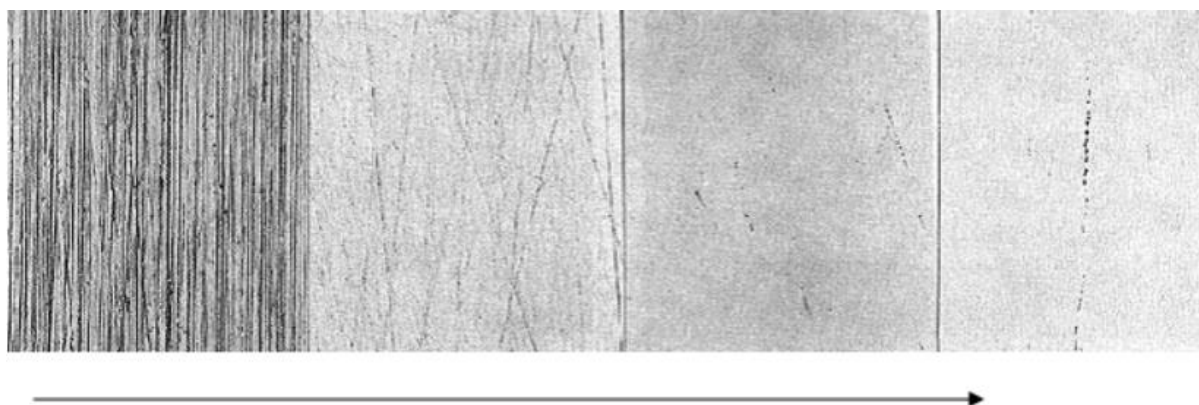
Slika 15: timsTOF Pro 2 maseni spektrometar

Izvor: <https://www.medicaexpo.com/prod/bruker-daltonics-inc/product-75820-853493.html>

#### 2.8.4. Mikroskopske analize – Optički mikroskop

Znatan broj metala ima veoma sitna zrnca koja se ne mogu vidjeti golim okom. Praktična granica optičkih mikroskopa je uvećanje od 1500X. Pod uvećanjem od 1500X mogu se vidjeti i najsitnija zrna i mnoge faze uključujući primarne i sekundarne faze. [26] Zbog malih dimenzija nekih faza, one se ne mogu razlučiti pod optičkim mikroskopom. Uzorci za pregled optičkim mikroskopom moraju se prvo pripremiti. Proces pripreme uzorka mora biti pažljivo odrađen kako bi dobivena slika bila što jasnija i kako ne bi bila kontaminirana procesom pripreme. Prvo se izrezuje komad

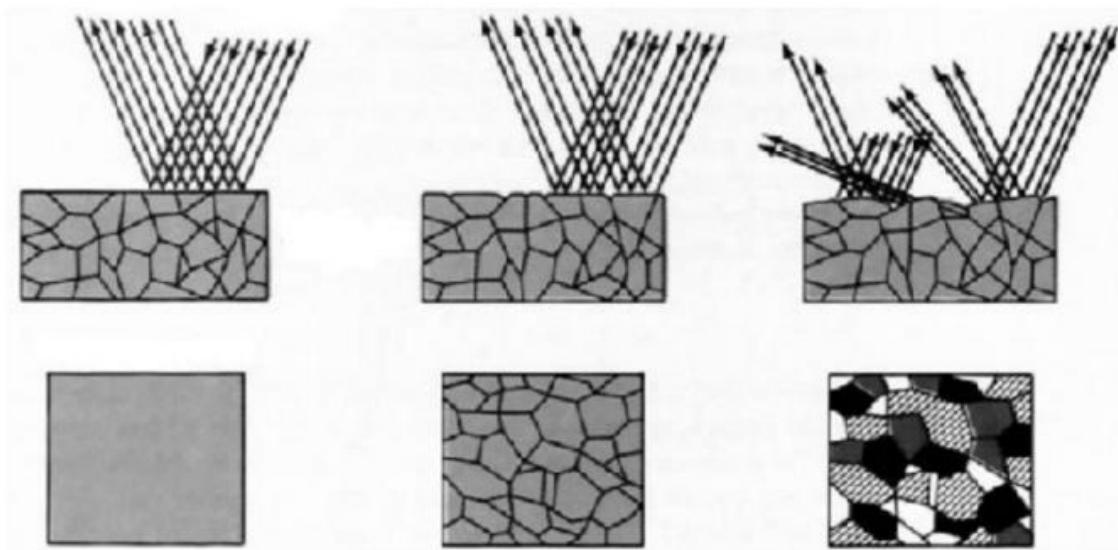
uzorka manjih dimenzija s hladnim rezom, jer pri visokim temperaturama može se izmijeniti mikrostruktura. Sljedeći korak je fino brušenje s brusnim papirima nekoliko gradacija veličine abrazivnih zrnaca. Najprije se uzorak poravnava preciznim rezanjem, pa se stavlja u kalup s polimernom smolom i onda slijedi još brušenja kako bi se smanjile brazde od rezanja i brušenja. Po završetku brušenja slijedi poliranje pomoću papira s finim abrazivnim sredstvom. Tvrdi metali poliraju se dijamantnom suspenzijom. Poliranje služi za uklanjanje preostalih brazdi na površini uzorka i skidanje plastično deformiranog sloja na površini. [2] Slika broj 16 prikazuje tragove na površini uzorka nastale brušenjem i promjenu površine tijekom brušenja.



Slika 16: Tragovi nastali brušenjem. Smjer strelice pokazuje izgled uzorka od početka do kraja brušenja

Izvor: Pomenić L., Materijali 1 skripta

Nakon navedene pripreme uzorak gledan pod mikroskopom izgleda kao svijetla ploča. Sljedeći korak je nagrivanje kiselinom ili reagensom koji se koristi za selektivno nagrivanje pojedinih faza. Čisti metali nakon nagrivanja imaju tamnije granice zrna. Intenzivno nagrivanje postiže se umakanjem uzorka u elektrolit i propuštanjem struje kroz elektrodu i uzorak. Rasvjeta promatrane površine je okomita ili pod kutom. Zbog niske dubinske oštine optičkog mikroskopa površina uzorka mora biti glatka. Neki mikroskopi imaju priključene aparate za fotografiranje kako bi se snimile mikrostrukture i uređaje za mjerenje mikrotvrdoće pojedinih faza u uzorku. Slika broj 17 prikazuje odbijanje svjetla od površine uzorka u gornjem redu, a u donjem redu prikazuje sliku nastalu gledanjem kroz okular tijekom odbijanja svjetlosti. Slika broj 18 je fotografija optičkog mikroskopa TIM5 za metalografiju i analizu materijala. [3]



Slika 17: Gornji red slike prikazuje različita odbijanja svjetlosti od površine. Donji red slike prikazuje sliku nastalu gledanjem kroz okular tijekom odbijanja svjetlosti

Izvor: Materijali 1, Gabrić I. i S. Šitić. [3]



Slika 18: TIM5 mikroskop za metalografiju i analizu materijala

Izvor: <https://topomatika.hr/proizvodi/mikroskopi/tim5-metalurski-mikroskop/>

### 2.8.5. Mikroskopske analize – Elektronski mikroskop

U visokom vakuumu kreira se snop elektrona koji se širi i fokusira slično kao i svjetlo kod optičkog mikroskopa. Kod elektronskog mikroskopa elektroni postupaju kao valovi visoke frekvencije. Visoko uvećanje uz dobru rezoluciju moguće je, jer elektroni imaju valnu duljinu nekoliko tisuća puta manju od svjetlosti. Dvije osnovne vrste elektronskog mikroskopa su :

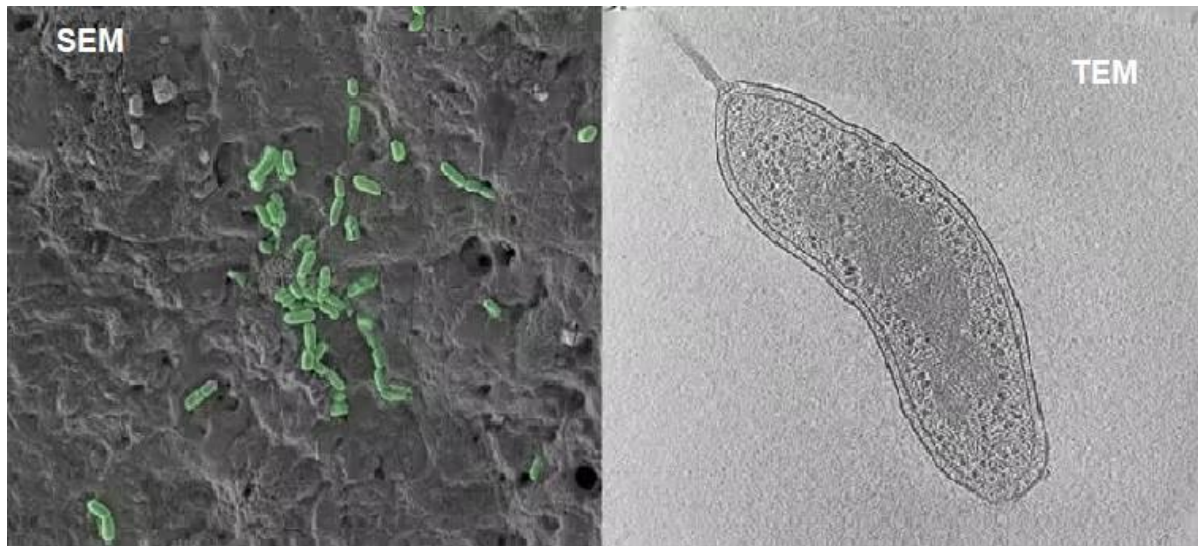
- transmisijski elektronski mikroskop (eng. *Transmission electron microscope* (TEM)) – slika uzorka dobiva se prosijavanjem (transmisijom),
- skenirajući ili pretražni elektronski mikroskop (eng. *Scanning Electron Microscope* (SEM)) – slika uzorka dobiva se odbijanjem elektrona od površine uzorka u detektor (refleksijom). [22]

Transmisijski elektronski mikroskop koristi se najčešće za temeljna istraživanja strukture tvari i uzorci moraju biti vrlo fino pripremljeni prije prozračivanja. SEM mikroskop ima mogućnost širokog raspona povećanja od nekoliko desetaka puta do milijun puta. Unikatno svojstvo je velika oštrina slike zbog čega se mogu povećati hrapave površine i razni predmeti. U strojarstvu se SEM mikroskop najviše koristi pri pregledima površina prijeloma uzorka nakon raznih testiranja. Udarom elektrona u površinu uzorka dolazi do izbijanja rendgenskog zračenja koje se može analizirati kako bi se dobila analiza kemijskog sastava. TEM elektronski mikroskop Tecnai G2-30 prikazan je na slici broj 19. Slika broj 20 prikazuje razliku između TEM i SEM elektronskim mikroskopima pri promatranju istog predmeta. [3]



Slika 19: Prikaz TEM elektronskog mikroskopa Tecnai G2-30

Izvor: <https://cemas.osu.edu/capabilities/transmission-electron-microscopy-tem-0/tecnai-g2-30-tem-formerly-produced-fei>



Slika 20: Prikaz razlike slike istog predmeta pri korištenju TEM i SEM elektronskog mikroskopa

Izvor: <https://www.thermofisher.com/blog/materials/tem-vs-sem-whats-the-difference/>

### 3. Istraživanje svojstava nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi nakon starenja

U sklopu ovog rada provelo se istraživanje nad testnim epruvetama nanokompozita aluminijske legure AlSi9Cu3(Fe) s ugljikovim nanocijevima (eng. *Carbon Nano Tubes*, (CNT)). Aluminijska legura služi kao matrica i dobivena je tehnologijom visokotlačnog lijevanja (eng. *High Pressure Die Casting*, (HPDC)). Epruvete su proizvedene 2019. godine u sklopu doktorske disertacije doc.dr.sc. Vedrane Špade, dipl.ing. Tri godine nakon proizvodnje nanokompozita visokotlačnim lijevanjem napravljeno je istraživanje kako bi se istražio utjecaj starenja na taj novi materijal. Primarno istraživanje je provedeno na sveukupno 10 testnih epruveta koje su podijeljene u dvije skupine, prva skupina je bila B, a druga skupina M1. Pri proizvodnji epruveta napravljeno je 11 skupina, otprilike 100 testnih epruveta. Od epruveta koje nisu iskorištene pri prvom testiranju odabrane su epruvete iz skupina koje su pokazale najbolja svojstva. Kod skupine B matrica je dolegirana magnezijem, pozicijski gledano ojačalo je dodano miješanjem u taljevinu u inertoj atmosferi. Kod skupine M1 prvobitno napravljene su tri verzije ili podskupine uzoraka s različitim postotkom ojačala 0,05%, 0,1% i 0,2% MWCNT. Matrica je također dolegirana magnezijem. [1] Za ovaj rad odabrane su epruvete M1 – 0,05% MWCNT jer su postigle najviši rezultat, najniže rasipanje rezultata pri prvobitnom testiranju vlačne čvrstoće i istežljivosti kao i homogenost u raspodjeli ojačala i matrice. Razlike između serije M1 i B je u tome što se kod serije M1 MWCNT dodale prije klipa u HPDC stroj, a kod serije B su se umješavale direktno u taljevinu. Na učinak umjetnog starenja ispitano je po pet uzoraka iz tih serija koje su bile najuspješnije u radu dr. Špade. Na slici broj 21 prikazane su epruvete prije početka istraživanja.



