

# Pojava Lüdersovih linija kod niobijem mikrolegiranoga čelika

---

**Brlić, Tin**

**Doctoral thesis / Disertacija**

**2020**

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

*Permanent link / Trajna poveznica:* <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:235:149550>

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

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-07-17**

*Repository / Repozitorij:*

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)





Sveučilište u Zagrebu

Sveučilište u Zagrebu

Metalurški fakultet

Tin Brlić

# **POJAVA LÜDERSOVIH LINIJA KOD NIOBIJEM MIKROLEGIRANOGA ČELIKA**

DOKTORSKI RAD

Sisak, 2020.



University of Zagreb

University of Zagreb  
Faculty of Metallurgy

Tin Brlić

# **APPEARANCE OF LÜDERS BANDS IN NIOBIUM MICROALLOYED STEEL**

DOCTORAL THESIS

Sisak, 2020.



Sveučilište u Zagrebu

Sveučilište u Zagrebu

Metalurški fakultet

Tin Brlić

# **POJAVA LÜDERSOVIH LINIJA KOD NIOBIJEM MIKROLEGIRANOGA ČELIKA**

DOKTORSKI RAD

Mentorica:

Prof.dr.sc. Stoja Rešković

Sisak, 2020.





University of Zagreb

University of Zagreb

Faculty of Metallurgy

Tin Brlić

# **APPEARANCE OF LÜDERS BANDS IN NIOBIUM MICROALLOYED STEEL**

DOCTORAL THESIS

Supervisor:

Prof.dr.sc. Stoja Rešković

Sisak, 2020.

## PODACI ZA BIBLIOGRAFSKU KARTICU

**UDK:** 669.14 (043)

**Ključne riječi:** Lüdersove linije, niobijem mikrolegirani čelik, termografija, digitalna korelacija slike, mikrostruktura

**Znanstveno područje:** TEHNIČKE ZNANOSTI

**Znanstveno polje:** METALURGIJA

**Institucija u kojoj je rad izrađen:** Sveučilište u Zagrebu  
Metalurški fakultet

**Mentorica rada:** Prof.dr.sc. Stoja Rešković

**Broj stranica:** 248

**Broj slika:** 161

**Broj tablica:** 20

**Broj korištenih bibliografskih jedinica:** 186

**Datum obrane:** 30. rujan 2020.

**Povjerenstvo:** Prof. dr. sc. Ladislav Lazić  
Prof. emer. dr. sc. Mladen Franz  
Prof. dr. sc. Tomaž Rodič

**Institucija na kojoj je rad pohranjen:** Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet  
Fakultet strojarstva i brodogradnje,  
Sveučilište u Zagrebu

## ZAHVALA

*Na samom početku zahvaljujem svojoj mentorici, prof. dr. sc. Stoji Rešković na neizmjernoj pomoći. Njeno stručno vodstvo, korisni savjeti te strpljenje i podrška u bilo kojem trenutku tijekom studiranja, istraživanja te pisanja doktorske disertacije puno su mi pomogli u razdoblju provedenom na Metalurškom fakultetu. Svakij savjet, prijedlog i primjedba doprinijeli su da ova disertacija bude kvalitetna. Ujedno zahvaljujem što mi je kao suradniku omogućila sudjelovanje na projektu financiranom od strane Hrvatske zaklade za znanost i osigurala opremu za istraživanje koje mi je puno pomoglo tijekom istraživanja i izrade doktorske disertacije. Zahvaljujem što mi je, tijekom izrade doktorske disertacije, omogućila boravak na znanstvenim institucijama u Hrvatskoj i izvan nje te mi, u okviru projekta, omogućila sudjelovanje na međunarodnim konferencijama gdje sam imao priliku prezentirati rezultate dobivene u ovom radu.*

*Prof. emeritusu dr. sc. Mladenu Franzu kao članu projektnog tima zahvaljujem na svim sugestijama i pomoći tijekom izrade doktorske disertacije.*

*Zahvaljujem prof. dr. sc. Ladislavu Laziću na korisnim savjetima i pomoći tijekom istraživanja u okviru projekta i doktorske disertacije te obrani teme.*

