Usporedba mikrostrukture i tvrdoće čelika Hardox 450 i čelika XAR 450

Stojaković, Mario

Master's thesis / Diplomski rad

2022

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:483273

Rights / Prava: In copyright/Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: 2024-12-27

Repository / Repozitorij:

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





SVEUČILIŠTE U ZAGREBU FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mario Stojaković

Zagreb, 2022.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentorica:

Prof. dr. sc. Vera Rede

Student:

Mario Stojaković

Zagreb, 2022.

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

Zahvaljujem mentorici prof. dr. sc. Veri Rede na izdvojenom vremenu, savjetima i stručnoj pomoći za izradu diplomskog rada.

Zahvaljujem asistentici Heleni Lukšić, mag. ing., asistentu Filipu Žanetiću, mag ing. i tehničkom suradniku Ivanu Vovku na velikoj pomoći za izradu eksperimentalnog dijela diplomskog rada.

Zahvaljujem obitelji, djevojci i prijateljima na neiscrpnoj podršci i razumijevanju, tijekom obrazovanja.

(Vlastoručni Potpis)

Mario Stojaković



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite Povjerenstvo za diplomske radove studija strojarstva za smjerove:



Povjerenstvo za diplomske radove studija strojarstva za smjerove: proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo materijala te mehatronika i robotika

Fakult	Sveučilište et strojarst	u Zagrebu va i brodogradnje
Datum:		Prilog:
Klasa:	602-14/22	2-6/1
Ur. broj:	15-1703-2	22-

DIPLOMSKI ZADATAK

MARIO STOJAKOVIĆ

Student:

Mat. br.: 0035214023

Naslov rada na hrvatskom jeziku: Usporedba mikrostrukture i tvrdoće čelika Hardox 450 i čelika XAR 450

Naslov rada na engleskom jeziku: teels

Opis zadatka:

U određenim područjima konstrukcijske primjene, gdje se traži velika otpornost na abrazijski mehanizam trošenja, primjenjuju se konstrukcijski čelici koji imaju visoku tvrdoću, visoku lomnu žilavost i visoku otpornost na trošenje. Navedena svojstva posljedica su odgovarajuće mikrostrukture, a ona se postiže kontroliranim kemijskim sastavom i propisanim režimom toplinske obrade.

Zadatak zadan: 29. rujna 2022.

Zadatak zadao: Lede prof. dr. sc. Vera Rede Rok predaje rada: 1. prosinca 2022.

Predvideni datum obrane: 12. prosinca do 16. prosinca 2022.

Predsjedniča Povjerenstva: prof. dr. šc. Biserka Runje

SADRŽAJ

1. UVOD	1
2. MIKROSTRUKTURA METALA	2
2.1. Geometrija kristalne rešetke	3
2.2. Nesavršenosti kristalne građe	3
3. MIKROSTRUKTURA I SVOJSTVA KONSTRUKCIJSKIH ČELIKA POBOLJŠAN	ſΕ
ABRAZIJSKE OTPORNOSTI	5
3.1. Hardox 450	5
3.2. XAR 450	7
3.3. Primjeri konstrukcijskih čelika poboljšane otpornosti na abrazijsko trošenje	8
3.3.1. Čelici: MnCrB, NiCrSi i NiCrMoV	8
3.3.2. Niskolegirani čelik otporan na abraziju	12
4. STANDARDNE METODE ZA ISPITIVANJE TVRDOĆE METALA	16
4.1. Metoda po Brinellu	17
4.2. Metoda po Vickersu	18
4.3. Metoda po Rockwellu [11]	20
4.4. Metoda po Knoopu [11]	21
5. EKSPERIMENTALNI DIO	22
5.1. Cilj rada i tijek ispitivanja	22
5.2. Materijal za ispitivanje	22
5.3. Priprema uzoraka za analizu mikrostrukture i mjerenje tvrdoće	24
5.5. Analiza mikrostrukture	28
5.6. Mjerenje tvrdoće	33
6. ANALIZA REZULTATA	37
6.1. Osvrt na rezultate mjerenja tvrdoće	37
6.2. Osvrt na utjecaj opterećenja pri mjerenju na vrijednosti tvrdoće	43
6.3. Osvrt na utjecaj opterećenja pri mjerenju tvrdoće na rasipanje rezultata	44
7. ZAKLJUČAK	46
LITERATURA	47

POPIS SLIKA

Slika 1.	Plošno i prostorno centrirana kubna rešetka [1]	3
Slika 2.	Shematski prikaz tipičnih nesavršenosti kristalne rešetke [5]	4
Slika 3.	Mikrostruktura čelika S355J2G3 i čelika Hardox 450 [6]	6
Slika 4.	Početna mikrostruktura čelika MnCrB, NiCrSi i NiCrMoV [10]	9
Slika 5.	Mikrostruktura čelika MnCrB, NiCrSi i NiCrMoV nakon kaljenja [10]	10
Slika 6.	Grafički prikaz tvrdoća čelika MnCrB, NiCrSi i NiCrMoV [10]	11
Slika 7.	Morfologija i mikrostruktura čelika A, B i C [9]	13
Slika 8.	Raspodjela tvrdoće čelika A, B i C po presjeku [9]	15
Slika 9.	Sustavan raspored metoda ispitivanja [11]	16
Slika 10.	Mjerenje tvrdoće po Vickersu [11]	19
Slika 11.	Ploča od čelika Hardox 450	22
Slika 12.	Ploča od čelika XAR 450	22
Slika 13.	Izrezani uzorci čelika Hardox 450 i čelika XAR 450	23
Slika 14.	Mecatech 250 SPI	24
Slika 15.	Lubrikant za poliranje	25
Slika 16.	Dijamantna pasta za poliranje 3µm	25
Slika 17.	Uzorci u poliranom stanju	26
Slika 18.	Uzorci u nagriženom stanju	27
Slika 19.	Svjetlosni mikroskop Olympus GX51	27
Slika 20.	Mikrostruktura čelika Hardox 450, snimljeno pri povećanju od 50×	
Slika 21.	Mikrostruktura čelika XAR 450, snimljeno pri povećanju od 50×	
Slika 22.	Mikrostruktura čelika Hardox 450, snimljeno pri povećanju od 100×	29
Slika 23.	Mikrostruktura čelika XAR 450, snimljeno pri povećanju od 100×	29
Slika 24.	Mikrostruktura čelika Hardox 450, snimljeno pri povećanju od 200×	
Slika 25.	Mikrostruktura čelika XAR 450, snimljeno pri povećanju od 200×	
Slika 26.	Mikrostruktura čelika Hardox 450, snimljeno pri povećanju od 500×	31
Slika 27.	Mikrostruktura čelika XAR 450, snimljeno pri povećanju od 500×	31
Slika 28.	Mikrostruktura čelika Hardox 450, snimljeno pri povećanju od 1000×	
Slika 29.	Mikrostruktura čelika XAR 450, snimljeno pri povećanju od 1000×	
Slika 30.	Tvrdomjer Tukon 2100B Wilson-Wolpert	
Slika 31.	Otisci mjerenja tvrdoće HV0,02 na uzorku čelika Hardox 450	34
Slika 32.	Otisci mjerenja tvrdoće HV0,01 na uzorku čelika XAR 450	

Slika 33.	Rezultati mjerenja tvrdoće HV1	37
Slika 34.	Rezultati mjerenja tvrdoće HV0,5	38
Slika 35.	Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,2	39
Slika 36.	Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,05	40
Slika 37.	Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,02	41
Slika 38.	Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,01	42
Slika 39.	Utjecaj sile opterećenja na dobivene vrijednosti tvrdoće	43
Slika 40.	Utjecaj sile opterećenja na standardnu devijaciju	44
Slika 41.	Utjecaj sile opterećenja na koeficijent varijacije	45

POPIS TABLICA

Tablica 1.	Kemijski sastav čelika S355J2G3 i čelika Hardox 450 (maseni udio, %) [6]	5
Tablica 2.	Tvrdoće čelika S355J2G3 i čelika Hardox 450 [6]	6
Tablica 3.	Kemijski sastav i raspon tvrdoće XAR čelika [7]	7
Tablica 4.	Kemijski sastavi čelika MnCrB, NiCrSi i NiCrMoV (maseni udio, %) [10]	9
Tablica 5.	Kemijski sastavi čelika A, B i C (maseni udio, %) [9]	12
Tablica 6.	Površinska tvrdoća čelika A, B i C [9]	14
Tablica 7.	Kemijski sastav čelika Hardox 450 i XAR 450 [13]	23
Tablica 8.	Rezultati mjerenja tvrdoće HV1, HV0,5 i HV0,2	35
Tablica 9.	Rezultati mjerenja tvrdoće HV0,05, HV0,02 i HV0,01	36