Slika 21: Testne epruvete nanokompozita

Izvor: obrada podataka

### 3.1. Ispitivanje vlačne čvrstoće nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi

Prvo ispitivanje koje je provedeno nad testnim epruvetama je vlačni test kojim se ispituje vlačna čvrstoća i istezljivost. Za provedbu vlačnog testa korištena je univerzalna statička kidalica Messphysik BETA250 prikazana na slici broj 22. Standardni vlačni test je proveden na sobnoj temperaturi prema normi ISO 6892 – 1. Na slici broj 23 nalazi se fotografija laserskog ekstenzometra ME 53 – 250 i digitalne kamere koji su postavljeni na kidalicu kako bi se dobili što točniji rezultati.



Slika 22: Univerzalna statička kidalica Messphysik BETA250

Izvor: obrada podataka



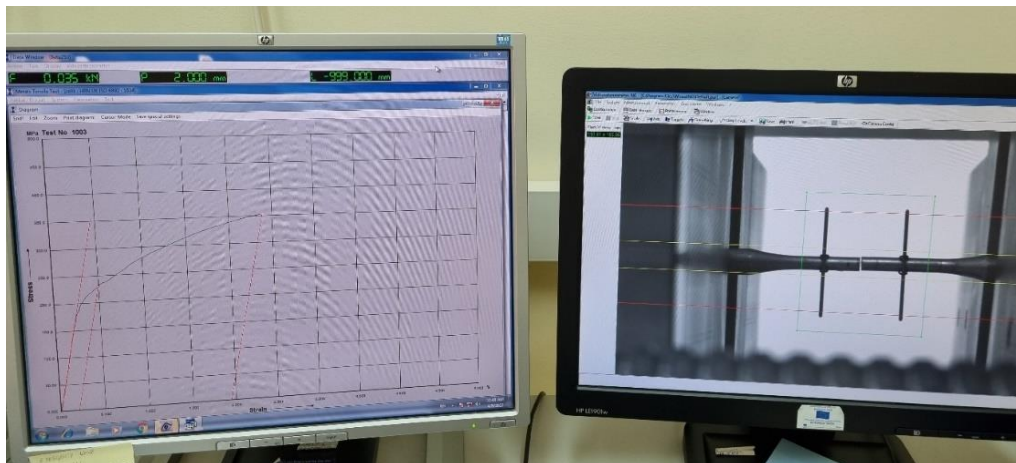
Slika 23: Laserski ekstenzometar ME 53 – 250 i digitalna kamera

Izvor: obrada podataka



Toni Racan, diplomski rad: Istraživanje utjecaja starenja na mehanička svojstva nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi, 2022.

Pomoću slika broj 24 i 25 prikazuju se ekrani računala prilikom korištenja kidalice i epruvete nakon vlačnog testa. Na lijevom ekranu računalo dijagramski prikazuje rast sile potrebne tijekom vlačnog testa dok se na desnom ekranu pomoću kamere može pratiti približena slika epruvete.



Slika 24: Prikaz rezultata vlačnog testa dobivenih laserskim ekstenzometrom i digitalnom kamerom

Izvor: obrada podataka



Slika 25: Testne epruvete nanokompozita nakon vlačnog testa

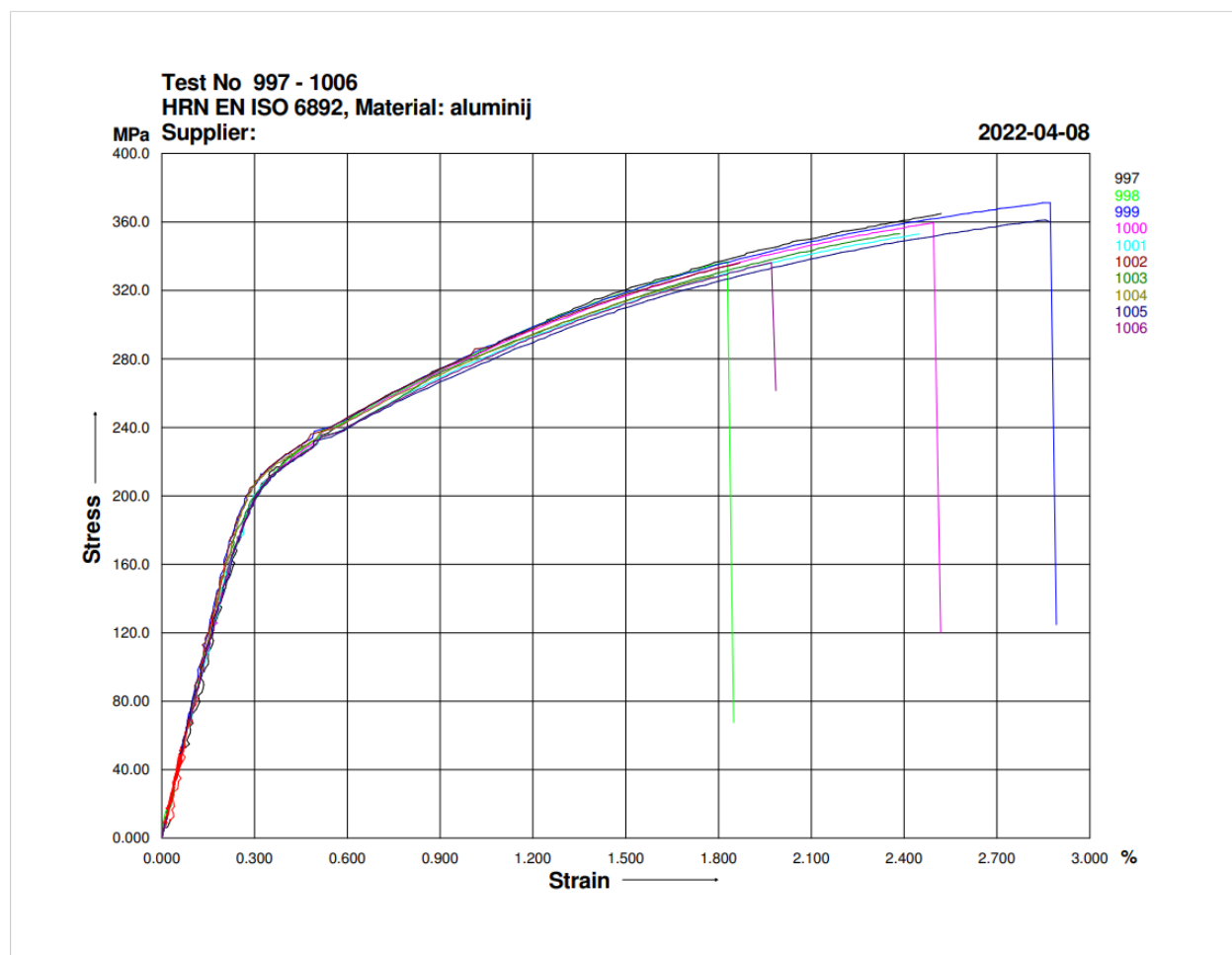
Izvor: obrada podataka

Rezultati vlačnog testa su prikazani u tablici broj 1. Za svaku testnu epruvetu dan je rezultat  $R_{p\ 0.2}$  [MPa] koji označava granicu tečenja od 0,2% što znači da će pri optrećenju  $R_{p\ 0.2}$  doći do plastične deformacije od 0,2% i rezultat  $R_m$  [MPa] koji označava silu na vlak pri kojoj dolazi do pucanja materijala. Iz prije spomenutog disertacijskog rada uzeti su podaci o vlačnoj čvrstoći matrice aluminijske legure AlSi9Cu3(Fe) koja iznosi  $R_m$  [MPa] =  $263,2 \pm 2.9$  MPa. Usporedbom najnižeg rezultata vlačne čvrstoće uzorka M15 iz tablice 1 i rezultata matrice Izračunato je da nanokompozit ima 24,8% višu vlačnu čvrstoću od legure. Slika broj 26 grafički prikazuje rezultate vlačnog testa.

Tablica 1: Rezultati vlačne čvrstoće nad testnim epruvetama

Izvor: obrada podataka

| Oznaka testne epruvete | $R_{p\ 0.2}$ [MPa] | $R_m$ [MPa] |
|------------------------|--------------------|-------------|
| B4                     | 229,4              | 364,8       |
| B7                     | 234,0              | 336,8       |
| B10                    | 233,6              | 371,2       |
| B27                    | 232,7              | 359,5       |
| B28                    | 229,4              | 352,9       |
| M11                    | 231,5              | 336,0       |
| M13                    | 229,4              | 353,0       |
| M15                    | 232,4              | 328,4       |
| M16                    | 227,3              | 361,1       |
| M110                   | 229,8              | 336,2       |



Slika 26: Grafička prikaz rezultata vlačnog testa uzoraka

Izvor: obrada podataka

### 3.2. Priprema uzoraka za daljnje ispitivanje

Kako bi se olakšala provedba drugih testova i ispitivanja odlučeno je da se uzme samo jedan uzorak iz svake skupine (uzorci s najvećom vlačnom čvrstoćom). Uzorci B10 i M16. Nanokompozitni uzorci su potom precizno rezani koristeći rezalicu LECO i reznu ploču PRESI tipa MNF koja služi za rezanje aluminija, bakra i legura. Na slikama pod brojem 27 i 28 prikazana je precizna rezalica LECO i uzorak M16 nakon rezanja.



Slika 27: Rezalica LECO

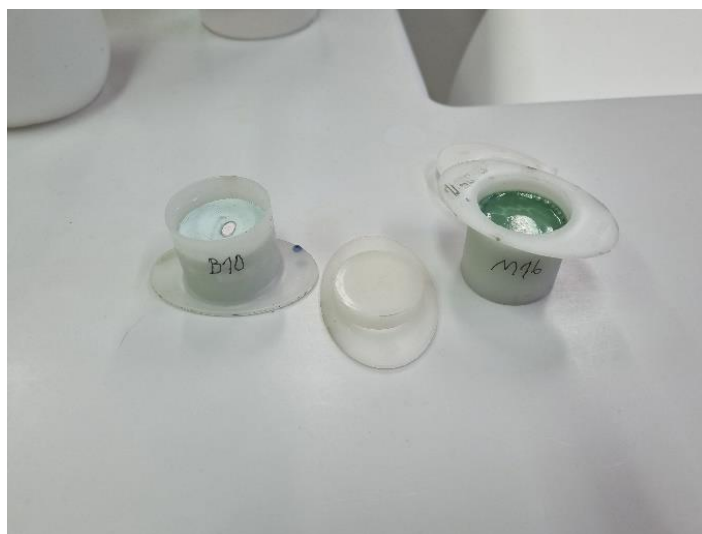
Izvor: obrada podataka



Slika 28: Uzorak nakon rezanja

Izvor: obrada podataka

Potom se uzorak veličine otprilike 1,5 cm duljine umetnuo u kalup u koji se dodala poliesterska smola marke Struers. Komponente smole su DuroCit -3 Liquid I, DuroCit Powder i DuroCit -3 Liquid II. Prema uputi proizvođača prvo se dodaje 6,4 g Liquid I komponente u zdjelu za miješanje, a potom se dodaje 11,2 g komponente Powder. Mješavina se miješa 90 sekundi i treba se postići homogena smjesa. Nakon toga se dodaje 3 g komponente Liquid II i smjesa se miješa dodatnih 60 sekundi pa se ulije u kalup u koji je prethodno postavljen uzorak na željenu poziciju. Na slikama broj 29 i 30 prikazani su uzorci u kalupima sa smolom i uzorci nakon sušenja.