*Prof. dr. sc. Tomažu Rodiču zahvaljujem na pomoći tijekom istraživanja i savjetima tijekom obrane teme doktorske disertacije.*

*Zahvala i prof. dr. sc. Francu Vodopivcu koji je svojim dragocjenim iskustvom i savjetima utjecao na to da rasprava ovoga rada bude napravljena na najbolji način i da pokazuje značajan znanstveni doprinos istraživanju.*

*Prof. emeritusu dr. sc. Branku Grizelju zahvaljujem na korisnim savjetima i potpori tijekom izrade doktorske disertacije.*

*Zahvaljujem doc. dr. sc. Ivanu Jandriću na spremnosti za pomoć svojim savjetima i odgovorima na pitanja tijekom izrade doktorske disertacije.*

*Zahvaljujem izv. prof. dr. sc. Željku Alaru što mi je ustupio korištenje kidačice za ispitivanja u Laboratoriju za ispitivanje mehaničkih svojstava na Fakultetu strojarstva i brodogradnje bez kojih ovaj*

rad ne bi bio isti. Zahvaljujem i dr. sc. Tamari Aleksandrov Fabijanić koja je uvijek pronašla termin ispitivanja kada je bilo najpotrebnije. Hvala svim djelatnicima laboratorija koji su me uvijek lijepo primili i pomogli.

Prof. dr. sc. Zoranu Jurkoviću želim zahvaliti za pomoć oko matematičkog modeliranja. Profesore, hvala Vam za pomoć u svakom trenutku u kojemu sam tražio pomoć.

Veliko hvala ing. Milošu Matviji, PhD s Technical University of Košice, Faculty of Materials, Metallurgy and Recycling na pomoći oko pripreme uzoraka i ispitivanja na transmisivskom elektronskom mikroskopu. Hvala i na nezaboravnom gostoprimstvu.

Mgr. Ivanu Petryshynetsu s Institute of Materials Research, Slovak Academy of Sciences zahvaljujem na prijekopotrebnoj pomoći oko ispitivanja EBSD metodom.

Zahvaljujem Marijanu Marciušu, mag. educ. phys. et inf. na pomoći oko ispitivanja metodom rendgenske difrakcije i dobivenim savjetima.

Izv. prof. dr. sc. Ljerkij Slokar Benić zahvaljujem na pomoći oko ispitivanja na pretražnom elektronskom mikroskopu te savjetima oko mikrostrukturnih ispitivanja.

Hvala izv. prof. dr. sc. Pascalu Lavi s KU Leuven, Belgija na pomoći oko odabira parametara i opreme za ispitivanja metodom digitalne korelacije slike pomoću programskog paketa MatchID.

Zahvaljujem svim kolegama sa Zavoda za mehaničku metalurgiju i zaposlenicima Metalurškog fakulteta koji su na bilo koji način pomogli.

Danijeli Selak, dipl. uč. zahvaljujem na velikom trudu i detaljnoj jezičnoj lekturi ovoga rada.

Najveća zahvala ide mojoj obitelji koja je samnom proživjela sve trenutke i čari izrade doktorske disertacije. Neopisivu zahvalu dugujem svojoj supruzi Andreji i sinu Oliveru na neizmjernej strpljivosti, odricanju i razumijevanju koje su mi pružili tijekom mnogobrojnih dana i noći izrade doktorske disertacije što ću svakako pokušati nadoknaditi u budućnosti. Hvala mojim roditeljima koji su mi svojim savjetima i iskustvom omogućili da dođem do svih postignuća koje sam do sada stekao. Hvala cijeloj obitelji na nerijetkim trenucima pomoći u čuvanju djeteta tijekom izrade disertacije.