Diplomski rad

POPIS OZNAKA

Oznaka	Mjerna	Opis oznake
	jedinica	
D	mm	promjer kuglice
F	Ν	sila
A	mm^2	površina trajnog udubljenja.
d	mm	promjer otiska.
d_1 i d_2	mm	konjugirani promjeri udubljenja kuglice
HB	/	tvrdoća po Brinellu
d_3 i d_4	mm	dijagonale udubljenja piramide
HV	/	tvrdoća po Vickersu
d_s	mm	srednja vrijednost dviju dijagonala
F_0	Ν	preliminarna ispitna sila
F_1	Ν	dodatna ispitna sila
h	mm	preostala dubina prodiranja
HR	/	tvrdoća po Rockwellu
N	/	numerička vrijednost (konstanta)
S	mm	razred skaliranja
HRC	/	tvrdoća prema Rockwellu C
A_p	mm^2	površine projekcije udubljenja na površini
β_u	0	uzdužni rubni kut
eta_p	0	poprečni rubni kut
d_d	mm	duža dijagonala
HK	/	tvrdoća po Knoopu
\bar{x}	/	srednja vrijednost rezultata mjerenja tvrdoće
σ	/	standardna devijacija rezultata mjerenja tvrdoće
k_{v}	/	koeficijent varijacije rezultata mjerenja tvrdoće

POPIS KRATICA

Kratica	Opis
TKS	<i>Thyssen Krupp Stahl</i> – Thyssen Krupp Čelik
SEM	Scanning electron microscope – Skenirajući elektronskimikroskop

SAŽETAK

Cilj ovoga diplomskog rada bio je analizirati i usporediti kemijski sastav, mikrostrukturu te mikrotvrdoću i makrotvrdoću dvaju konstrukcijskih čelika otpornih na trošenje: čelika Hardox 450 i čelika XAR 450.

Utvrđeno je da su oba čelika niskougljična. Čelik Hardox 450 sadrži više ugljika, oko 0,14 %C. U čeliku XAR 450 ima oko 0,08 %C, ali sadrži tri puta viši udio karbidotvornih legirnih elemenata (Cr i Mo). Mikrostruktura obaju čelika je slična i sastoji se od niskougljičnog martenzita. Zbog visoke tvrdoće moguće je da u strukturi postoji i određena količina precipitiranih karbida, ali njih je teško uočiti na svjetlosnom mikroskopu. Tvrdoće HV1, HV0,5 i HV0,2 podjednake su za oba čelika i iznose oko 500 HV. Tvrdoće obaju čelika podjednake su i kod nižih opterećenja, a iznose 547 HV0,05 odnosno oko 620 HV0,02. Porastom opterećenja pri mjerenju smanjuju se vrijednosti tvrdoće do opterećenja od 4,91 N (HV0,5) nakon čega tvrdoća ostaje konstantna. Smanjenjem opterećenja pri mjerenju tvrdoće povećavaju se rasipanja vrijednosti, što je posljedica nehomogenosti u mikrostrukturi i mogućih nepreciznijih očitanja sitnijih otisaka kod najnižih opterećenja. Veća rasipanja prisutna su kod čelika XAR 450 pa su i vrijednosti standardne devijacije te koeficijenata varijacije više.

Ključne riječi: konstrukcijski čelici otporni trošenju, sastav, mikrostruktura, tvrdoća

SUMMARY

The aim of this thesis was to analyze and compare the chemical composition, microstructure, microhardness, and macro hardness of two wear-resistant structural steels: Hardox 450 steel and XAR 450 steel.

Both steels were found to be low in carbon. Hardox 450 steel contains more carbon, about 0.14 %C. In XAR 450 steel, there is about 0.08% C, but it contains three times the proportion of carbideforming alloying elements (Cr and Mo). The microstructure of both steels is similar and consists of low-carbon martensite. Due to the high hardness, it is possible that there is a certain amount of precipitated carbides in the structure, but they are difficult to see under a light microscope. The hardness HV1, HV0.5, and HV0.2 are equal for both steels and around 500 HV. The hardness of both steels is equal even at lower loads, exactly 547 HV0.05 and around 620 HV0.02. As the measurement load increases, the hardness values decrease up to a load of 4.91 N (HV0.5), after which the hardness remains constant. By reducing the load when measuring the hardness, the dispersion of values increases, which is a consequence of inhomogeneity in the microstructure and possible less precise measurement of smaller prints at the lowest loads. Larger dispersions of values are present in XAR 450 steel, so the values of standard deviation and coefficient of variation are also higher.

Key words: wear-resistant structural steels, composition, microstructure, hardness

1. UVOD

Kada se prerežu i prikladno ispoliraju otkriva se da gotovo svi inženjerski materijali pokazuju strukturne značajke koje im odgovaraju. Značajke mogu biti vidljive golim okom ili zahtijevaju optički mikroskop malog uvećanja da bi se otkrili detalji. Najsitnija podstruktura bit će vidljiva samo elektronskim mikroskopom. Mnoga svojstva inženjerskih krutih tijela izravno su povezana s mikrostrukturnim značajkama materijala, a za takva svojstva kaže se da su strukturno osjetljiva. U takvim slučajevima, proučavanje mikrostrukture može otkriti izravnu uzročnu vezu između određene mikrostrukturne značajke i specifičnog fizikalnog, kemijskog ili mehaničkog svojstva [1].

Pravilna kristalna struktura metala koja se sastoji od rešetke popunjene određenom vrstom atoma određuje mehanička svojstva pa tako i otpornost na trošenje. Broj kliznih sustava važnih za oblikovanje deformiranjem ovisan je o vrsti rešetke. Anizotropija je prisutna kod većine kristala, zato što su rijetko savršeni. Kod uobičajnih metalnih materijala mikrostruktura se sastoji od mnoštva sitnih kristalnih zrna i oni imaju polikristalnu građu. Monokristalni metalni materijali su rijetki i primjenjuju se samo za određene svrhe (npr. lopatica turbine) [2].

Nije dovoljno reći da je samo karakterizacija materijala važna, budući da je uobičajeno razlikovati svojstva materijala koja su strukturno osjetljiva od onih koja su strukturno neosjetljiva. Primjer svojstava neosjetljivog na strukturu je modul elastičnosti, koji se vrlo malo mijenja s promjenom sastava ili veličine zrna, zato nije velika greška ako se pretpostavi da svi čelici imaju isti Youngov modul elastičnosti, bez obzira na njihov sastav. U stvari, varijacija modula elastičnosti konstrukcijskih materijala s temperaturom obično je manja od 10 %, što premašuju varijacije povezane s kemijskim sastavom legure ili veličinom zrna. Koeficijent toplinske ekspanzije još je edan primjer svojstva na koje manje utječe mikrostrukturna morfologija nego sastav, temperatura ili tlak. Isto vrijedi i za gustoću čvrstog materijala [1].

Trošenje je postupni gubitak materijala s površine krutog tijela uslijed dinamičkog dodira s drugim krutim tijelom, fluidom i/ili česticama. Postoji mnoštvo oblika trošenja, ipak većina autora slaže se kako postoje četiri osnovna mehanizma trošenja: abrazija, adhezija, umor površine i tribokorozija [3].

Tvrdoća površine materijala jedno je od svojstava materijala koje može ukazati koliko je površina otporna na trošenje. Razna opterećenja pri mjerenju tvrdoće indentorom zahvaćaju manja ili veća područja površine uzorka, koja sadrže različite mikrostrukture, što za posljedicu ima rasipanja rezultata.

2. MIKROSTRUKTURA METALA

Kad se govori o mikrostrukturi materijala zbog pojednostavljenja uglavnom se koristi idealizirani geometrijski koncept iako u realnim kristalitima uvijek postoje nepravilnosti odnosno nesavršenosti strukturne građe. Postoje različiti uzroci tih nesavršenosti koje su prisutne u realnim tehničkim materijalima. Nesavršenosti mogu biti nečistoće poput malih čestica kao što su strani atomi raspršeni unutar kristalne rešetke. Strani atomi imaju drugačiji atomski polumjer i elektronsku strukturu od atoma "domaćina" iz tog razloga djeluju kao središta distorzije [2].

Eksperimentalno je utvrđeno da nepravilnosti također nastaju neovisno o postojanju nečistoća. Termodinamički pristup upućuje na to da se mogu očekivati određeni omjeri tih pogrešaka kao uvjet ravnoteže u kristalima. Nesavršenosti koje se mogu opisati kao pogreške u prostornoj rešetki, razvrstavaju se geometrijski, prema tome je li prekid u savršenoj rešetki nastupio u točki, uzduž linije ili po površini. Kod metala na ovaj način opisano stanje rasporeda atoma i pogrešaka u prostornoj rešetki naziva se mikrostrukturom metala. Struktura i pogreške zajedno čine mikrostrukturu [2].

S termodinamičkog stajališta, koncept "faze" povezan je sa strukturom materije na atomskoj razini i uključuje fizičke i kemijske rasporede atoma. Fazna transformacija odgovara promjeni atomske strukture. Ideja o tome što je faza postaje intuitivna kada se makroskopska svojstva promijene, kao na primjer kada se tekućina formira u krutinu. U kristalnoj krutini, fazu karakterizira geometrija ponavljanog uzorka atoma i njihova kemijska priroda te relativni položaji unutar osnovne jedinice. Važna značajka faze je raspon temperature u kojem je stabilna. Točan kemijski sastav faze može varirati u određenoj mjeri, a za kristalnu strukturu izazvat će varijacije u parametrima rešetke [4].