Slika 29: Prikaz uranjanja uzoraka u smolu koristeći kalup

Izvor: obrada podataka



Slika 30: Prikaz uzoraka u smoli nakon sušenja

Izvor: obrada podataka

Toni Racan, diplomski rad: Istraživanje utjecaja starenja na mehanička svojstva nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi, 2022.

Sljedeći korak pri pripremi uzorka je brušenje i poliranje pomoću stroja Struers Labopol - 5. Proizvođač Struers uz stroj nudi upute pomoću kojih se pravilno brusi i polira uzorak u 5 različitih koraka od kojih svaki zahtjeva određenu ploču, tekućinu za poboljšano skidanje čestica, brzinu vrtnje ploče i silu koja se koristi pri upotrebi stroja. Na slikama broj 31 i 32 prikazana je fotografija stroja za brušenje i poliranje i prikaz uzorka nakon obrade brušenjem i poliranjem.



Slika 31: Struers Labopol - 5 uređaj za brušenje i poliranje

Izvor: obrada podataka



Slika 32: Fotografija uzorka nakon brušenja i poliranja

Izvor: obrada podataka

Sljedeći korak pri pripremi uzoraka je nagrizanje uzoraka koristeći kiseline. Uzorci se nagrizaju kiselinama kako bi se poboljšala analiza mikrostrukture optičkim svjetlosnim mikroskopom. Cilj ovog rada je usporedba rezultata nakon proizvodnje lijevanjem i nakon 3 godine starenja uzorka. Pošto korištenje kiseline utječe na uzorak odlučeno je da se koristi Kellerov reagens koji je korišten i u prvobitnom istraživanju. Prvi korak je miješanje kemikalija kako bi se dobio reagens. Prvo se stavlja destilirana voda mase 6,33 ml u Petrijevu zdjelicu, potom se dodaje nitritna kiselina mase 0,166 ml (Nitritna kiselina, Carlo Erba reagents, Italija, 65%). Nakon toga se Petrijeva zdjelica zatvara većom plosnatom zdjelicom kako bi se izbjeglo hlapljenje kiseline tijekom pripreme ostalih kemikalija. Za točno doziranje sastojaka koriste se pipete. Sljedeća kemikalija koja se dodaje pipetama u mješavinu je klorovodična kiselina (Kloridna kiselina, Gram Mol, Hrvatska, 37%), nakon koje se dodaje fluorovodična kiselina (Fluorovodična kiselina, Fisher Scientific, 40%). Nakon što su svi sastojci dodani u mješavinu, slijedi miješanje kemikalija koje se odvija u digestoru. Digestor je stroj koji služi za povlačenje štetnih isparivanja kemikalija kako bi se smanjila šansa od ozljede. Zadnji korak je uranjanje uzoraka u pripremljeni Kellerov reagens. Uranjanje je trajalo točno 20

Toni Racan, diplomski rad: Istraživanje utjecaja starenja na mehanička svojstva nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi, 2022.

sekundi kao i u prvobitnom istraživanju kako ne bi bilo utjecaja na rezultate. Slika broj 33 prikazuje digestor s kemikalijama koje su korištene pri izradi Kellerovog reagensa.



Slika 33: Digestor s kemikalijama korištenim u izradi Kellerovog reagensa

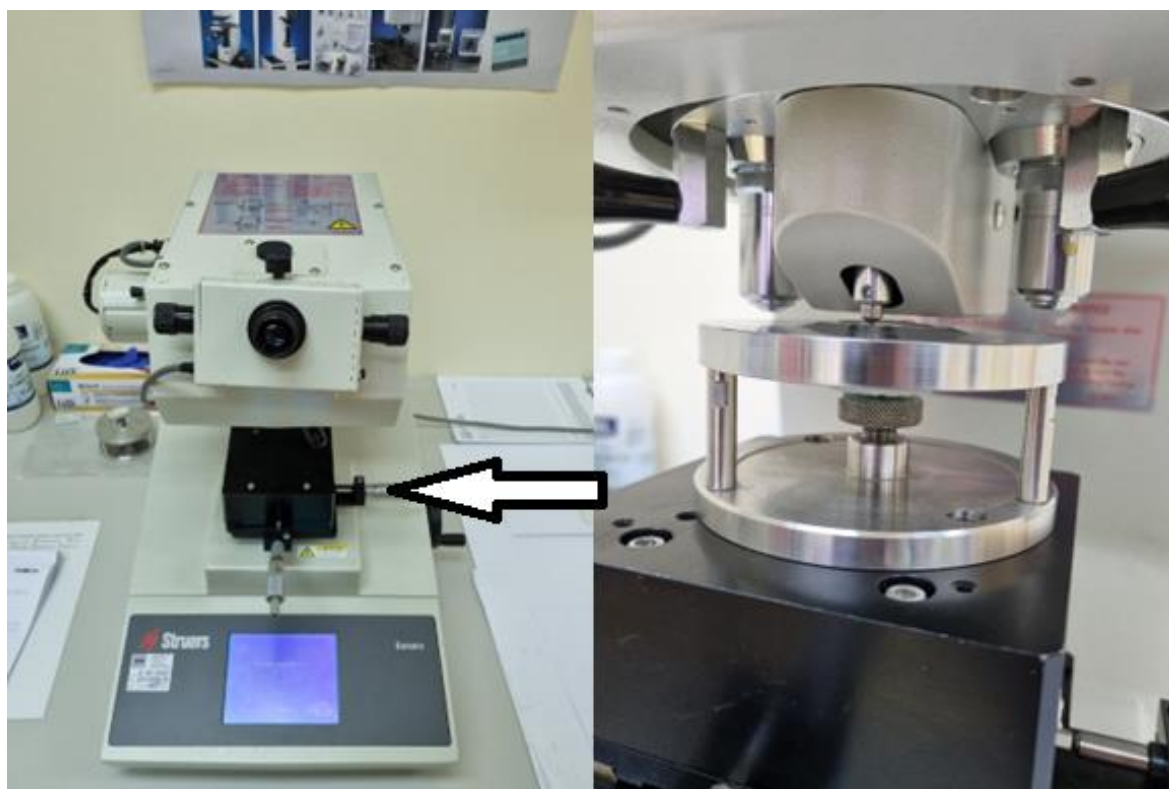
Izvor: obrada podataka

### 3.3. Mjerenje tvrdoće prema Vickersu nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi

Mjerenje tvrdoće prema Vickersu provedeno je na uređaju Struers Duramin 2 na metalografski pripremljenim uzorcima u skladu s normom za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala HRN EN ISO 6507 - 1. Uređaj Struers Duramin 2, prikazan na slici broj 34, služi za mjerenje tvrdoće koristeći skalu po Vickersu. Uređaj se prvo mora umjeriti za zadani materijal pomoću mjerenja izvršenih na etalonima. Etalon je uzorak

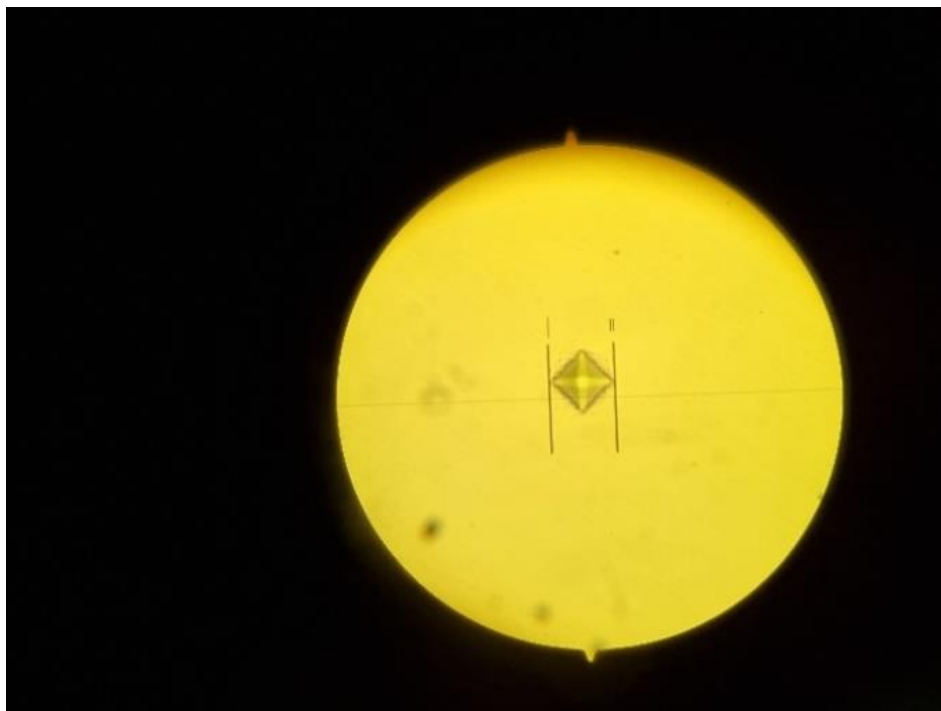


koji ima izmjerenu tvrdoću pa se mjerenjem tvrdoće etalona provjerava točnost uređaja i točnost iščitavanja rezultata. Potom se određeni uzorak stavlja na postolje aparata i odrade se dva probna mjerenja nakon kojih slijedi pet mjerenja čiji se rezultati uzimaju u obzir. Zadnji korak je izračunavanje aritmetičke sredine svih mjerenja. Prilikom svakog mjerenja uređaj otisne vrh u obliku piramide u uzorak na željenoj poziciji pri opterećenju HV1 prema normi. Potom se koristeći okular, namještaju mjerne crte i njihov razmak na utisku prikazano na slici broj 35. Kada su mjerne crte na poziciji, uređaj iščita veličine dijagonala utiska i izračuna tvrdoću materijala. Slika broj 36 prikazuje izgled utiska pri korištenju svjetlosnog mikroskopa.



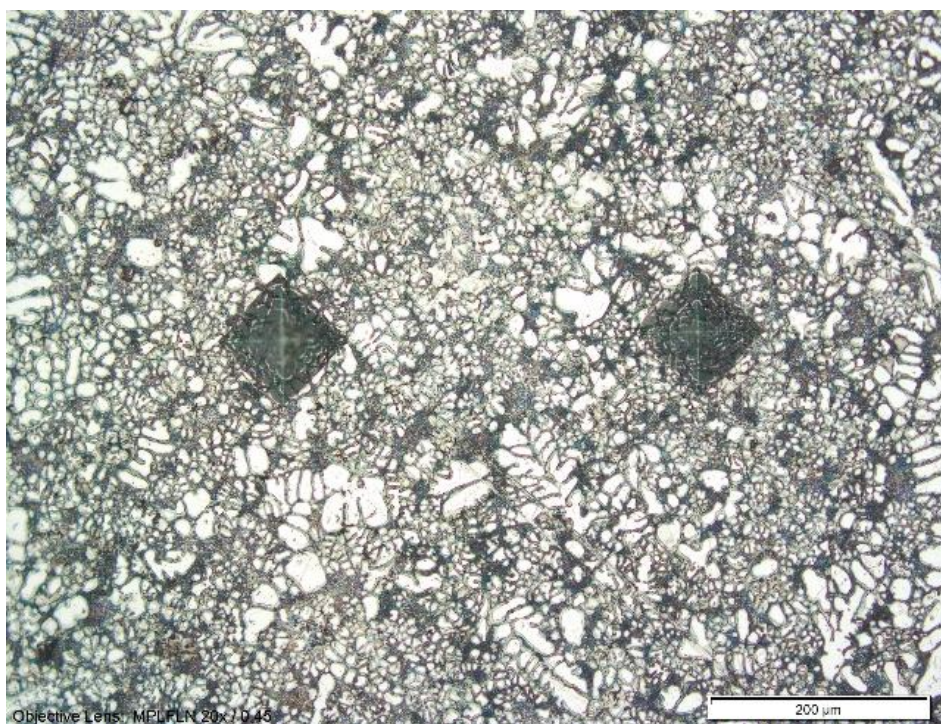
Slika 34: Lijevo: Uređaj Struers Duramin 2 za mjerenje tvrdoće; Desno: postolje za postavljanje uzorka

Izvor: obrada podataka



Slika 35: Prikaz mjernih crta i utiska gledano kroz okular

Izvor: obrada podataka



Slika 36: Prikaz izgleda utiska gledano kroz okular optičkog mikroskopa

Izvor: obrada podataka

Tablica 2: Rezultati mjerenja tvrdoće uzorka B10 i M16

Izvor: obrada podataka

| Mjerenje                      | Uzorci   |          |
|-------------------------------|----------|----------|
|                               | HV (B10) | HV (M16) |
| 1                             | 117      | 120      |
| 2                             | 114      | 125      |
| 3                             | 86,2     | 129      |
| 4                             | 113      | 122      |
| 5                             | 113      | 126      |
| Aritmetička sredina rezultata | 114,3    | 124,4    |

Rezultati mjerenja tvrdoće prikazani su tablici 2. Računanjem aritmetičke sredine uzoraka dolazi se do rezultata tvrdoće koji iznose:

Uzorak B10 = 114,3 i

Uzorak M16 = 124,4.