*Ovaj rad financiran je od strane Hrvatske zaklade za znanost projektom HRZZ IP-2016-06-1270 „Istraživanja početka plastičnog toka metala kod hladne deformacije“. Voditelj projekta je prof. dr. sc. Stoja Rešković. Na navedenom projektu bio sam suradnik od 01.03.2017. do 29.02.2020. Web stranica projekta je: [steeldeform.simet.hr](http://steeldeform.simet.hr).*

## SADRŽAJ

PREDGOVOR.....	I
SAŽETAK.....	II
SUMMARY.....	IV
KLJUČNE RIJEČI.....	VI
POPIS SLIKA.....	VII
POPIS TABLICA.....	XIX
POPIS OZNAKA.....	XXI
POPIS KRATICA.....	XXVI
1. UVOD.....	1
1.1 Motivacija.....	2
1.2 Cilj i hipoteza istraživanja.....	3
1.3 Metodologija i plan istraživanja.....	3
1.4 Znanstveni doprinos.....	5
2. NIOBIJEM MIKROLEGIRANI ČELICI.....	6
2.1 Termomehanička obrada niobijem mikrolegiranoga čelika.....	6
2.2 Svojstva čelika.....	10
3. HLADNA DEFORMACIJA.....	12
3.1 Početak plastičnog toka materijala.....	12
3.2 Nastajanje Lüdersovih linija tijekom hladne deformacije.....	16
3.3 Mehanizmi deformacije kod hladne deformacije.....	18
3.4 Hladna deformacija kod niobijem mikrolegiranoga čelika.....	21
4. LÜDERSOVE LINIJE.....	23
4.1 Mehanizam nastajanja i propagacije Lüdersovih linija.....	23
4.2 Pojava više Lüdersovih linija.....	27
4.3 Utjecajni faktori na Lüdersove linije.....	27
4.3.1 Utjecaj kemijskog sastava na Lüdersove linije.....	28
4.3.2 Utjecaj mikrostrukture na Lüdersove linije.....	28
4.3.3 Utjecaj brzine deformacije na Lüdersove linije.....	33

4.3.4	Utjecaj debljine ispitnog uzorka na Lüdersove linije .....	34
4.4	Primjena suvremenih metoda za istraživanje Lüdersovih linija .....	35
5.	METODE ISTRAŽIVANJA LÜDERSOVIH LINIJA .....	41
5.1	Statičko vlačno ispitivanje .....	41
5.2	Termografija .....	44
5.3	Digitalna korelacija slike .....	46
5.3.1	Bazna teorija metode digitalne korelacije slike .....	47
5.4	Pretražna elektronska mikroskopija (SEM) .....	50
5.5	EBSD .....	52
5.5.1	Općenito o EBSD-u .....	53
5.6	Transmisijska elektronska mikroskopija.....	56
5.7	Rendgenska difrakcija (XRD).....	57
5.8	Metoda regresijske analize.....	60
6.	EKSPERIMENTALNI DIO .....	64
6.1	Plan ispitivanja.....	64
6.2	Materijali za ispitivanje.....	66
6.3	Metode provedenih ispitivanja.....	67
6.3.1	Statičko vlačno ispitivanje.....	67
6.3.2	Priprema ispitnih uzoraka i izbor parametara kod ispitivanja metodom termografije.....	68
6.3.3	Analiza ispitivanja metodom termografije .....	70
6.3.4	Priprema ispitnih uzoraka i izbor parametara kod ispitivanja metodom digitalne korelacije slike .....	71
6.3.5	Analiza ispitivanja metodom digitalne korelacije slike.....	72
6.3.6	Raspored opreme tijekom ispitivanja .....	74
6.4	Mikrostrukturalna ispitivanja.....	75
6.4.1	Metalografska priprema uzoraka .....	76
6.4.2	Ispitivanje optičkim mikroskopom.....	76
6.4.3	Ispitivanje pretražnim elektronskim mikroskopom .....	77
6.4.3.4	EBSD ispitivanja i analiza.....	77