2.1. Geometrija kristalne rešetke

Plošno i prostorno centrirane kubne rešetke, kao što je vidljivo na slici 1, su najčešće kod metala. Sastoje se od tri kristalografske osi koje su međusobno pod pravim kutom, s jednakim parametrima uzduž svake osi.



Slika 1. Plošno i prostorno centrirana kubna rešetka [1]

2.2. Nesavršenosti kristalne građe

Nesavršenosti se mogu podijeliti na:

- točkaste nesavršenosti ili nuldimenzionalne (0D) pogreške
- linijske nesavršenosti ili jednodimenzionalne (1D) pogreške
- površinske (plošne) nesavršenosti ili dvodimenzionalne (2D) pogreške
- volumne nesavršenosti ili trodimenzionalne (3D) pogreške [2,5].

Kao što je shematski prikazano na slici 2, tipične nesavršenosti kristalne rešetke i njihova kemijska stanja strukture kao i kemijski sastav su (0D) točkaste, (1D) linearne, (2D) plošne i (3D) precipitati. Ove nesavršenosti međusobno djeluju kroz materijal s fotonima (kvant energije mehaničkih vibracija u čvrstom tijelu) i nositeljima naboja, što za posljedicu ima promjenu svojstva materijala [5].



Slika 2. Shematski prikaz tipičnih nesavršenosti kristalne rešetke [5]

- (a) Točkaste nesavršenosti uključuju prazna mjesta, supstitucijske ili intersticijske atome, koje raspršuju visokofrekventne fonone.
- (b) Linijska nesavršenost sa segregiranim nečistoćama raspršuje srednje frekventne fonone.
- (c) Granice zrna ili granice faza, općenito, koherentne granice zrna/faza mogu biti čiste dok su nekoherentne granice nasumično orijentirane te isprepletene nečistoćama. Ove granice raspršuju fonone srednje do niske frekvencije.
- (d) Precipitati različitog sastava i/ili kristalne strukture osiguravaju sučelja za raspršivanje fonona srednje do niske frekvencije [5].

Izvorno su te nesavršenosti uglavnom definirane i opisane u smislu njihovih strukturnih značajki, koje lokalno remete translacijsku periodičnost matrice. Nedavna analitička ispitivanja na nano-razini otkrila su važnost i karakteristike njihovih lokalnih kemijskih značajki te da postoji bliska interakcija između polja deformacije kod nesavršenosti i nečistoća na granicama [5].

3. MIKROSTRUKTURA I SVOJSTVA KONSTRUKCIJSKIH ČELIKA POBOLJŠANE ABRAZIJSKE OTPORNOSTI

3.1. Hardox 450

Hardox čelik smatra se svjetskim standardom u području čelika otpornih na trošenje, zbog svoje jedinstvene kombinacije tvrdoće i žilavosti. Tvrdoća ovog čelika kreće se od 400 HBW do 600 HBW, a granica razvlačenja je između 1100 MPa i 1300 MPa. Dostupan je u obliku ploča debljine od 0,7 mm do 160 mm, također u obliku cijevi i šipki. Hardox 450 fleksibilan je materijal koji ima zajamčenu zavarljivost. Ima bolju otpornost na trošenje, veću nosivost i duži životni vijek u usporedbi s običnim čelikom iste tvrdoće. Koristi se u različitim komponentama i konstrukcijama koje su podložne trošenju. U radu pod nazivom "Research of Resistance of Selected Materials to Abrasive Wear to Increase the Ploughshare Lifetime" autora Vargova M., Tavodova M., Monkova K. i Dzupon M., izvorni materijal, opći konstrukcijski čelik oznake S355J2G3, tijela pluga (lemeša) uspoređen je s čelikom Hardox 450. Kemijski sastav S355J2G3 i Hardox 450 čelika prikazan je u tablici 1 [6].

Čelici	С	Mn	Si	Cr	Ni	Cu	Ti
S355J2G3	0,20	1,40	0,55	0,30	0,30	0,30	0,20
Hardox 450	0,23	1,60	0,50	1,20	0,25	-	-
	Р	Мо	В	S	V	W	Fe
S355J2G3	0,03	-	-	0,03	-	-	ostatak
Hardox 450	0,025	0,25	0,01	0,10	-	-	ostatak

Tablica 1. Kemijski sastav čelika S355J2G3 i čelika Hardox 450 (maseni udio, %) [6]

Provedena je analiza mikrostrukture, na slici 3 prikazan je S355J2G3 čelik nagrižen s otopinom 2 % Nitala i čelik Hardox 450 nagrižen pomoću otopine koja se sastoji od 120 mL CH₃COOH, 20 mL HCl, 3 g pikrinske kiseline i 144 mL CH₃OH [6].



Slika 3. Mikrostruktura čelika S355J2G3 i čelika Hardox 450 [6]

Na slici 3 nalazi se feritno-perlitna mikrostruktura, čelika S355J2G3, gdje prevladava ferit što odgovara mikrostrukturi niskougljičnih konstrukcijskih čelika. Feritno-perlitnu strukturu karakterizira nizak stupanj otpornosti na trošenje. Također slika 3 prikazuje mikrostrukturu materijala Hardox 450. Finozrnata struktura odgovara stanju nakon toplinske obrade kaljenja i popuštanja, što navodi i deklarira proizvođač u svom tehničkom listu [6].

Ideja o modificiranju pluga u smislu promjene zavara u čvrsti komad čelika Hardox 450 temeljila se ne samo na uklanjanju spojnog dijela koji djeluje kao zarez pod opterećenjem, već i na povećanju tvrdoće u usporedbi s materijalom S355J2G3. Tvrdoća čelika S355J2G3 i Hardox 450 mjerena je prema Vickersu i Rockwellu, a rezultati mjerenja nalaze se u tablici 2 [6].

	S355J2G3	Hardox 450
Tvrdoća HV 0,5	168 ± 20	519 ± 30
Tvrdoća HRC	18 ± 2	45 ± 2

Tablica 2. Tvrdoće čelika S355J2G3 i čelika Hardox 450 [6]

Na temelju rezultata zaključeno je da materijal Hardox 450 ima znatno veću tvrdoću u odnosu na opći konstrukcijski čelik oznake S355J2G3. Kasnije u istraživanju se pokazalo kako je to bilo presudno za bolju otpornost trošenju.

3.2. XAR 450

U radu pod nazivom "Application of Niobium in Quenched and Tempered High-Strength Steels" autora Hulka K., Kern A., i Schriever U., prikazan je utjecaj niobija na tvrdoću XAR čeličnih ploča.

Strojevi i druga oprema u industriji, poljoprivredi i građevinarstvu često koriste teške ploče, koje moraju jamčiti visoku otpornost na trošenje. Trgovački naziv ove grupe ploča u *Thyssen Krupp Stahl* (TKS) je XAR, dostupan u različitim debljinama i s različitom čvrstoćom. Tipična područja primjene za ove čelike su strojevi za iskopavanje sirovina kao što su ugljen, rude, kamen itd. Tablica 3 daje pregled kemijskog sastava ploča izrađenih od specijalnih konstrukcijskih čelika XAR otpornih na trošenje. Ovi čelici sadrže karakteristične legirane elemente Mn, Cr, Mo i Ni, a sadržaj ugljika im je do 0,4 %. Postižu visoke vrijednosti tvrdoće od 400 do 600 HB. Uobičajene debljine ploča kreću se do 100 mm [7].

Vlaga čelika	Truda áo HD	Kemijski sastav (wt / %)							
Niasa Celika	I vruoca HB	С	Si	Mn	Cr	Ni	Мо	Fe	
XAR 400	360 - 440	0,20	0,8	1,5	1,0	-	0,5	ostatak	
XAR 450	410 - 490	0,22	0,8	1,5	1,3	-	0,5	ostatak	
XAR 500	450 - 530	0,28	0,8	1,5	1,0	1,5	0,5	ostatak	
XAR 600	550 - 630	0,40	0,8	1,5	1,5	1,5	0,5	ostatak	

Tablica 3.Kemijski sastav i raspon tvrdoće XAR čelika [7]

Rad "Blast and Ballistic Resistance of Ultra-High Strength Steel" autora Ma C.Y. i Richard Liew J. Y., ističe da čelik XAR 450 s vlačnom čvrstoćom od oko 1200 MPa, u usporedbi s čelikom normalne čvrstoće, pruža značajna poboljšanja u performansama krajnje čvrstoće i smanjuje masu konstrukcije, što je sve važnije za upotrebu u građevinskoj i vojnoj industriji [8].

3.3. Primjeri konstrukcijskih čelika poboljšane otpornosti na abrazijsko trošenje

Konstrukcijski čelici poboljšane otpornosti na abrazijsko trošenje primjenjuju se u razne svrhe s ciljem smanjenja gubitka materijala, uslijed konstantnog fizičkog kontakta s drugim dijelom ili stranim tijelom. Primjenom konstrukcijskih čelika poboljšane otpornosti na abrazijsko trošenje moguće je usporiti trošenje konstrukcijskih dijelova, odnosno produžiti im životni vijek.