Iz disertacijskog rada uzima se rezultat provjere tvrdoće matrice odnosno aluminijske legure koji iznosi 95,1 i radi se usporedba s novim rezultatima iz tablice broj 2. Iz usporedbe se zaključuje da novi rezultati uzorka B10 su bolji od aluminijske legure za 20,2% i rezultati uzorka M16 su bolji za 30,8%, odnosno imaju višu tvrdoću.

### 3.4. Ispitivanje kemijske analize uzoraka nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi

Za provedbu kemijske analize primijenjen je optički emisijski spektrometar s metodom pobude uzorka tinjajućim izbojem (eng. *Glow Discharge Source*, (GDS)) tipa 500A tvrtke LECO. GDS optički emisijski spektrometar koristi metodu pobude uzorka pomoću tinjajućeg izboja pri naponu 1098 V, jakosti struje 45 mA i tlaku 3,36 Torr u inertnoj atmosferi argona. Uređaj je kalibriran za kemijsku analizu Al – Si legura. Pri provedbi kemijske analize uzorka prvi korak je kalibriranje i zagrijavanje uređaja

Toni Racan, diplomski rad: Istraživanje utjecaja starenja na mehanička svojstva nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi, 2022.

koristeći etalone za aluminij/silicij leguru. Potom slijedi podešavanje parametara mjerila sukladno s rezultatima koje uređaj daje. Sljedeći korak pri kalibraciji uređaja je podešavanje otklona pri kojem se tri puta testiraju dva dodatna etalona. Slika broj 37 prikazuje radnu stanicu GDS optičkog emisijskog spektrometra koja služi za korištenje i interpretaciju rezultata, a slika broj 38 prikazuje unutrašnjost GDS uređaja.



Slika 37: Radna stanica GDS optičkog emisijskog spektrometra Leco tip 500A

Izvor: obrada podataka



Slika 38: Unutrašnjost GDS uređaja Leco tip 500A

Izvor: obrada podataka

Svi uzorci (B10 i M16) su testirani tri puta kao što je prikazano na slici broj 39. Lijevi uzorak na slici je M16, a desni B10. Rezultati mjerenja optičkim emisijskim spektrometrom prikazani su u tablici broj 3. Rezultati u tablici prikazuju maseni udio ( $W$ ) elemenata u spoju izražen u postocima (srednja vrijednost tri mjerenja).



Slika 39: Prikaz uzorka nakon testiranja GDS uređajem

Izvor: obrada podataka

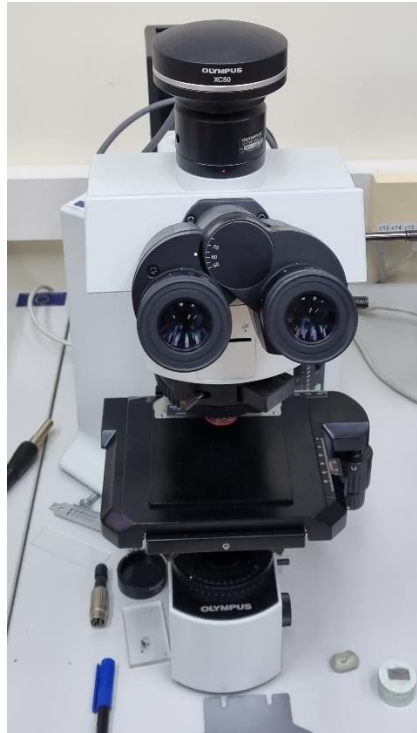
Tablica 3 : Rezultati kemijske analize napravljene GDS spektrometrom za uzroke B10 i M16

Izvor: obrada podataka

| Kemijski element | Cu    | Si    | Fe    | Mn    | Mg    | Zn2   | Cr     | Ni     | Ca     | Pb     | Ti2    |
|------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| W (%) B10        | 3,100 | 9,875 | 0,981 | 0,188 | 0,567 | 0,841 | 0,0279 | 0,0302 | 0,0027 | 0,0045 | 0,0664 |
| W (%) M16        | 3,336 | 9,821 | 0,891 | 0,179 | 0,589 | 0,819 | 0,0267 | 0,0286 | 0,0023 | 0,0128 | 0,0592 |

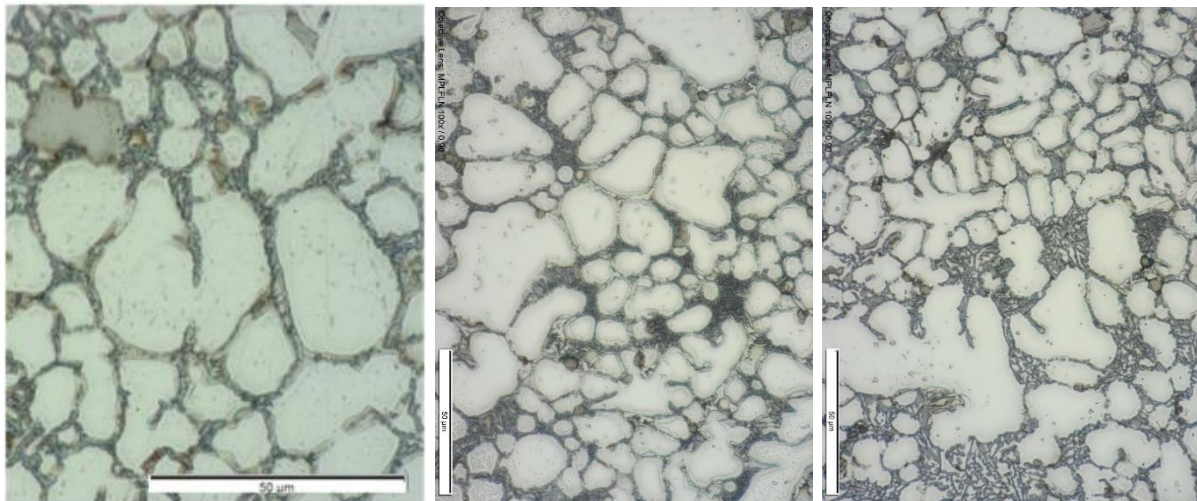
### 3.5. Analiza mikrostrukture uzoraka nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi

Za analizu mikrostrukture uzorka korišten je optički svjetlosni mikroskop Olympus BX51 raznih uvećanja prikazan na slici broj 40. Cilj korištenja optičkog mikroskopa je usporedba mikrostrukture nakon starenja. Korištena su tri različita uvećanja koje iznose 200X, 500X i 1000X. Koristeći svjetlosni optički mikroskop dobivena je analiza karakterističnih mikrostrukture nanokompozita legure AlSi9Cu3(Fe) i ugljikovih nanocijevi koja je proizvedena tehnologijom visokotlačnog lijevanja s visokom brzinom hlađenja. Tijekom proizvodnje nanokompozita cilj je dobiti visoku homogenost legure i nanocijevi kako bi se postigla jednaka svojstva kroz cijelu testnu epruvetu. Nakupine MWCNT (eng. *Multi-Walled Carbon Nanotubes*) ojačala nazivaju se aglomerati.



Slika 40: Fotografija svjetlosnog mikroskopa Olympus BX51

Izvor: obrada podataka



a) Uzorak R

b) Uzorak B10

c) Uzorak M16

Slika 41: Slike pri uvećanju 1000X mikrostruktura: a) Uzorak R - aluminijska legura AlSi9Cu3(Fe) [1]; b) Uzorak B10; c) Uzorak M16

Izvor: obrada podataka

Pregledom slike broj 41 uočena je razlika između mikrostruktura aluminijske legure  $AlSi9Cu3(Fe)$  i nanokompozita. MWCNT ojačala koja su dodana u uzorcima B10 i M16 imaju značaj utjecaj na mikrostrukturu. Kod nanokompozita uočena je finija mikrostruktura i primarna Al – zrna su manjih dimenzija te na granicama zrna uočeno je da ima više crnih nakupina. Pretpostavlja se da broj nakupina se povećao zbog dodavanja dodatnih ojačala (nanocijevi). Poboljšanje mehaničkih svojstva legure u skladu je s promjenama u mikrostrukturi. U nekim uzorcima došlo je do grupiranja (aglomeriranja) nanocijevi ojačala i ne miješaju se homogeno s legurom. Zbog grupiranja ojačala dolazi do rasipanja rezultata pri testovima na vlačnu čvrstoću.

### **3.6. SEM i EDS analiza uzoraka nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi**

Kako bi se ispitala distribucija i postojanost MWCNT ojačala u matrici, a i utjecaj ojačala na mikrostrukturu aluminijske legure napravljena je elektronska mikroskopija s energetsom disperzijom (eng. *Scanning Electrone Microscope (SEM) equipped with an energy dispersive X – ray detector (EDS)*). Uz navedeno elektronski pretražni mikroskop koristi se i za točnu identifikaciju svih faznih mikrokonstituenata, fraktografiju loma, dokazivanje toplinske postojanosti ojačala i detaljniju analizu mikrostrukture matrice. U ovom radu koristio se elektronski mikroskop proizvođača FEI tip Quanta 250 FEG. Pomoću uređaja obavljene su elektronska mikroskopija i energijsko disperzijska spektroskopija. Elektronski mikroskop koristi detektore povratno raspršenih elektrona i detektore sekundarnih elektrona kako bi se izradile SEM slike u visoko vakumskim uvjetima i najboljoj rezoluciji. Za EDS analizu korišten je elektronski mikroskop uz OXFORD PentaFET rendgenski detektor i računalni program (software) za analizu slike. EDS uređaj korišten je za izradu mikroanaliza pojedinih faza, koje su obojene po površinama uzorka matrice kako bi se postiglo pregledno mapiranje. Kvalitativni i kvantitativni kemijski sastav nanokompozitnog uzorka određen je analizom intenziteta rendgenskih zraka uz točnu udaljenost površine uzorka od izvora elektrona i detektora. Informacije o morfologiji površine i građi uzorka dobivaju se primjenom SEM analize. Slika broj 42 prikazuje elektronski mikroskop FEI Quanta 250 FEG koji je korišten za SEM analizu, a slika broj 43 prikazuje Oxford miscF+ i Oxford x-stream-2 instrumente koji služe za EDS analizu.





Slika 42: FEI Quanta 250 FEG SEM instrument

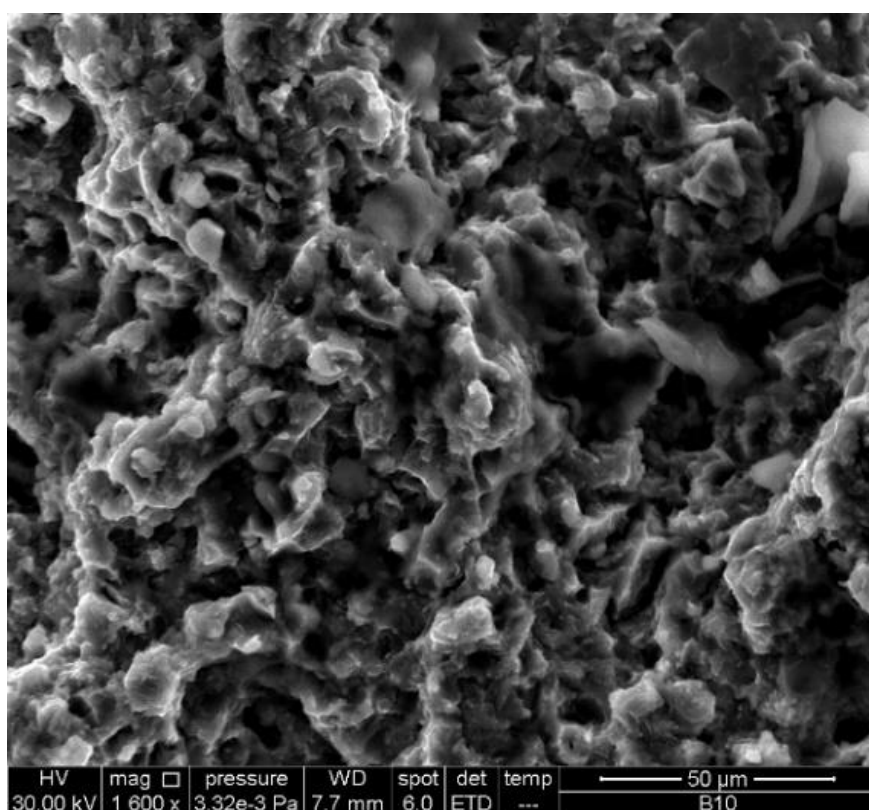
Izvor: obrada podataka



Slika 43: Prikaz Oxford miscF+ i Oxford x-stream-2 instrumenta

Izvor: obrada podataka

Elektronska mikroskopija s energentskom disperzijom nanokompozitnog uzorka legure izvršena je kako bi se provela kontrola kvalitete uzorka i provjerila kemijska svojstva. Slika broj 44 prikazuje mikrosnimak površine nanokompozita legure  $\text{AlSi9Cu3(Fe)}$  i ugljikovih višestijenih nanocijevi nakon pripreme uzorka sa smolom i Kellerovim reagensom. Površine koje su glatke i zaobljene predstavljaju dendrite primarnog  $\alpha\text{Al}$ , a rascjepi u nizu predstavljaju dvofazna područja na kojima je eutektik ( $\alpha\text{Al} + \text{Si}$ ).



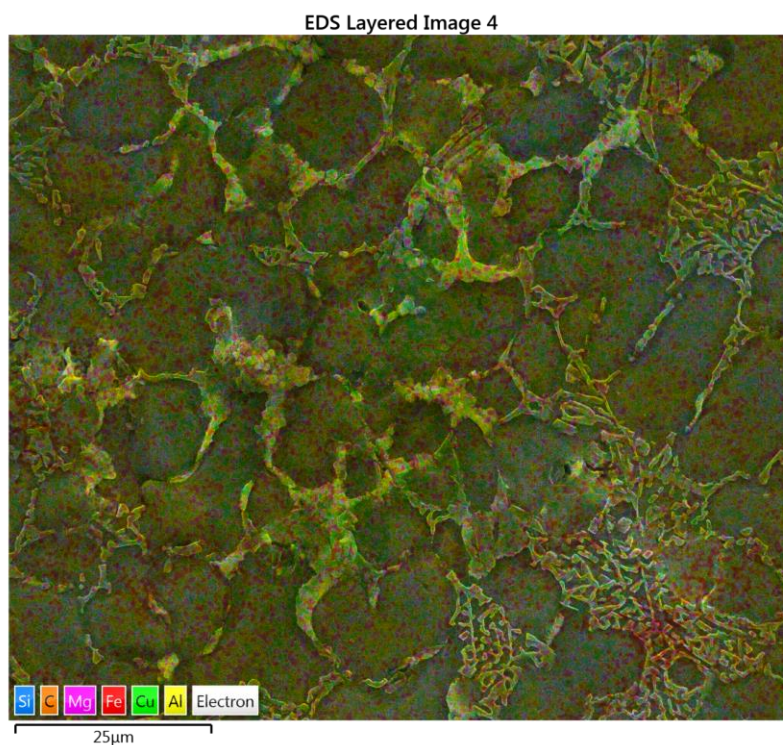
Slika 44: SEM mikrosnimak površine uzorka B10 pri uvećanju 1600x

Izvor: obrada podataka

Pomoću detektora i programa za EDS analizu na elektronskom mikroskopu napravljena je analiza kemijskog sastava elemenata na površini uzorka nanokompozita. Analizom detektirani su osnovne mikrostrukturni konstituenti i njihova morfologija u ukupnoj mikrostrukтури uzorka.

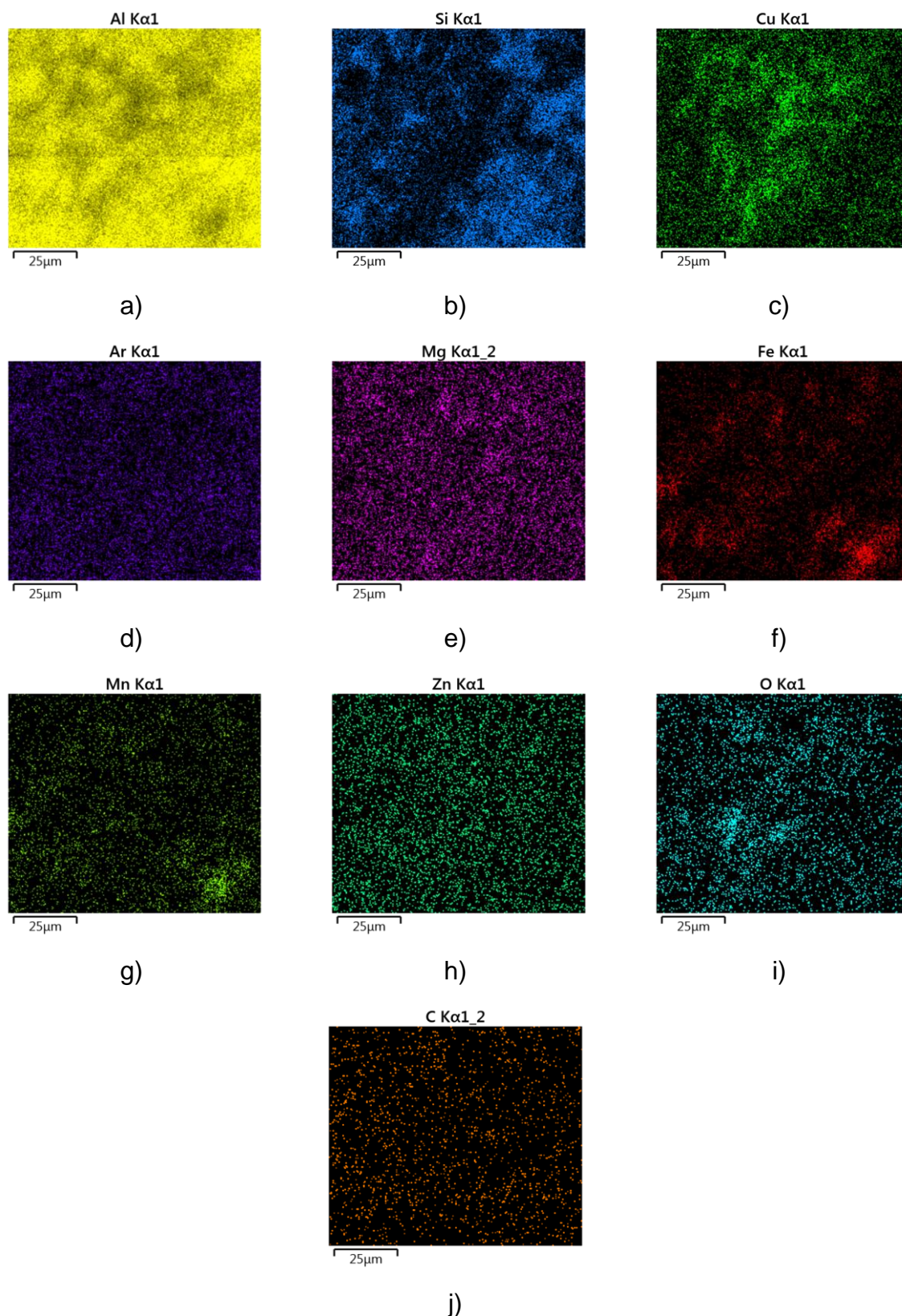
### 3.7. EDS analiza uzorka B10

Slika broj 45 prikazuje snimku površine uzorka B koristeći elektronski mikroskop. Snimka je potom analizirana koristeći EDS i u programu obrađena na način da je svaki element obojan drugom bojom. Snimke te vrste zovu se i zbirne mape. Koristeći program napravljene su pojedinačne mape površine koje su prikazane na slici broj 46 kako bi se jasnije mogla vidjeti rasprostranjenost i količina elemenata na površini uzorka.



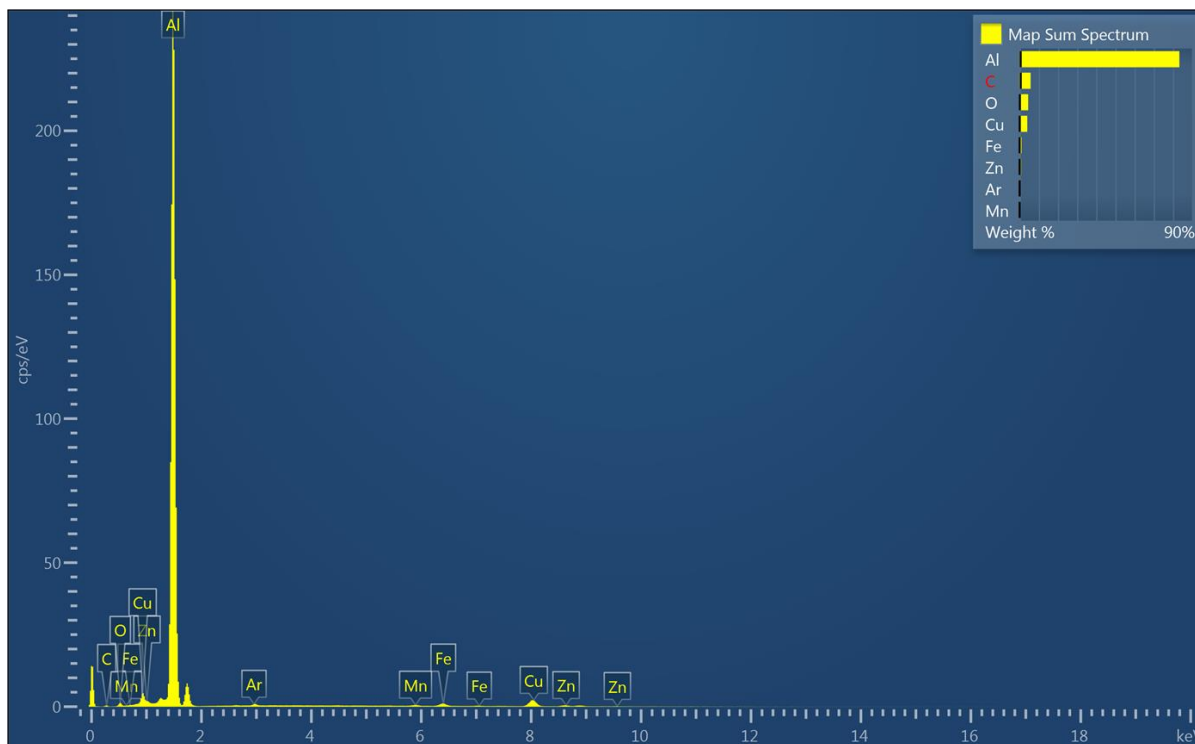
Slika 45: Zbirna mapa površine uzorka B10

Izvor: obrada podataka



Slika 46: Pojedinačno obojane mape rasprostranjenosti pojedinih kemijskih elemenata na površini uzorka B10 snimljene SEM/EDS metodom pri uvećanju 1000x a) aluminij (Al); b) Silicij (Si); c) bakar (Cu); d) argon(Ar); e) magnezij (Mg); f)željezo (Fe); g) mangan (Mn); h) cink (Zn); i) kisik (O); j) ugljik (C)

Izvor: obrada podataka



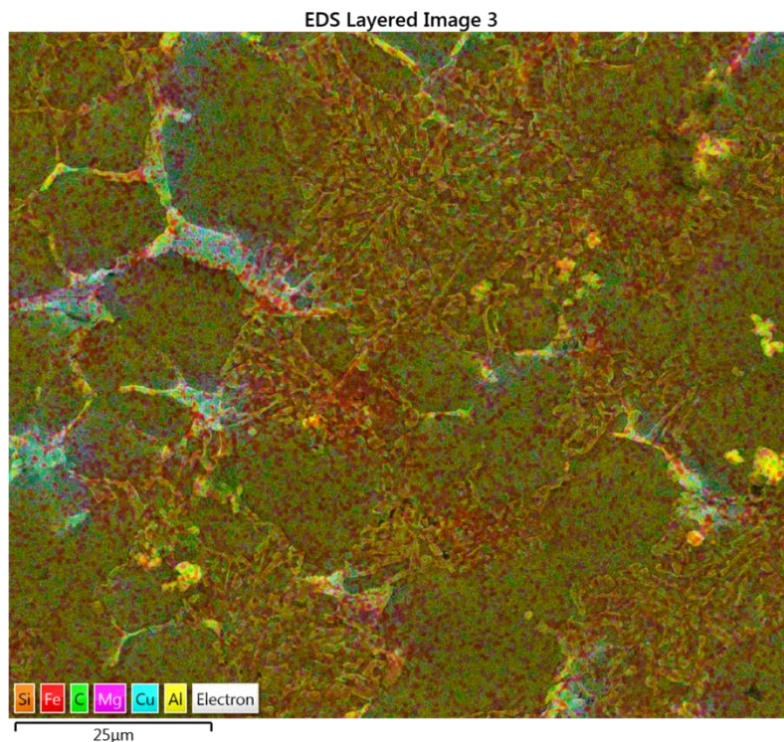
Slika 47: Grafički prikaz rezultata EDS analize uzorka B10

Izvor: obrada podataka

Osim prikazanih pojedinačnih obojanih mapa, SEM/EDS analiza može rezultate i grafički prikazati. Grafički prikaz rezultata analize uzorka B10 nalazi se na slici broj 47. Proučavanjem grafičkog prikaza dolazi se do zaključka da se u uzorku nalazi najviše aluminija. Osim aluminija, u uzorku se nalaze i ugljik, silicij, kisik, bakar, željezo, cink i mangan.