Niskolegirani čelik otporan na abraziju uglavnom se primjenjuje u teškim industrijama, kao što su rudarstvo, građevinarstvo ili proizvodnja cementa. Tvrdoća je jedan od glavnih čimbenika koji utječu na vijek trajanja čelika otpornog na abraziju [9].

Postoji mnogo vrsta čelika poboljšane otpornosti na abrazijsko trošenje, a dijele se na:

- manganske čelike
- nisko i srednje legirane čelike
- čelike legirane kromom i molibdenom
- čelike otporne na kavitaciju
- posebne čelike otporne trošenju.

3.3.1. Čelici: MnCrB, NiCrSi i NiCrMoV

U radu pod nazivom "A Comparison of Microstructure and Mechanical Properties of Low-Alloy-Medium-Carbon Steels after Quench-hardening" autora Abbasi E., Luo Q. i Owens D., istražena je mikrostruktura i mehanička svojstva triju srednje ugljičnih čelika, odnosno čelika MnCrB, NiCrSi i NiCrMoV, nakon što su čelici kaljeni gašenjem u vodi ili ulju s različitih temperatura austenitizacije (850, 900 i 950 °C). Mikrostruktura je okarakterizirana optičkim mikroskopom, skenirajućim elektronskim mikroskopom i tehnikom rendgenske difrakcije, dok je ispitivanje tvrdoće provedeno metodom po Vickersu. Opažanja mikroskopom ukazala su na potpuno martenzitnu mikrostrukturu, dok je martenzit bio znatno finiji u NiCrSi i NiCrMoV čelicima u usporedbi s MnCrB čelikom. Čelici NiCrSi i NiCrMoV pokazali su znatno veće čvrstoće i manju duktilnost od MnCrB čelika. Rezultati sugeriraju da su mali dodaci legirajućih elemenata i različite veličine zrna austenita uglavnom odgovorni za uočene razlike u mikrostrukturi i mehaničkim svojstvima [9]. Materijali upotrijebljeni u ovom ispitnom postupku uključivali su tri komercijalna toplo valjana čelika, u potpuno žarenom stanju. Ovi čelici posebno su konstruirani za proizvodnju alata otpornih na trošenje koji trpe udarna opterećenja, abrazijsko i adhezijsko trošenje. Tablica 4 prikazuje kemijske sastave ispitivanih čelika [10].

Čelik	С	Si	Mn	Cr	V	Mo	Ni	Ti	S	Р	Fe
MnCrB	0,30	0,30	1,30	0,53	-	-	-	0,050	0,014	0,013	ostatak
NiCrSi	0,36	0,89	0,60	0,90	-	0,06	3,11	-	0,010	-	ostatak
NiCrMoV	0,50	0,22	0,65	1,33	0,52	0,77	3,70	0,002	-	-	ostatak

Tablica 4.Kemijski sastavi čelika MnCrB, NiCrSi i NiCrMoV (maseni udio, %) [10]

Slika 4 prikazuje mikrostrukture navedenih čelika snimljene na optičkom mikroskopu (a-c) i na skenirajućem elektronskom mikroskopu (d-f). MnCrB čelik sastoji se od faze perlita koja je okružena feritom. NiCrSi i NiCrMoV čelici sastoje se od feritne faze u obliku iglica s raspršenim precipitatima karbida [10].



Slika 4. Početna mikrostruktura čelika MnCrB, NiCrSi i NiCrMoV [10]

Nemetalni uključci posljedica su gustoće, morfologije i kemijskog sastava. Analiza uključaka na skenirajućem elektronskom mikroskopu pokazala je visoku učestalost manganovih sulfida (MnS) i uključaka bogatih titanijem u MnCrB čeliku te MnS uključaka u čeliku NiCrSi. Većina uključaka u čeliku NiCrMoV imala je složen kemijski sastav i sadržavala je različite metalne i nemetalne elemente, npr. Mn, V, Cr i S [10].

Iz SEM analize vidljivi su precipitati karbida prisutni u čelicima NiCrSi i NiCrMoV na slici 5 pod (b), (c) i (f). Uočeno je da se s povećanjem temperature austenitizacije smanjuje učestalost karbida.



Slika 5. Mikrostruktura čelika MnCrB, NiCrSi i NiCrMoV nakon kaljenja [10]

Vrijednosti tvrdoće određene su Vickersovom metodom prema ASTM E92 normi s opterećenjem od 30 kg i vremenom držanja od 15 s. Prosječna vrijednost tvrdoće izračunata je iz najmanje deset mjerenja za svaki uzorak. Zbog lakše usporedbe, tvrdoća HV-a pretvorena je u HRC prema ASTM E140 normi [10].

Slika 6 pokazuje vrijednosti tvrdoće analiziranih čelika. Nakon gašenja na 850 °C, MnCrB čelik imao je tvrdoću od 55 HRC, dok su ostali imali višu tvrdoću. Također je utvrđeno da je viša temperatura austenitizacije često inicirala pad tvrdoće čelika. Čelik MnCrB je manje osjetljiv na temperaturu austenitizacije, dok su NiCrSi i NiCrMoV pokazali veći pad tvrdoće na višim temperaturama austenitizacije. Osim toga, rezultati su ukazali na to da nema smanjenja tvrdoće kod NiCrMoV čelika na 900 °C [10].



Slika 6. Grafički prikaz tvrdoća čelika MnCrB, NiCrSi i NiCrMoV [10]

3.3.2. Niskolegirani čelik otporan na abraziju

Cilj rada pod nazivom "Effect of hardenability on microstructure and property of low alloy abrasion-resistant steel" autora Xue H., Peng W., Yu L., Ge R., Liu D., Zhang W. i Wang Y. bio je istražiti učinak otvrdnjavanja na mikrostrukturu i mehanička svojstva niskolegiranog čelika otpornog na abraziju. Proizvedene su i uspoređene tri vrste niskolegiranih čelika otpornih na trošenje debljine 50 mm, s različitim kemijskim sastavom i istim postupkom toplinske obrade. Rezultati pokazuju da se tvrdoća smanjuje duž presjeka od površine do sredine. Materijali korišteni u ovom istraživanju bili su čelici A, B i C, debljine 50 mm, čiji je kemijski sastav naveden u tablici 5 [9].

Čelik	С	Si	Mn	Р	S	Cu	Al	Fe
Α	0,207	0,390	0,720	0,009	0,005	0,002	0,027	ostatak
В	0,187	0,250	1,090	0,010	0,005	0,009	0,038	ostatak
С	0,151	0,340	1,380	0,009	0,005	0,057	0,038	ostatak
	Ni	Cr	Mo	V	Ti	Nb	В	
Α	0,014	0,730	0,009	0,004	0,014	0,018	0,001	
В	0,072	0,800	0,310	0,013	0,024	0,005	0,003	

Tablica 5.Kemijski sastavi čelika A, B i C (maseni udio, %) [9]

Čelici su zagrijani na 1200 °C, a zatim valjan na debljinu od 50 mm. Krajnja temperatura grubog i završnog valjanja je 990 °C, odnosno 850 °C. Nakon valjanja, čelične ploče su ugrijane na 870 °C i zadržane 10 minuta kako bi se osigurala potpuna austenitizacija, a zatim gašene na sobnu temperaturu. Ponovno su ugrijane na 200 °C i držane 80 minuta u svrhu popuštanja, a zatim su ohlađene na sobnu temperaturu kako bi se dobili čelici A, B i C [9].

Optičkim mikroskopom očitane su mikrostrukturne značajke čeličnih uzoraka. Metalografski uzorci čelika A, B i C polirani su i nagriženi otopinom od 25 % HNO₃ u klorovodičnoj kiselini. Za analizu morfologije korišten je skenirajući elektronski mikroskop [9].





Slika 7. Morfologija i mikrostruktura čelika A, B i C [9]

Na slici 7 prikazane su: (a) morfologija površine čelika A, (b) mikrostruktura površine čelika A, (c) morfologija površine čelika B, (d) mikrostruktura površine čelika B, (e) morfologija površine čelika C, (f) mikrostruktura površine čelika C [9].

Površinska mikrostruktura čelika A, B i C je martenzit postignut kaljenjem. Čelik A i čelik B imaju različito debele razugljičene slojeve na površini. Razugljičeni sloj čelika A deblji je od sloja kod čelika B, dok na površini čelika C nema vidljivog sloja razugljičenja na površini. Površinska tvrdoća mjerena Brinellovom metodom kod čelika A i B još uvijek doseže razinu oko 400 HB. Brinellov test tvrdoće je makroskopske razine, čije je udubljenje mnogo veće od debljine razugljičenog sloja. Zbog postojanja tog sloja, čelik otporan na trošenje nije prikladan za mikro-Vickersovo ispitivanje tvrdoće. Dubina utisnuća pri mjerenju tvrdoće po Vickersu istog je reda veličine kao debljina razugljičenog sloja, što znači da će vrijednost tvrdoće biti značajno smanjena [9].