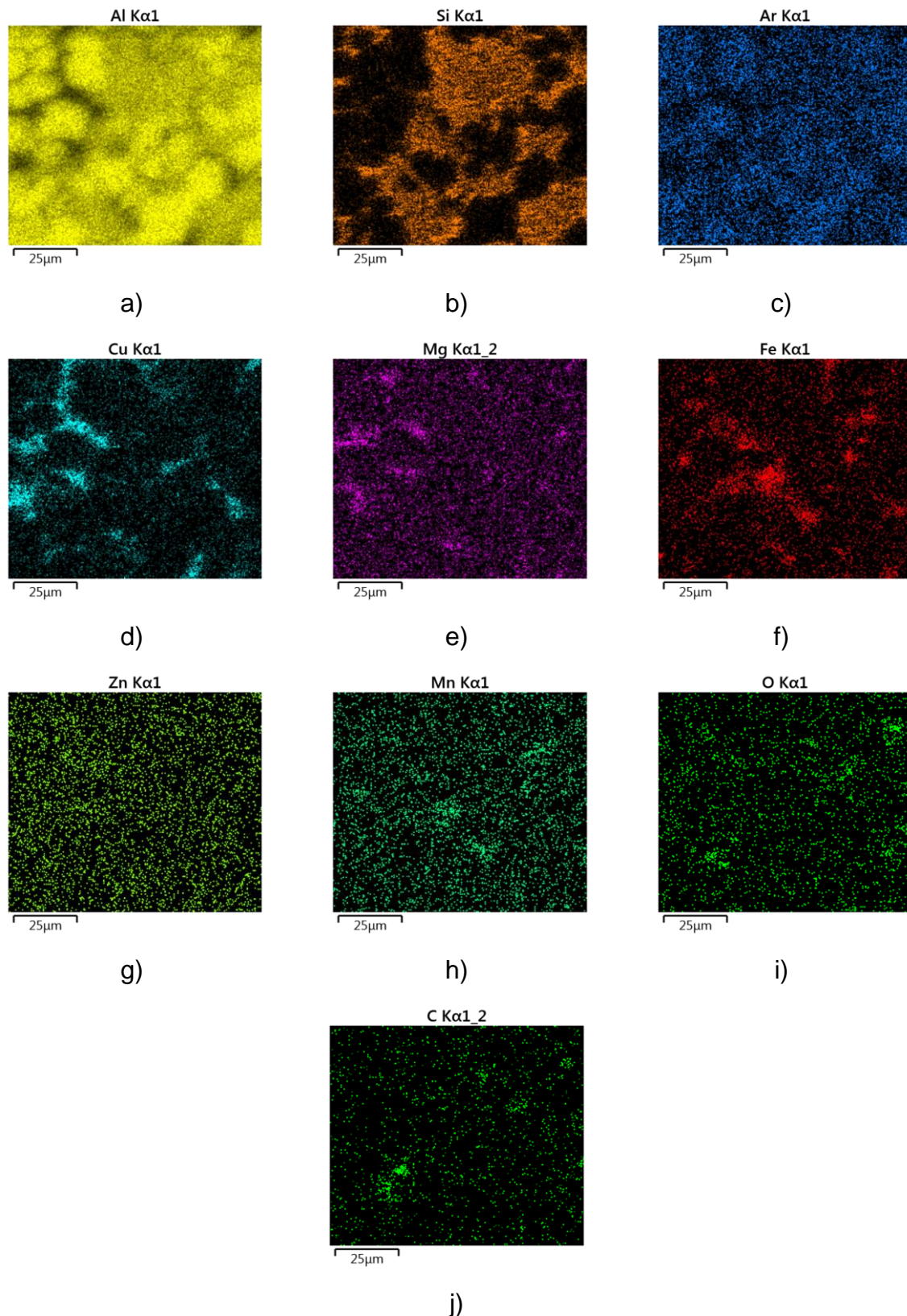
### 3.8. EDS analiza uzorka M16

Slika broj 48 prikazuje zbirnu mapu površine uzorka M1 napravljenu koristeći SEM/EDS analizu, a slika broj 49 je skup pojedinačnih mapa površine uzorka. Grafički prikaz rezultata analize uzorka M16 nalazi se na slici broj 50. Proučavanjem grafički prikazanih rezultata EDS analize dolazi se do zaključka da se u uzorku nalazi najviše aluminija. Osim aluminija, u uzorku se nalaze i silicij, ugljik, bakar, kisik, cink, željezo i mangan.



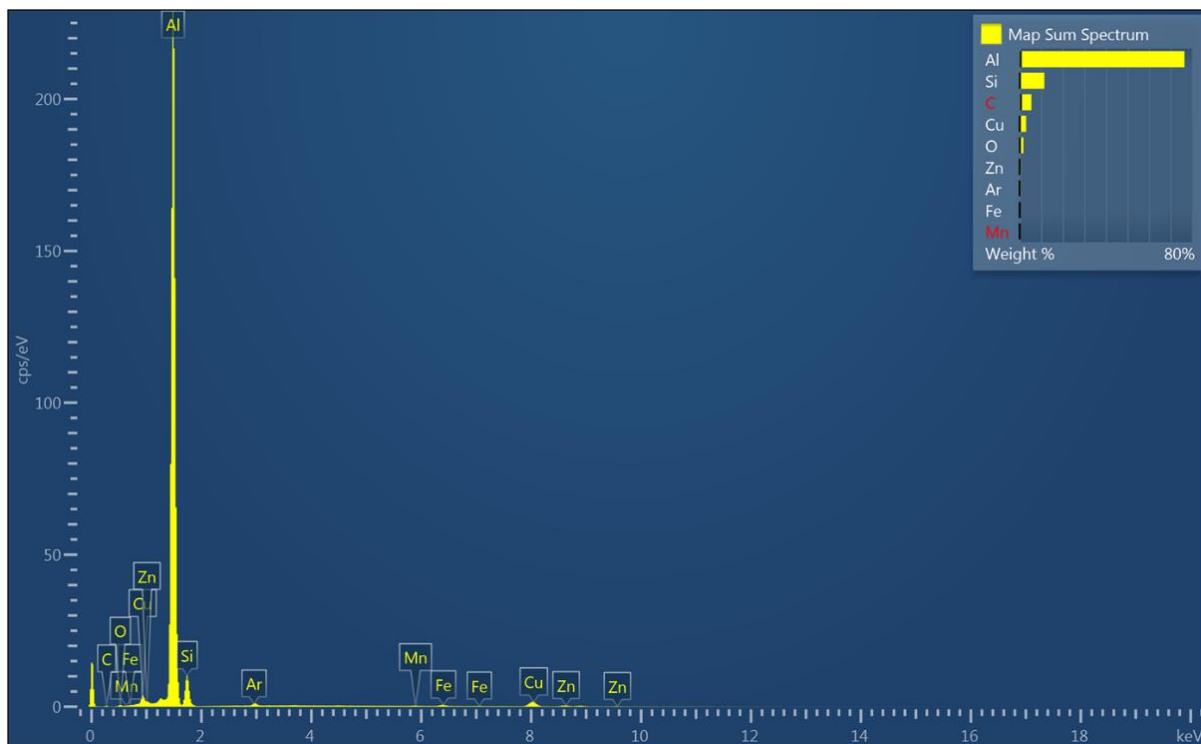
Slika 48: Zbirna mapa površine uzorka M16

Izvor: obrada podataka



Slika 49: Pojedinačno obojane mape rasprostranjenosti pojedinih kemijskih elemenata na površini uzorka M16 snimljene SEM/EDS metodom pri uvećanju 1000x a) aluminij (Al); b) silicij (Si); c) argon (Ar); d) bakar (Cu); e) magnezij (Mg); f) željezo (Fe); g) cink (Zn); h) mangan (Mn); i) kisik(O); j) ugljik (C)

Izvor: obrada podataka



Slika 50: Grafički prikaz rezultata EDS analize uzorka M16

Izvor: obrada podataka



#### 4. Usporedba rezultata prije i poslije starenja nanokompozita od Al-legure i ugljikovih nanocijevi

Cilj ovog rada je provjeriti svojstvo starenja nanokompozita od aluminijskih ljevačkih legura. Svojstvo starenja je sposobnost materijala da poboljša mehanička svojstva tijekom vremena. Prvi eksperiment je obavljen 2019. godine u sklopu doktorske disertacije doc.dr.sc. Vedrane Špade, dipl.ing. na uzorcima:

- R uzorci predstavljaju matricu AlSi9Cu3(Fe).
- B uzorci su nanokompoziti matrice AlSi9Cu3(Fe) i magnezija i 0,2% MWCNT ojačala koje se miješalo u taljevini u inertnoj atmosferi.
- M1 uzorci su nanokompoziti matrice AlSi9Cu3(Fe) i magnezija i 0,05% MWCNT ojačala koje su pri visokotlačnom lijevanju dodane prije klipa. [1]

##### 4.1 Usporedba rezultata vlačnog testa

Rezultati doktorske disertacije prikazani su u tablicama pod brojem 4 i 5. [1]

Tablica 4: Rezultati drugih mehaničkih ispitivanja dobivenim vlačnim testom uzoraka nanokompozita M1: istezljivost ( $A/\%$ ), vlačna čvrstoća ( $R_m/\text{MPa}$ )

Izvor: Špada V., Priprava nanokompozita iz ugljikovih nanocijevi i Al-legure visokotlačnim lijevanje, doktorska disertacija

| Epruveta | Istezljivost (%) | Vlačna čvrstoća (MPa) |
|----------|------------------|-----------------------|
| M1-0,05  | 2,89±0,016       | 306,6±3,6             |

Tablica 5: Usporedba rezultata ispitivanja mehaničkih svojstava (istezljivost ( $A$ ) i vlačna čvrstoća ( $R_m$ )) uzorka B

Izvor: Špada V., Priprava nanokompozita iz ugljikovih nanocijevi i Al-legure visokotlačnim lijevanje, doktorska disertacija

| Uzorak | $A / \%$    | $R_m / \text{MPa}$ |
|--------|-------------|--------------------|
| B      | 2,42 ± 0,08 | 297,9 ± 3,7        |

Tablica 6: Rezultati vlačne čvrstoće i istezljivosti nad testnim epruветama

Izvor: obrada podataka

| Oznaka testne epruvete | $R_m$ [MPa] – Vlačna čvrstoća | A [%] - istezljivost |
|------------------------|-------------------------------|----------------------|
| B4                     | 364,8                         | 2,096                |
| B7                     | 336,8                         | 1,760                |
| B10                    | 371,2                         | 2,739                |
| B27                    | 359,5                         | 2,362                |
| B28                    | 352,9                         | 1,995                |
| M11                    | 336,0                         | 1,484                |
| M13                    | 353,0                         | 1,936                |
| M15                    | 328,4                         | 1,372                |
| M16                    | 361,1                         | 2,425                |
| M110                   | 336,2                         | 1,645                |

Proračunom aritmetičke sredine iz tablice broj 6 koja prikazuje rezultate vlačne čvrstoće i istezljivosti nad testnim epruветama dolazi se do sljedećih rezultata: B = 357,04 MPa i M1 = 342,94 MPa; B = 2,1904 % i M1 = 1,7724 %.

Medijan uzorka B1 iznosi 359,5 MPa za vlačnu čvrstoću i 2,096% za istezljivost. Medijan uzorka M16 iznosi 336,2 MPa za vlačnu čvrstoću i 1,645% za istezljivost.

Uzorci B skupine imaju 20,7% veću vlačnu čvrstoću naspram uzorcima iz iste skupine pri vlačnom testu prije 3 godine.

Uzorci M1 skupine imaju 9,7% veću vlačnu čvrstoću naspram uzorcima iz iste skupine pri vlačnom testu prije 3 godine.

Kod M1 uzoraka značaj je pad u istezljivosti materijala. Do toga je došlo zbog grupiranja ojačala i nepostizanja potpune homogenosti što dovodi do raspršenih rezultata pri vlačnom testu. Grupiranje ili aglomeracija ojačala je mana kod nanokompozita proizvedenih visokotlačnim lijevanjem i treba naći rješenje problema u daljnjem istraživanju kako bi se postupak mogao uvesti u svakodnevnu upotrebu.

## 4.2 Usporedba rezultata ispitivanja tvrdoće prema Vickersu

Napravljeno je ispitivanje tvrdoće prema Vickersu. U tablici 7 prikazana je usporedba rezultata tvrdoće nakon proizvodnje i nakon starenja. [1]

Tablica 7: Usporedba tvrdoće uzorka nakon proizvodnje i nakon starenja za uzorke iz serija B i M1 (srednje vrijednosti)

Izvor: obrada podataka

| HV1 (srednja vrijednost) | B     | M1    |
|--------------------------|-------|-------|
| Nakon proizvodnje        | 101,5 | 114,0 |
| Nakon starenja           | 114,3 | 124,4 |

Usporedbom rezultata iz tablice 7 dolazi se do sljedećih zaključaka:

- Uzorci iz B skupine imaju 12,6% veću tvrdoću nakon starenja u vremenskom periodu od 3 godine.
- Uzorci iz M1 skupine imaju 9,12% veću tvrdoću nakon starenja u vremenskom periodu od 3 godine.

## 5. Zaključak

Automobilska industrija je jedna od najbrže rastućih industrija danas. Sve tehnologije se razvijaju uzimajući ekološke aspekte u obzir. Zbog čega sve više se proučavaju materijali i njihova svojstva te kako mogu pridonijeti poboljšanju u industriji. Kompoziti i nanokompoziti su materijali koji se proučavaju i razvijaju kako bi im se poboljšala svojstva. U sklopu doktorske disertacije doc.dr.sc. Vedrana Špada dipl.ing pripremala je nanokompozit aluminijske legure  $AlSi9Cu3(Fe)$  i ugljikovih nanocijevi te istražila njegovu proizvodnju, mikrostrukturu, fizikalna i kemijska svojstva. Nanokompozit je proizveden metodom visokotlačnog lijevanja. Aluminijska legura ima svojstvo precipitacijskog očvršćivanja pri starenju. Cilj diplomskog rada je bio ponoviti sve testove mehaničkih svojstva u laboratorijima Istarskog veleučilišta – Università Istriana di Scienze applicate kako bi se utvrdilo ima li i nanokompozit isto svojstvo starenja kao i legura. Odabrani su uzorci iz serija M1 i B.

U sklopu diplomskog rada napravljeni su testovi na vlačnu čvrstoću i tvrdoću. Oba testa su pokazala bolje rezultate od prvobitnih. Vlačna čvrstoća je bila veća za 20,7% za B skupinu uzoraka i 9,7% za M1 skupinu uzoraka. Što se tiče istezljivosti rezultati su očekivano slabiji u oba uzorka. Povećanjem čvrstoće i tvrdoće, istezljivost se smanjuje. Rezultati testa tvrdoće za skupinu uzoraka B su 12,6% veća tvrdoća i za skupinu uzoraka M1 su 9,12% veća tvrdoća od istih uzoraka ali prije 3 godine. Potom su odabrana 2 uzorka s najboljim svojstvima koji su zatim pomoću ukalupljivanja u smolu, brušenja i poliranja pripremljeni za nagrizanje reagensom kako bi se bolje vidjela mikrostruktura. Optičkim mikroskopom proučena je mikrostruktura nanokompozita. Uočene su u M1 seriji uzoraka grupacije ili aglomerati ojačala zbog kojih dolazi do većih rasipanja rezultata i nepredvidljivih svojstava. Aglomerati postaju slabe točke i koncentratori naprezanja u materijalu, te aglomerati se nalaze po granicama zrna gdje nastaje prijelom. HPDC često ostavlja zarobljene mjehuriće plina u leguri, to se smanjuje miješanjem legure pri otplinjavanju u inertnoj atmosferi argona kao što je napravljeno u uzorcima serije B.

Uz navedeno uočena su i finija mikrostruktura i primarna Al – zrna koja su manjih dimenzija u nanokompozitima u odnosu na matricu. GDS spektrometrijom napravljena je kemijska analiza elemenata u leguri, te su pronađeni svi očekivani elementi i njihovi maseni udjeli poput onih zadanih normama za leguru. Sastav  $AlSi9Cu3(Fe)$  legure uz

veći udio dodanog magnezija. SEM/EDS analizom pregledane su faze nanokompozita, napravljene su zbirne mape elemenata i obojane mape pojedinih elemenata te spektri kemijskog sastava. Nakon provedbe eksperimentalnog dijela dolazi se do zaključka kako nanokompozit aluminijske legure AlSi9Cu3(Fe) i ugljikovih nanocijevi ima poboljšana svojstva nakon starenja, veću čvrstoću i tvrdoću i kako bi se umjetnim starenjem to moglo implementirati u proizvodnji. Znači u prvoj fazi pripremiti visokotlačnim lijevanjem metalne nanokompozite veće čvrstoće i zatim umjetnim starenjem još više povećati vlačnu čvrstoću. Time bi se omogućila proizvodnja tanjih autodijelova što bi utjecalo na smanjenje mase automobila, potrošnje goriva i posljedično smanjenje emisije CO<sub>2</sub>.

## Popis literature

- [1] Špada V., Priprava nanokompozita iz ugljikovih nanocijevi i Al-legure visokotlačnim lijevanje, doktorska disertacija, Sveučilište u Rijeci, Tehnički fakultet, 2019.
- [2] Stanić D., Špada V. i D. Iljić, „Influence of natural aging on the mechanical properties of high pressure die casting (HPDC) EN AC 46000-AISI9Cu3(Fe) Al alloy“. *Mechanical Testing/Materialography*, 2019.
- [3] Gabrić I. i Šitić S., Materijali I., Split, Sveučilište u Splitu, 2012.
- [4] Kostadin T., Čelici i željezni ljevovi, Karlovac, Veleučilište u Karlovcu, 2017.
- [5] Tucman I., Prirodni kompoziti, završni rad, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje
- [6] Filetin, T., Kovačićek, F., Indof, J. Svojstva i primjena materijala, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2011.
- [7] Sikarwar S., Yadav SB., Yadav AK. I Yadav BC., „Nanocomposite material for packaging of electronic goods“, Research Gate, 2014., str. 100
- [8] Ajayan P. M., Schadler L. S., Braun P. V., Nanocomposite Science and Technology, WILEY-VCH Verlag GmbH Co. KGaA, Weinheim, 2003.
- [9] „Ugljik“, Hrvatska enciklopedija, mrežno izdanje, Leksikografski zavod Miroslav Krleža, 2021., <http://www.enciklopedija.hr/Natuknica.aspx?ID=62997>, (Pristupljeno 3. rujan 2022.)
- [10] „Ugljična vlakna“, Hrvatska enciklopedija, mrežno izdanje, Leksikografski zavod Miroslav Krleža, 2021. <http://www.enciklopedija.hr/Natuknica.aspx?ID=62994>, (Pristupljeno 3. rujan 2022.)
- [11] Bower C. et. al., „Deformation of carbon nanotubes in nanotube–polymer composites“, Applied Physics Letters, Vol. 74, No. 22, 1999.
- [12] Lazić L., „Aluminij“, Hrvatska tehnička enciklopedija, 2021., <https://tehnika.lzmk.hr/aluminij/>, (Pristupljeno: 3.9.2020.)
- [13] Skejić D., Boko I. i N. Torić, „Aluminij kao materijal za suvremene konstrukcije“, Građevinar, Vol. 67, No. 11, 2015.
- [14] Kaufman J. G. i E. L. Rooy, Aluminum Alloy Casting, ASM International, 2004.

- [15] EAA - European Aluminium Association: Aluminim in cars – Unlocking the light weighting potential, „Sustainability of the European aluminium industry 2010.“ - report EAA, 2010.
- [16] Milardović G., Kompoziti u automobilskoj industriji, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, Sveučilište u Zagrebu, 2011.
- [17] W.F. Hosford, Mechanical Behavior of Materials, second edition, Cambridge University Press, New York, 2010.
- [18] Kraut B., Strojarski priručnik, Tehnička knjiga, Zagreb, 1988.
- [19] Czichos H., Saito T. i L. Smith, Springer Handbook of Materials Measurement Methods, 2006.
- [20] „Spektrometrijski instrumenti“, Hrvatska enciklopedija, mrežno izdanje, Leksikografski zavod Miroslav Krleža, 2021., <http://www.enciklopedija.hr/Natuknica.aspx?ID=57379>, (Pristupljeno 3. rujan 2022.)
- [21] „Spektrometrijska analiza“, Hrvatska enciklopedija, mrežno izdanje, Leksikografski zavod Miroslav Krleža, 2021., <http://www.enciklopedija.hr/Natuknica.aspx?ID=57378>, (Pristupljeno 4. rujan 2022.)
- [22] Mercier J. P., Zambelli G. i W. Kurz, „Microstructures“, U: Mercier J. P. (ur.), Introduction to Materials Science, Editions scientifiques et medicales Elsevier SAS., Francuska, 2002.
- [23] Guangyu L. et. al., „Processing of SiC nano-reinforced AlSi9Cu3 composites by stir mixing, ultrasonication and high pressure die casting“, Journal of Materials Research and Technology, Elsevier B.V., 2022., Vol. 18
- [24] Morgan P., Carbon Fibers and their Composites, Taylor & Francis Group, SAD, 2005.
- [25] Zhichao N. et. al., „Effect of high pressure die casting on the castability, defects and mechanical properties of aluminium alloys in extra-large thin-wall castings“, Journal of Materials Processing Tech., Elsevier B.V., 2022.
- [26] Grubb D. T., „Optical Microscopy“, Polymer Science: A Comprehensive Reference, Cornell University, Ithaca, 2012., Vol. 2