Vrijednost tvrdoće jedno je od najvažnijih svojstva čelika otpornog na abraziju, a njegova vrijednost izravno određuje komercijalni razred čelika. Usporedba vrijednosti tvrdoće provedena je iz dva aspekta: površinska tvrdoća i raspodjela tvrdoće po presjeku. Vrijednosti tvrdoće površine čelika A, B i C prikazane su u tablici 6 [9].

Čelik		Pov	Srednja tvrdoća HB	Standardna devijacija HB				
Α	398	401	405	392	394	408	399,7	6,2
В	403	389	400	395	400	403	398,3	5,4
С	404	401	395	407	412	406	404,2	5,8

Tablica 6.Površinska tvrdoća čelika A, B i C [9]

Vrijednosti tvrdoće čelika A i B su oko 400 HB, a čelik C ima nešto višu tvrdoću. Sa stajališta raspodjele, vrijednosti površinske tvrdoće ravnomjernije su raspoređene kod čelika B nego kod čelika A i C [9].



Slika 8 prikazuje raspodjelu tvrdoće čelika A, B i C po presjeku.

Slika 8. Raspodjela tvrdoće čelika A, B i C po presjeku [9]

Raspodjela tvrdoće čelika B je relativno ujednačena, sa srednjom vrijednošću od 390,4 HB, što je blizu površinske tvrdoće. Standardna devijacija je samo 10,1 HB, a varijacija tvrdoće po presjeku je samo 2,58 %. Izvrsna prokaljivost čelika B posljedica je činjenice da čelik posjeduje više legirnih elemenata. Kao što je prikazano na slici 8, vrijednost tvrdoće u sredini presjeka čelika A znatno je niža od one na površini, a najniža vrijednost je samo 268 HB. Prosjek tvrdoće po presjeku je samo 321,1 HB, a standardna devijacija i varijacija tvrdoće dosežu 52,7 HB i 16,4 %. Tvrdoća u sredini presjeka čelika C je nešto niža od tvrdoće na gornjoj i donjoj površini, prosječna vrijednost je 386,4 HB, standardna devijacija i varijacija tvrdoće su 13,6 HB i 3,53 % [9].

4. STANDARDNE METODE ZA ISPITIVANJE TVRDOĆE METALA

Većina danas standardiziranih metoda mjerenja tvrdoće uspostavljena je prije 1930. godine i u načelu je ostala nepromijenjena. Ovi postupci su isključivo statički postupci ispitivanja, odnosno postupci u kojima se ispitna sila primjenjuje na ispitni uzorak bez udaraca tijekom propisanog minimalnog vremena ispitivanja. Ovo poglavlje sadrži opis najvažnijih karakteristika i specifikacija svih statičkih postupaka koji se često koriste. Na slici 9 prikazan je sustavan raspored metoda ispitivanja tvrdoće [11].



Slika 9. Sustavan raspored metoda ispitivanja [11]

U nastavku su prikazane sve četiri metode ispitivanja tvrdoće, s naglaskom na Vickersovu metodu, jer će se koristiti u eksperimentalnom djelu rada.

4.1. Metoda po Brinellu

Norme: HRN EN ISO 6506-1:2014 i DIN 50351.

Ovaj postupak prikladan je za ispitivanje od mekih metala niske tvrdoće do kaljenih čelika tvrdoće 650 HBW. Kugla od tvrdog metala promjera: D = (10, 5, 2, 5 ili 1) mm prodire okomito u ispitni uzorak pod definiranom ispitnom silom (F). Površina (A) trajnog udubljenja (kalote) utvrđuje se nakon prestanka djelovanja ispitne sile. Izračunava se iz srednje vrijednosti (d) dvaju konjugiranih promjera ($d_1 \text{ i } d_2$) koji se mjere na površini udubljenja na ispitnom uzorku. Tvrdoća po Brinellu definirana je kao koeficijent ispitne sile i površine trajnog udubljenja nakon prestanka djelovanja ispitne sile, prema jednadžbi (1) [11]:

$$HB = \frac{0,102 \cdot F}{A} \tag{1}$$

gdje je:

- HB / tvrdoća po Brinellu
- F N sila
- $A mmodermath{\mathsf{mm}}^2 ext{ površina trajnog udubljenja [11].}$

Uvrštavanje promjera kuglice i promjera otiska dobiva se konačna jednadžba (2) [11]:

$$HB = \frac{0,102 \cdot F}{\pi \cdot D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$
(2)

gdje je:

D mm promjer kuglice

d mm promjer otiska [11].

Ispitna sila mora biti odabrana na takav način da vrijedi jednadžba (3) [11]:

$$0,24 D < d < 0,6 D.$$
 (3)

Tvrdoće do 400 HB se ispituju pomoću kaljene čelične kuglice (HBS), dok se tvrdoće od 400 HB do 800 HB ispituju pomoću kuglice od tvrdog metala (HBW) [12].

4.2. Metoda po Vickersu

Norme: HRN EN ISO 6507-1:2018 i DIN 50133.

Ovaj postupak prikladan je za ispitivanje svih metala. Indentor je ravna dijamantna piramida s kvadratnom bazom s vršnim kutom između suprotnih stranica od 136°. Ovaj oblik indentora ima prednost primjene zakona proporcionalnih otpora koji predstavlja da su ispitna sila i površina udubljenja proporcionalne jedna drugoj. Dakle, vrijednost tvrdoće prema Vickersu je neovisna o odabranoj ispitnoj sili. Usprkos ovoj pravilnosti, ovisnost tvrdoće o ispitnoj sili javlja se većinom za mala udubljenja, iz razloga što postoji površinska napetost. Kut između suprotnih stranica sredine piramide indentora određen je na takav način da se u relativno velikom rasponu vrijednosti tvrdoće po Vickersu izjednače vrijednostima tvrdoće po Brinellu. Tvrdoća se definira kao koeficijent ispitne sile i površine udubljenja nakon rasterećenja, što se vidi u jednadžbi (4). Površina se izračunava iz srednje vrijednosti dviju dijagonala (d_3 i d_4) [11]:

$$HV = \frac{0,102 \cdot F}{A} \tag{4}$$

gdje je:

- HV / tvrdoća po Vickersu
- F N sila
- $A mtext{mm}^2 ext{ površina trajnog udubljenja [11].}$

Uvrštavanjem srednje vrijednosti dijagonala dobiva se konačna jednadžba (5) [12]:

$$HV = \frac{0.1891 \cdot F}{d_s^2} \tag{5}$$

gdje je:

ds mm srednja vrijednost dviju dijagonala [12].

Na slici 10 prikazan je indentor i otisak indentora s oznakama dijagonala.



Slika 10. Mjerenje tvrdoće po Vickersu [11]

Vickersova metoda mjerenja tvrdoće slična je Brinellovoj, ali zbog dijamantnog vrha indentora odnosno piramide, područje primjene seže do tvrdih metala. Zbog malog otiska, odnosno mjerenja tvrdoće s malim silama, moguće je mjeriti tvrdoću tankih slojeva, čak je moguće mjeriti tvrdoću pojedinih faza mikrostrukture [12].

4.3. Metoda po Rockwellu [11]

Norme: HRN EN ISO 6508-1:2016 i DIN 50103-3.

Zbog jednostavnosti i brzine potrebne za mjerenje, ovaj postupak se najčešće primjenjuje. Indentor je stožac sa zaobljenim dijamantnim vrhom. Kut stošca je 120°, radijus zakrivljenosti je 0,200 mm ili kugla izrađena od tvrdog metala najčešće promjera 1,5875 mm ili 3,175 mm. Čelične kugle, koje su se prije isključivo koristile, danas se koriste samo za posebne slučajeve. Prvo indentor prodire u ispitni uzorak pod preliminarnom ispitnom silom (F_0) do dubine prodiranja koja je definirana kao referentna ravnina za buduće mjerenje. Uređaj za mjerenje dubine postavlja se na nulu i primjenjuje se dodatna ispitna sila (F_1). Nakon primjene dodatne ispitne sile definirane po normi, postiže se najveća dubina prodiranja. Nakon toga se ispitna sila povlači tako da ponovno djeluje samo predopterećenje. U isto vrijeme, indentor se pomiče prema gore za udio dubine prodiranja uslijed elastične deformacije, potom se zaustavlja na prethodnoj dubini prodiranja (h) s kojom je definirana Rockwellova tvrdoća HR. Rockwellova tvrdoća se definira prema jednadžbi (6):

$$HR = N - \frac{h}{S}$$
(6)

gdje je:

HR / tvrdoća po Rockwellu

- *N* / numerička vrijednost (konstanta)
- *h* mm preostala dubina prodiranja
- *S* mm razred skaliranja.

U većini slučajeva, vrijednost tvrdoće je naznačena izravno na uređaju za ispitivanje tvrdoće. Jednadžba (6) objašnjena je primjerom u jednadžbi (7). Za mjerenja tvrdoće prema Rockwellu C (HRC), numerička vrijednost (*N*), iznosi 100, a razred skaliranja *S* do 2 μ m = 0,002 mm. Ako se izmjeri preostala dubina prodiranja (*h* = 80 μ m = 0,08 mm), vrijednost tvrdoće se izračunava prema jednadžbi (7).

HRC =
$$100 - \frac{0.08}{0.002} = 60.$$
 (7)

U osnovi, Rockwellova tvrdoća definirana je proizvoljno i stoga je treba promatrati samo kao karakteristiku materijala, bez ikakvih dodatnih objašnjenja. Numeričke vrijednosti (*N*) definirane su na takav način da se rezultat ispitivanja može lako izračunati i da se razred skaliranja (*S*) može izračunati pomoću zadane rezolucije. Kako bi se dobio što širi raspon primjene postupka, razvijeno je nekoliko Rockwellovih postupaka koji su označeni dodatnim velikim slovom iza HR.

4.4. Metoda po Knoopu [11]

Norme: HRN EN ISO DIN 4545-2:2018.

U Europi se postupak prema Knoopu relativno rijetko primjenjuje, sličan je Vickersovom postupku. Za razliku od Vickersovog postupka, Knoopova tvrdoća, HK, izračunava se uz pomoć površine projekcije udubljenja na površini ispitnog uzorka (A_p) kao koeficijenta ispitne sile i površine projekcije. Indentor je piramida s bazom nalik rombu, s uzdužnim rubnim kutom ($\beta_u = 172^\circ 30^\circ$) i poprečnim rubnim kutom ($\beta_p = 130^\circ$). Za izračun površine projekcije, a time i Knoopove tvrdoće, koristi se duža dijagonala, d_d . Nakon izračuna površine projekcije dobiva se konačna jednadžba (8) za izračun tvrdoće koja glasi:

$$HK = 1,451 \cdot \frac{F}{d_d^2} \tag{8}$$

gdje je:

HK / tvrdoća po Knoopu

F N sila

 d_d mm duža dijagonala.

Zbog svojih posebnih karakteristika, metoda ispitivanja tvrdoće prema Knoopu posebno je prikladna za:

- ispitivanje vrlo tvrdih i krhkih materijala, kao što su keramika i staklo
- ispitivanje vrlo tankih ili uskih ispitnih komada
- otkrivanje anizotropije materijala pomoću udubljenja u različitim smjerovima.

5. EKSPERIMENTALNI DIO

5.1. Cilj rada i tijek ispitivanja

Cilj rada je analizirati i usporediti mikrostrukturu i mikrotvrdoću dvaju različitih konstrukcijskih čelika otpornih na trošenje: čelika Hardox 450 i čelika XAR 450. Mjerenje mikrotvrdoće provesti metodom po Vickersu s različitim opterećenjima. Osobitu pažnju posvetiti analizi rasipanja izmjerenih vrijednosti mikrotvrdoće pri različitim opterećenjima. Nakon provedenih ispitivanja utvrditi povezanost između rasipanja rezultata pri mjerenju tvrdoće, homogenosti mikrostrukture i opterećenja pri mjerenju tvrdoće.

5.2. Materijal za ispitivanje

Ispitivanje je provedeno na dvije vrste čelika poboljšane otpornosti na trošenje. Njihovi komercijalni nazivi su Hardox 450 i XAR 450. Najčešće se navedeni čelici proizvode u obliku ploča, od kojih se izrađuju dijelovi za građevinske strojeve koji su u čestom kontaktu s abrazivnim česticama, npr. u kontaktu s kamenom ili rudom.

Ispitni uzorci za planirana ispitivanja izrezani su iz ploče debljine 5 mm za Hardox 450 i ploče debljine 4 mm za XAR 450.

Na slici 11 i slici 12 prikazane su ploče iz kojih su izrezani ispitni uzorci za ispitivanja.



Slika 11. Ploča od čelika Hardox 450

Slika 12. Ploča od čelika XAR 450

Izrezani uzorci prikazani su na slici 13.



Slika 13. Izrezani uzorci čelika Hardox 450 i čelika XAR 450

Kemijski sastav čelika na kojima su provedena ispitivanja nalazi se u tablici 7.

Matarijal	maseni udio, %									
wiaterijai	С	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Р	S	Fe	
Hardox 450	0,14	1,05	0,29	0,06	0,07	0,04	0,0132	0,0018	ostatak	
XAR 450	0,08	0,99	0,26	0,29	0,04	0,02	0,0204	0,0011	ostatak	

Tablica 7.Kemijski sastav čelika Hardox 450 i XAR 450 [13]

5.3. Priprema uzoraka za analizu mikrostrukture i mjerenje tvrdoće

Priprema uzoraka za analizu mikrostrukture i mjerenje tvrdoće provedena je u Laboratoriju za materijalografiju, na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu.

Prethodno izrezani uzorci postavljeni su u silikonski kalup, a potom su zaliveni polimernom masom. Ovaj postupak zalijevanja uzoraka naziva se "hladnim postupkom", a polimerna masa dobije se miješanjem dviju komponenata koje vremenom otvrdnu na sobnoj temperaturi. Uzorci su ostavljeni preko noći kako bi smola oko njih otvrdnula, potom slijedi brušenje i poliranje na uređaju Mecatech 250 SPI, koji je prikazan na slici 14.



Slika 14. Mecatech 250 SPI

Brzina vrtnje pri brušenju podešena je na 300 okretaja u minuti, a opterećenje na 30 N. Hlađenje i podmazivanje pri brušenju obavlja se vodom. Koriste se abrazivni papiri proizvođača Presi sljedećim redoslijedom: P80, P320, P600, P1000, P2400 i P4000. Za svaki abrazivni papir potrebno je otprilike 60-ak sekundi kako bi se skinula potrebna debljina površinskog sloja. Pri poliranju uređaj je bio podešen na 150 okretaja u minuti, a opterećenje je iznosilo 30 N. Za hlađenje i podmazivanje koristi se lubrikant prikazan na slici 15. Kao sredstvo za poliranje koristila se dijamantna pasta srednje veličine abrazivnih čestica od 3 µm, slika 16. Poliranje je trajalo 4 do 5 minuta kako bi oba uzorka imala zrcalnu površinu.



Slika 15. Lubrikant za poliranje



Slika 16. Dijamantna pasta za poliranje 3µm

Nakon poliranja metalografski uzorak izgleda kao na slici 17 i spreman je za analizu mikrostrukture te ispitivanje mikrotvrdoće. Mjerenje mikrotvrdoće provodi se na poliranoj površini uzoraka zbog lakšeg očitanja dijagonala otisaka. Analiza mikrostrukture provedena je na svjetlosnom mikroskopu, u poliranom i nagriženom stanju.



Slika 17. Uzorci u poliranom stanju

S obzirom na sastav ispitivanih čelika, kao sredstvo za nagrizanje poliranih uzoraka koristio se 3 %-tni Nital koji sadrži:

- 85,51 % etilnog alkohola
- 4,73 % izopropilnog alkohola
- 4,27 % metilnog alkohola
- 3,84 % dušične kiseline
- 1,65 % vode.

Uzorci se uranjaju u otopinu nekoliko sekundi kako bi se nagrizao površinski sloj i otkrila mikrostruktura, a zatim slijedi ispiranje u vodi. Na slici 18 prikazan je metalografski uzorak nakon nagrizanja.

Mikrostruktura uzoraka promatrana je na svjetlosnom mikroskopu Olympus GX51 pri povećanjima od 50× do 1000×. Mikroskop je prikazan na slici 19.



Slika 18. Uzorci u nagriženom stanju



Slika 19. Svjetlosni mikroskop Olympus GX51

5.5. Analiza mikrostrukture

Uzorci su prvo analizirani u poliranom stanju, a zatim u nagriženom stanju. U poliranom stanju nisu uočene nikakve nepravilnosti u mikrostrukturi uzoraka. Nakon nagrizanja otkrivena je osnovna mikrostruktura ispitivanih čelika. Fotografije mikrostrukture čelika Hardox 450 i čelika XAR 450, snimljene pri povećanju od 50×, prikazane su na slici 20 i slici 21.



Slika 20. Mikrostruktura čelika Hardox 450, snimljeno pri povećanju od 50×



Slika 21. Mikrostruktura čelika XAR 450, snimljeno pri povećanju od 50×

Na slici 22 i slici 23 prikazana je mikrostruktura čelika Hardox 450 i XAR 450 snimljena pri povećanju od 100×.



Slika 22. Mikrostruktura čelika Hardox 450, snimljeno pri povećanju od 100×



Slika 23. Mikrostruktura čelika XAR 450, snimljeno pri povećanju od 100×

Fotografije mikrostrukture ispitivanih čelika, snimljene pri povećanju 200×, vide se na slici 24 i slici 25.



Slika 24. Mikrostruktura čelika Hardox 450, snimljeno pri povećanju od 200×



Slika 25. Mikrostruktura čelika XAR 450, snimljeno pri povećanju od 200×

Mikrostruktura ispitivanih čelika, snimljena pri povećanju od 500×, prikazana je na slici 26 i slici 27.



Slika 26. Mikrostruktura čelika Hardox 450, snimljeno pri povećanju od 500×



Slika 27. Mikrostruktura čelika XAR 450, snimljeno pri povećanju od 500×

Na slici 28 i slici 29 prikazana je mikrostruktura čelika Hardox 450 i čelika XAR 450 snimljena pri najvećem povećanju od 1000×.