## Popis slika

|   |    |
|---|----|
| Slika 1: Pojednostavljeni prikaz atoma s jezgrom i elektronskim omotačem .....  | 3  |
| Slika 2: Prikaz rude zlata, bakra i srebra .....  | 6  |
| Slika 3: Usporedba vrsta kompozita prema obliku ojačala: a) kompoziti s česticama; b) kompoziti s vlaknima; c) slojeviti kompoziti.....   | 7  |
| Slika 4: Različite vrste kompozitnih materijala .....   | 8  |
| Slika 5: Boeing 787 trup, napravljen od plastičnog kompozita.....   | 10 |
| Slika 6: Prikaz isprepletenih ugljikovih vlakana.....   | 15 |
| Slika 7: Prikaz SWCNT i MWCNT nanocijevi .....  | 16 |
| Slika 8: Prikaz različitih profila napravljenih od aluminija .....  | 17 |
| Slika 9: Prikaz aluminijskih legura kao konstrukcijskog materijala u automobilske industriji .....  | 18 |
| Slika 10: Skica procesa visokotlačnog lijevanja.....  | 19 |
| Slika 11: Prikaz poklopca motora napravljenog kompozita s ugljikovim vlaknima ....  | 20 |
| Slika 12: Skica testnih epruveta za vlačni test okruglog i plosnatog tipa .....   | 21 |
| Slika 13: Primjer izgleda dijagrama sile-produljenje za čelične materijale .....  | 22 |
| Slika 14: Prikaz izgleda piramidalnog vrha koji se koristi za mjerenje tvrdoće .....  | 23 |
| Slika 15: timsTOF Pro 2 maseni spektrometar .....   | 24 |
| Slika 16: Tragovi nastali brušenjem. Smjer strelice pokazuje izgled uzorka od početka do kraja brušenja .....   | 25 |
| Slika 17: Gornji red slike prikazuje različita odbijanja svjetlosti od površine. Donji red slike prikazuje sliku nastalu gledanjem kroz okular tijekom odbijanja svjetlosti ..... | 26 |
| Slika 18: TIM5 mikroskop za metalografiju i analizu materijala.....   | 26 |
| Slika 19: Prikaz TEM elektronskog mikroskopa Tecnai G2-30 .....   | 28 |
| Slika 20: Prikaz razlike slike istog predmeta pri korištenju TEM i SEM elektronskog mikroskopa .....  | 28 |
| Slika 21: Testne epruvete nanokompozita.....  | 30 |
| Slika 22: Univerzalna statička kidalica Messphysik BETA250 .....  | 31 |
| Slika 23: Laserski ekstenzometar ME 53 – 250 i digitalna kamera.....  | 31 |
| Slika 24: Prikaz rezultata vlačnog testa dobivenih laserskim ekstenzometrom i digitalnom kamerom .....  | 32 |
| Slika 25: Testne epruvete nanokompozita nakon vlačnog testa .....   | 32 |
| Slika 26: Grafička prikaz rezultata vlačnog testa uzoraka .....   | 34 |
| Slika 27: Rezalica LECO .....   | 35 |
| Slika 28: Uzorak nakon rezanja .....  | 35 |
| Slika 29: Prikaz uranjanja uzoraka u smolu koristeći kalup .....  | 36 |
| Slika 30: Prikaz uzoraka u smoli nakon sušenja.....   | 36 |
| Slika 31: Struers Labopol - 5 uređaj za brušenje i poliranje.....   | 37 |
| Slika 32: Fotografija uzorka nakon brušenja i poliranja .....   | 38 |
| Slika 33: Digestor s kemikalijama korištenim u izradi Kellerovog reagensa .....   | 39 |
| Slika 34: Lijevo: Uređaj Struers Duramin 2 za mjerenje tvrdoće; Desno: postolje za postavljanje uzorka.....   | 40 |
| Slika 35: Prikaz mjernih crta i utiska gledano kroz okular.....   | 41 |
| Slika 36: Prikaz izgleda utiska gledano kroz okular optičkog mikroskopa .....   | 41 |
| Slika 37: Radna stanica GDS optičkog emisijskog spektrometra Leco tip 500A.....   | 43 |



|  |    |
|--|----|
| Slika 38: Unutrašnjost GDS uređaja Leco tip 500A .....   | 44 |
| Slika 39: Prikaz uzorka nakon testiranja GDS uređajem .....  | 44 |
| Slika 40: Fotografija svjetlosnog mikroskopa Olympus BX51 .....  | 46 |
| Slika 41: Slike pri uvećanju 1000X mikrostruktura: a) Uzorak R - aluminijska legura AlSi9Cu3(Fe) [1]; b) Uzorak B10; c) Uzorak M16 .....   | 46 |
| Slika 42: FEI Quanta 250 FEG SEM instrument.....   | 48 |
| Slika 43: Prikaz Oxford miscF+ i Oxford x-stream-2 instrumenta .....   | 48 |
| Slika 44: SEM mikrosnimak površine uzorka B10 pri uvećanju 1600x .....   | 49 |
| Slika 45: Zbirna mapa površine uzorka B10 .....  | 50 |
| Slika 46: Pojedinačno obojane mape rasprostranjenosti pojedinih kemijskih elemenata na površini uzorka B10 snimljene SEM/EDS metodom pri uvećanju 1000x a) aluminij (Al); b) Silicij (Si); c) bakar (Cu); d) argon(Ar); e) magnezij (Mg); f)željezo (Fe); g) mangan (Mn); h) cink (Zn); i) kisik (O); j) ugljik (C) .....  | 51 |
| Slika 47: Grafički prikaz rezultata EDS analize uzorka B10.....  | 52 |
| Slika 48: Zbirna mapa površine uzorka M16.....   | 53 |
| Slika 49: Pojedinačno obojane mape rasprostranjenosti pojedinih kemijskih elemenata na površini uzorka M16 snimljene SEM/EDS metodom pri uvećanju 1000x a) aluminij (Al); b) silicij (Si); c) argon (Ar); d) bakar (Cu); e) magnezij (Mg); f) željezo (Fe); g) cink (Zn); h) mangan (Mn); i) kisik(O); j) ugljik (C) ..... | 54 |
| Slika 50: Grafički prikaz rezultata EDS analize uzorka M16 .....   | 55 |

## Popis tablica

|   |    |
|---|----|
| Tablica 1: Rezultati vlačne čvrstoće nad testnim epruvetama .....   | 33 |
| Tablica 2: Rezultati mjerenja tvrdoće uzorka B10 i M16 .....  | 42 |
| Tablica 3 : Rezultati kemijske analize napravljene GDS spektrometrom za uzroke B10 i M16.....   | 45 |
| Tablica 4: Rezultati drugih mehaničkih ispitivanja dobivenim vlačnim testom uzoraka nanokompozita M1: istezljivost ( $A/\%$ ), vlačna čvrstoća ( $R_m/\text{MPa}$ ) ..... | 56 |
| Tablica 5: Usporedba rezultata ispitivanja mehaničkih svojstava (istezljivost ( $A$ ) i vlačna čvrstoća ( $R_m$ )) uzorka B.....  | 56 |
| Tablica 6: Rezultati vlačne čvrstoće i istezljivosti nad testnim epruvetama .....   | 57 |
| Tablica 7: Usporedba tvrdoće uzorka nakon proizvodnje i nakon starenja za uzorke iz serija B i M1 (srednje vrijednosti).....  | 58 |

## Popis simbola, oznaka i mjernih jedinica

| Simbol       | Mjerna jedinica                        |                                      |
|--------------|--|--------------------------------------|
| $A$          | %-postotak                             | istezljivost                         |
| $I$          | A - amper                              | jakost električne struje             |
| Al           |  | aluminij                             |
| Ar           |  | argon                                |
| $b$          | mm - milimetar                         | širina uskog dijela epruvete         |
| C            |  | ugljik                               |
| Cu           |  | bakar                                |
| $d$          | mm - milimetar                         | promjer uskog dijela epruvete        |
| $d_1$        | mm - milimetar                         | prva dijagonala otiska               |
| $d_2$        | mm - milimetar                         | druga dijagonala otiska              |
| $E$          | MPa – mega paskal                      | granica elastičnosti                 |
| $F$          | N - njutn                              | sila                                 |
| Fe           |  | željezo                              |
| $m$          | kg – kilogram                          | masa                                 |
| $L$          | MPa – mega paskal                      | lomna čvrstoća                       |
| $\Delta L$   | m - metar                              | produljenje                          |
| $l$          | m - metar                              | duljina                              |
| Mg           |  | magnezij                             |
| Mn           |  | mangan                               |
| $V$          | ml - mililitar                         | volumen                              |
| O            |  | kisik                                |
| $p$          | torr                                   | tlak                                 |
| $R$          | mm - milimetar                         | radijus epruvete                     |
| $R_{p\ 0.2}$ | MPa – mega paskal                      | granica tečenja od 0,2 %             |
| $R_m$        | MPa – mega paskal                      | vlačna čvrstoća                      |
| $S_0$        | mm <sup>2</sup> – milimetar na kvadrat | Površina poprečnog presjeka epruvete |
| Si           |  | silicij                              |
| $U$          | V - volt                               | električni napon                     |
| Zn           |  | cink                                 |
| $W$          | %-postotak                             | maseni udio                          |

## Sažetak

U ovom diplomskom radu provedena su ispitivanja mehaničkih svojstava i kemijske analize te optičke analize nanokompozita, aluminijske legure  $AlSi9Cu3(Fe)$  kao matrice i višestijenih ugljikovih nanocijevi kao ojačala. Nanokompozit proizveden je tehnologijom visokotlačnog lijevanja s visokom brzinom hlađenja. Odabrani su uzorci B i M1 koji su pripremljeni 2019. godine. Aluminijska legura  $AlSi9Cu3(Fe)$  ima svojstvo precipitacijskog očvršćivanja sa starenjem zbog čega su provedena ispitivanja kako bi se utvrdila promjena uspješnih nanokompozita koji za matricu imaju tu leguru u periodu od 3 godine. Za provedbu kemijske analize primijenjen je optički emisijski spektrometar s metodom pobude uzorka tinjajućim izbojem tipa 500A tvrtke LECO. Optičkim emisijskim spektrometrom ispitan je kemijski sastav. Koristeći optički mikroskop Olympus BX51 i razna uvećanja dobivena je analiza karakterističnih mikrostrukture uzoraka nanokompozita legure  $AlSi9Cu3(Fe)$  i ugljikovih nanocijevi. Za ispitivanje distribucije i postojanosti ojačala u matrici te utjecaj ojačala na mikrostrukturu aluminijske legure provedena je elektronska mikroskopija s energetsom disperzijom. Elektronska mikroskopija provedena je koristeći elektronski mikroskop proizvođača FEI tip Quanta 250 FEG. Energijsko disperzijska spektroskopija provedena je koristeći elektronski mikroskop i OXFORT PentaFET rengenjski detektor te dobivene su mikroanalize pojedinih faza u raznim bojama radi preglednog mapiranja uzoraka B i M1. Ispitivanje svojstva vlačne čvrstoće provedeno je univerzalnoj kraljici Messphysik BETA250 pri sobnoj temperaturi i prema normi ISO 6892 – 1. Rezultati ukazuju na poboljšanje od 20,7% u uzorku B i 9,7% u uzorku M1. Tvrdoća prema Vickersu provedeno je na uređaju Struers Duramin 2 na metalografski pripremljenim uzorcima prema normi za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala HRN EN ISO 6507 – 1. Rezultati mjerenja tvrdoće ukazuju na povećanje tvrdoće od 12,6% kod uzorka B i 9,12% kod uzorka M1.

Ključne riječi: nanokompozit, aluminijska legura,  $AlSi9Cu3(Fe)$ , ugljikove nanocijevi, mehanička svojstva, precipitacijsko očvršćivanje

## Abstract

In this thesis, tests of mechanical properties and chemical analysis and optical analysis of nanocomposites, aluminum alloy AlSi9Cu3(Fe) as a matrix and multi-walled carbon nanotubes as reinforcements were carried out. The nanocomposite was produced by high-pressure casting technology with a high cooling rate. Samples B and M1, which were prepared in 2019, were selected. Aluminum alloy AlSi9Cu3(Fe) has the property of precipitation hardening with aging, which is why tests were conducted to determine the change of successful nanocomposites that have this alloy as a matrix over a period of 3 years. For the chemical analysis, an optical emission spectrometer with the smoldering discharge excitation method of the LECO company type 500A was used. The chemical composition was tested with an optical emission spectrometer. Using an Olympus BX51 optical microscope and various magnifications, an analysis of the characteristic microstructures of AlSi9Cu3(Fe) alloy nanocomposite samples and carbon nanotubes was obtained. Energy dispersive electron microscopy was used to examine the distribution and stability of the reinforcement in the matrix and the influence of the reinforcement on the microstructure of the aluminum alloy. Electron microscopy was performed using an electron microscope manufactured by FEI type Quanta 250 FEG. Energy dispersive spectroscopy was carried out using an electron microscope and an OXFORT PentaFET X-ray detector, and microanalyses of individual phases in various colors were obtained for the purpose of comprehensive mapping of samples B and M1. Testing of the tensile strength properties was carried out using a Messphysik BETA250 universal tester at room temperature and according to the ISO 6892 - 1 standard. The results indicate an improvement of 20.7% in sample B and 9.7% in sample M1. The hardness according to Vickers was carried out on a Struers Duramin 2 device on metallographically prepared samples according to the norm for testing the hardness of metallic materials HRN EN ISO 6507 - 1. The results of the hardness measurement indicate an increase in hardness of 12.6% for sample B and 9.12% for sample M1.

Keywords: nanocomposite, aluminum alloy, AlSi9Cu3(Fe), carbon nanotubes, mechanical properties, precipitation hardening