Pri većim povećanjima može se jasno vidjeti da oba čelika imaju dosta sličnu martenzitnu mikrostrukturu. S obzirom na relativno niski udio ugljika (0,08 % u Hardoxu 450 i 0,14 % u XAR 450) radi se o nikougljičnom martenzitu. Osim martenzita moguće je da u mikrostrukturi ima precipitiranih čestica karbida. Njihov udio ne može biti velik zbog vrlo niskog sadržaja ugljika. Mikrostruktura uzorka od Hardox 450 čelika slabije je nagrižena iako sadrži oko 5× manje kroma od čelika XAR 450. Također je važno napomenuti da je uzorak Hardox 450 čelika deblji od uzorka XAR 450, što također može biti uzrok slabijeg nagrizanja površine.



Slika 28. Mikrostruktura čelika Hardox 450, snimljeno pri povećanju od 1000×



Slika 29. Mikrostruktura čelika XAR 450, snimljeno pri povećanju od 1000×

5.6. Mjerenje tvrdoće

Ispitivanje tvrdoće provedeno je metodom po Vickers, na uređaju Tukon 2100B, proizvođača Wilson-Wolpert, u Laboratoriju za toplinsku obradu i inženjerstvo površina, Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Uređaj je prikazan na slici 30.



Slika 30. Tvrdomjer Tukon 2100B Wilson-Wolpert

Na slici 31 i slici 32 prikazani su otisci nastali pri mjerenju tvrdoće HV0,02 i HV0,01.



Slika 31. Otisci mjerenja tvrdoće HV0,02 na uzorku čelika Hardox 450



Slika 32. Otisci mjerenja tvrdoće HV0,01 na uzorku čelika XAR 450

U tablici 8 i tablici 9 su prikazani rezultati mjerenja tvrdoće. Za sva opterećenja izračunate su vrijednosti srednjih tvrdoća (\bar{x}), standardnih devijacija (σ) i koeficijenta varijacije (k_v).

Mjerenje	HV	1	HV0	,5	HV0,2	
	Hardox 450	XAR 450	Hardox 450	XAR 450	Hardox 450	XAR 450
1.	473	497	530	473	506	523
2.	479	494	492	492	482	515
3.	486	490	492	497	498	490
4.	483	483	477	497	498	523
5.	497	490	492	487	490	515
6.	486	490	487	487	498	498
7.	494	486	503	477	482	523
8.	486	501	503	513	532	523
9.	476	501	519	503	523	515
10.	490	508	503	503	506	510
11.	490	512	513	479	498	521
12.	497	524	513	516	501	501
13.	494	520	487	487	521	515
14.	508	528	477	473	507	521
15.	490	530	492	506	498	503
16.	494	532	494	513	501	499
17.	498	483	501	477	515	506
18.	483	494	516	492	523	509
19.	492	483	519	519	526	515
20.	501	494	479	519	532	523
21.	493	508	481	503	506	513
22.	502	494	493	506	509	507
23.	489	470	503	499	498	501
24.	500	508	506	496	482	496
25.	497	490	505	497	507	523
26.	492	497	519	501	523	509
27.	482	505	516	505	515	507
28.	496	508	496	498	486	515
29.	487	508	497	491	503	521
30.	503	494	500	503	515	515
x	491	501	500	497	506	512
σ	8,20	15,22	13,76	12,99	14,29	9,41
k_{v}	1,67 %	3,04 %	2,75 %	2,61 %	2,82 %	1,84 %

Tablica 8.Rezultati mjerenja tvrdoće HV1, HV0,5 i HV0,2

Mjerenje	HV0,	,05	HV0	,02	HV0,01	
	Hardox 450	XAR 450	Hardox 450	XAR 450	Hardox 450	XAR 450
1.	568	552	608	554	493	658
2.	529	537	637	608	566	659
3.	522	544	637	594	536	569
4.	552	552	653	542	578	707
5.	522	568	608	608	581	675
6.	552	576	594	653	548	659
7.	552	544	594	686	529	627
8.	537	552	633	608	673	627
9.	537	552	609	622	503	594
10.	568	544	596	594	518	642
11.	555	529	623	622	608	566
12.	529	546	609	615	578	622
13.	568	528	608	653	560	582
14.	532	531	633	608	543	656
15.	548	561	599	622	589	711
16.	537	543	652	594	587	613
17.	549	539	633	656	548	627
18.	536	544	594	654	538	656
19.	555	546	608	608	522	579
20.	563	544	637	612	553	561
21.	537	560	606	622	555	631
22.	546	555	633	654	542	601
23.	559	537	637	596	535	619
24.	561	576	596	671	536	613
25.	548	545	608	608	546	590
26.	555	551	652	576	577	575
27.	548	551	636	623	586	649
28.	537	503	594	622	541	638
29.	552	541	609	653	525	621
30.	552	552	652	607	556	644
\overline{x}	547	547	620	618	555	626
σ	13,11	14,33	20,20	32,09	34,61	38,93
k_{ν}	2,40 %	2,62 %	3,26 %	5,19 %	6,24 %	6,22 %

Tablica 9.Rezultati mjerenja tvrdoće HV0,05, HV0,02 i HV0,01

6. ANALIZA REZULTATA

6.1. Osvrt na rezultate mjerenja tvrdoće

Na grafovima koji su prikazani od slike: 33 do slike 38 vide se rezultati dobiveni pri mjerenju tvrdoće pri različitom opterećenju za čelike Hardox 450 i XAR 450. Na svakom grafu prikazani su rezultati mjerenja tvrdoće za oba čelika pri istom opterećenju. Navedene su minimalne i maksimalne vrijednosti mjerenja, granice srednjih kvartila te srednja tvrdoća.



Slika 33. Rezultati mjerenja tvrdoće HV1

Na slici 33 vidi se da su rasipanja rezultata pri mjerenju tvrdoće HV1 puno veća za čelik XAR 450. Vrijednosti tvrdoće HV1 za čelik Hardox 450 kreću se u rasponu od 473 do 508, dok je za čelik XAR 450 raspon vrijednosti između 470 i 532. Srednja vrijednost tvrdoće viša je kod čelika XAR 450 i iznosi 501 HV1, iako ovaj čelik ima skoro 2× manji maseni udio ugljika od čelika Hardox 450 čija tvrdoća iznosi 491 HV1. Međutim, čelik XAR 450 ima 3× viši maseni udio legirnih elemenata koji su jaki karbidotvorci (Cr i Mo) što bi moglo utjecati na više vrijednosti tvrdoće. Čelik Hardox 450 ima uže granice srednjih kvartila i manji koeficijent varijacije (1,67 %) od čelika XAR 450 (3,04 %). Veća rasipanja rezultata kod čelika XAR 450 mogu biti posljedica neravnomjernije mikrostrukture.

Na slici 34 prikazani su rezultati mjerenja tvrdoće HV0,5 za Hardox 450 i XAR 450. Oba ispitivana čelika imaju vrlo slične srednje vrijednosti tvrdoće i granice srednjih kvartila, a nema velike razlike niti u rasipanju rezultata mjerenja. Koeficijent varijacije za čelik Hardox 450 iznosi 2,75 %, a za čelik XAR 450 je 2,61 %. Srednje vrijednosti tvrdoće HV0,5 ne razlikuju se značajno od vrijednosti tvrdoće HV1 za oba čelika.



Slika 34. Rezultati mjerenja tvrdoće HV0,5

Slika 35 prikazuje rezultate dobivene pri mjerenju mikrotvrdoće za HV0,2. Rasipanja rezultata pri ovom opterećenju su veća kod čelika Hardox 450. Srednje vrijednosti tvrdoće se vrlo malo razlikuju, 506 HV0,2 za Hardox 450 i 513 HV0,2 za XAR 450. Granice srednjih kvartila su podjednake, a koeficijent varijacije je nešto viši kod čelika Hardox 450 (2,82 %), nego kod čelika XAR 450 (1,84 %). U odnosu na srednje vrijednosti dobivene pri mjerenju tvrdoće HV0,5, srednje vrijednosti tvrdoće HV0,2 su malo više.



Slika 35. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,2

Slika 36 prikazuje rezultate mjerenja mikrotvrdoće za HV0,05. Rasipanja rezultata podjednaka su za oba čelika. Za čelik XAR 450 rezultati dvaju mjerenja su izvan okvira rasipanja što bi moglo značiti da je mikrostruktura nehomogenija u usporedbi s čelikom Hardox 450. Kada se u obzir uzmu svi rezultati mjerenja koeficijent varijacije za čelik Hardox 450 (2,40 %) je niži od koeficijenta varijacije za čelik XAR 450 (2,62 %). Srednje vrijednosti su jednake za oba čelika, a granice srednjih kvartila uže kod čelika XAR 450. U odnosu na srednje vrijednosti mikrotvrdoće HV0,2, srednje vrijednosti za mikrotvrdoću HV0,05 su značajno više.



Slika 36. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,05

Slika 37 prikazuje rezultate mjerenja mikrotvrdoće HV0,02. Rasipanja rezultata značajno su veća za čelik XAR 450 što ukazuje na nehomogeniju mikrostrukturu u usporedbi s čelikom Hardox 450. Koeficijent varijacije za čelik Hardox 450 (3,26 %) je niži od koeficijenta varijacije za čelik XAR 450 (5,19 %). Srednje vrijednosti su gotovo iste za oba čelika, a granice srednjih kvartila su šire kod čelika XAR 450. U odnosu na srednje vrijednosti mikrotvrdoće HV0,05, srednje vrijednosti za mikrotvrdoću HV0,02 su također značajno više.



Slika 37. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,02

Slika 38 prikazuje rezultate mjerenja mikrotvrdoće HV0,01. Rasipanja rezultata za XAR 450 također su veća, ali za Hardox 450 postoji iznimka koja odskače od ostalih rezultata. Koeficijenti varijacije za oba čelika su podjednaki (6,24 % i 6,22 %) dok je standardna devijacija veća za čelik XAR 450. Srednja vrijednost mikrotvrdoće HV0,01 puno je veća za čelik XAR 450 i iznosi 626 HV0,01, dok za čelik Hardox 450 iznosi 555 HV0,01. U odnosu na srednje vrijednosti mikrotvrdoće HV0,02, srednja vrijednost mikrotvrdoće HV0,01 za čelik Hardox 450 je manja, dok za čelik XAR 450 stagnira. Granice srednjih kvartila su šire kod čelika XAR 450.

Potrebno je napomenuti da je bilo vrlo teško precizno očitati dijagonale otisaka kod mjerenja tvrdoće HV0,01 pa je moguće da to u znatnoj mjeri utječe na dobivene rezultate.



Slika 38. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,01

6.2. Osvrt na utjecaj opterećenja pri mjerenju na vrijednosti tvrdoće

Na slici 39 prikazan je odnos između srednjih vrijednosti tvrdoće i opterećenja pri mjerenju za čelik Hardox 450 i čelik XAR 450. Navedena ovisnost aproksimirana je logaritamskom krivuljom. Prema prikazanim podacima vidi se da postoji vrlo visoki stupanj korelacije između opterećenja pri mjerenju tvrdoće i vrijednosti same tvrdoće, za oba čelika.



Slika 39. Utjecaj sile opterećenja na dobivene vrijednosti tvrdoće

Uočava se kako prosječna tvrdoća obaju čelika pada s porastom opterećenja do opterećenja od 4,91 N. Daljnjim povećanjem opterećenja tvrdoća se ne mijenja pa su vrijednosti za tvrdoće HV0,5 i HV1 podjednake. Većina prikazanih točaka dobro je aproksimirana krivuljom osim točke koja predstavlja vrijednost tvrdoće HV0,01 kod čelika Hardox 450.

6.3. Osvrt na utjecaj opterećenja pri mjerenju tvrdoće na rasipanje rezultata

Na sljedećim slikama grafički je prikazano kako opterećenje pri mjerenju tvrdoće utječe na rasipanje rezultata, standardnu devijaciju i koeficijent varijacije.

Na slici 40 vidi se utjecaj opterećenja na vrijednosti standardne devijacije za oba čelika. Dobiveni rezultati za oba čelika mogu se uz visoki koeficijent korelacije aproksimirati logaritamskim krivuljama.



Slika 40. Utjecaj sile opterećenja na standardnu devijaciju

Za opterećenja veća od 1,96 N (HV0,2) standardna devijacija je podjednaka što znači da promjena opterećenja ne utječe na promjenu rasipanja rezultata. Kod opterećenja manjih od 1,96 N utjecaj na rasipanje rezultata je velik. Što je opterećenje manje to su rasipanje rezultata i standardna devijacija veći.

Navedeno se može objasniti činjenicom da mikrostruktura nije potpuno homogena. Kod otisaka koji nastaju pri većim opterećenjima, obuhvaća se veća površina i utjecaj nehomogenosti je smanjen. Kod manjih opterećenja i manjih otisaka, veća je vjerojatnost da otisak "upadne" u pojedine faze čija se tvrdoća razlikuje pa će i rasipanje rezultata biti veće.

Koeficijent varijacije je odnos standardne devijacije i srednje vrijednosti skupa, u ovome slučaju on je jednak standardnoj devijaciji rezultata mjerenja tvrdoće podijeljenoj sa srednjom vrijednošću tvrdoće. Koeficijent varijacije je odličan prikaz usporedbe rasipanja rezultata između različitih skupova podataka, kao što je slučaj s različitim opterećenjima pri mjerenju tvrdoće.

Slika 41 prikazuje utjecaj opterećenja pri mjerenju tvrdoće na vrijednost koeficijenta varijacije za oba čelika. Jasno se vidi da se koeficijent varijacije smanjuje s povećanjem opterećenja do 0,49 N (HV0,05) nakon čega ostaje uglavnom isti. Dobiveni rezultati za oba čelika mogu se uz visoki koeficijent korelacije aproksimirati logaritamskim krivuljama.



Slika 41. Utjecaj sile opterećenja na koeficijent varijacije

7. ZAKLJUČAK

Na temelju provedenih ispitivanja na čelicima Hardox 450 i XAR 450 te dobivenih rezultata, može se zaključiti sljedeće:

- Prema kemijskom sastavu oba čelika pripadaju niskougljičnim čelicima. Čelik Hardox 450 ima skoro 2× veći maseni udio ugljika (0,14 %), a čelik XAR 450 ima približno 3× veći maseni udio karbidotvornih legirnih elemenata (Cr i Mo).
- Oba čelika imaju sličnu mikrostrukturu nikougljičnog martenzita i moguće precipitate karbida, kojih ne može biti puno zbog niskog sadržaja ugljika.
- Tvrdoće HV1, HV0,5 i HV0,2 podjednake su za oba čelika i iznose oko 500 HV.
 Vrijednosti tvrdoće su podjednake za oba čelika i kod nižih opterećenja, a iznose 547 HV0,05 odnosno oko 620 HV0,02.
- Porastom opterećenja pri mjerenju pada vrijednost tvrdoće do opterećenja od 4,91 N (HV0,5) nakon čega tvrdoća ostaje konstantna, neovisno o opterećenju. Utjecaj opterećenja na vrijednost tvrdoće za oba čelika može se grafički prikazati sličnim logaritamskim krivuljama s visokim koeficijentom korelacije.
- Porastom opterećenja pri mjerenju tvrdoće smanjuju se rasipanja vrijednosti tvrdoća, što je posljedica nehomogenosti u mikrostrukturi. Veća rasipanja prisutna su kod čelika XAR 450.
- Iako ima iznimaka, standardne devijacije i koeficijenti varijacije za vrijednost tvrdoća izmjerenih pri različitim opterećenjima, veće su kod čelik XAR 450.

LITERATURA

- Brandon D, Kaplan WD. Microstructural Characterization of Materials. 2. izd. Chichester: John Wiley & Sons Ltd; 2008.
- [2] Kovačiček F, Novosel M, Indof J, Čatić I, Franz M, Jakobović Z. Inženjerski priručnik
 IP 4. 1. izd. Sv. 1. Zagreb: Školska knjiga; 1998.
- [3] Grilec K, Ivušić V. Predavanja iz kolegija Tribologija. Zagreb; 2011.
- [4] Durand-Charre Madeleine. The microstructure of steels and cast irons. Springer; 2004.
- [5] Yu Y, Zhou C, Zhang S, Zhu M, Wuttig M, Scheu C, i ostali. Revealing nano-chemistry at lattice defects in thermoelectric materials using atom probe tomography. 2019.
- [6] Vargova M, Tavodova M, Monkova K, Dzupon M. Research of Resistance of Selected Materials to Abrasive Wear to Increase the Ploughshare Lifetime. Metals (Basel). 2022 lip 1;12(6). doi: 10.3390/met12060940
- [7] Hulka K, Kern A, Schriever U. Application of Niobium in Quenched and Tempered High-Strength Steels [Internet]. 2005. Dostupno na: http://www.scientific.net
- [8] Ma CY, Liew JYR. Blast and Ballistic Resistance of Ultra-High Strength Steel. International Journal of Protective Structures. 2013 ruj 1;4(3):379–413. doi: 10.1260/2041-4196.4.3.379
- [9] Xue H, Peng W, Yu L, Ge R, Liu D, Zhang W, i ostali. Effect of hardenability on microstructure and property of low alloy abrasion-resistant steel. Materials Science and Engineering A. 2020 kol 19;793. doi: 10.1016/j.msea.2020.139901
- [10] Abbasi E, Luo Q, Owens D. A comparison of microstructure and mechanical properties of low-alloy-medium-carbon steels after quench-hardening. Materials Science and Engineering A. 2018 svi 16;725:65–75. doi: 10.1016/j.msea.2018.04.012
- [11] Herrmann K. Hardness testing : principles and applications. ASM International; 2011.
- [12] Filetin T, Fraz M, Španiček Đ, Ivušić V. Svojstva i karakteristike materijala. 1. izd.Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2012.
- [13] Lukšić H. Usporedba mikrostrukture i svojstava dvaju konstrukcijskih čelika otpornih na trošenje [Internet]. [Zagreb]: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2021. Dostupno na: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:350847