6.4.4	Ispitivanja transmisijskim elektronskim mikroskopom.....	78
6.4.5	Ispitivanja metodom rendgenske difrakcije (XRD).....	81
6.5	Mjerenje tvrdoće metodom po Vickersu.....	82
6.6	Matematički model .....	82
7.	REZULTATI ISPITIVANJA .....	86
7.1	Rezultati statičkog vlačnog ispitivanja .....	86
7.2	Rezultati ispitivanja metodama termografije i digitalne korelacije slike.....	89
7.2.1	Rezultati ispitivanja ponašanja čelika do loma metodom digitalne korelacije slike .....	89
7.2.2	Utjecaj brzine deformacije i mikrolegirajućega elementa niobija na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija metodom digitalne korelacije slike .....	92
7.2.3	Rezultati ispitivanja ponašanja čelika do loma metodom termografije.....	106
7.2.4	Utjecaj brzine deformacije i mikrolegirajućega elementa niobija na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija metodom termografije .....	108
7.2.5	Formiranje Lüdersove linije .....	122
7.2.6	Propagacija Lüdersove linije .....	129
7.3	Mikrostruktorna ispitivanja.....	144
7.3.1	Ispitivanja početne mikrostrukture čelika.....	144
7.3.2	Ispitivanja mikrostrukture čelika s 0.048% niobija u trenutku nastajanja i propagacije Lüdersove linije .....	147
7.4	Matematički modeli kod pojave i propagacije Lüdersove linije.....	163
7.4.1	Matematički model za $\sigma$ kod formiranja Lüdersove linije .....	168
7.4.2	Matematički model za $\sigma$ kod propagacije Lüdersove linije.....	169
7.4.3	Matematički model za $\varepsilon_{max}$ kod formiranja Lüdersove linije .....	170
7.4.4	Matematički model za $\varepsilon_{max}$ i $\Delta T_{max}$ kod propagacije Lüdersove linije.....	172
8.	RASPRAVA REZULTATA ISPITIVANJA .....	178
8.1	Pojava Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranoga čelika .....	178
8.1.1	Utjecaj niobija na pojavu Lüdersove linije.....	178
8.1.2	Utjecaj početne mikrostrukture i stupnja precipitacije na pojavu Lüdersove linije .....	183
8.1.3	Utjecaj brzine deformacije na pojavu Lüdersove linije.....	190



8.2	Mehanizam formiranja Lüdersove linije.....	194
8.3	Mehanizam propagacije Lüdersove linije.....	202
8.3.1	Utjecaj brzine i stupnja deformacije na propagaciju Lüdersove linije .....	210
8.3.2	Utjecaj sadržaja niobija i početne mikrostrukture na propagaciju Lüdersove linije .....	221
8.4	Matematički modeli za opisivanje utjecajnih parametara na pojavu i propagaciju Lüdersove linije .....	224
9.	ZAKLJUČAK.....	228
10.	LITERATURA .....	231
	ŽIVOTOPIS.....	247
	BIOGRAPHY .....	248

## **PREDGOVOR**

Poznato je da se kod niobijem mikrolegiranoga čelika tijekom procesa deformacije javljaju nehomogene deformacije na početku plastičnog toka koje se smatraju Lüdersovim linijama. Pojava nehomogenih deformacija, odnosno Lüdersovih linija, utječe na površinsku hrapavost traka i limova tijekom provođenja tehnologije hladnog izvlačenja metala. Nehomogene deformacije utvrđene su na početku plastičnog toka u industriji tijekom hladnog izvlačenja niobijem mikrolegiranih cijevi. Promjene su primijećene na početku hladnog izvlačenja, dok su nakon konačnog izvlačenja neželjene promjene nestale.

Neželjene pojave Lüdersovih linija mogu značajno utjecati na konačnu kvalitetu površine gotovog proizvoda što predstavlja značajan problem u industriji. Iz tog se razloga danas provode široka i intenzivna istraživanja uzroka pojave i načina propagacije Lüdersovih linija da bi se moglo na ispravan način djelovati u svrhu eliminiranja ili ublažavanja posljedica navedenog fenomena koji se javlja kod različitih metalnih materijala.

Međutim, ne postoji jedinstveno pojašnjenje utjecaja pojedinih faktora i mikrostrukture tijekom formiranja i propagacije Lüdersovih linija na pojedina područja Lüdersove linije. Nepoznat je točan i detaljan mehanizam formiranja i propagiranja Lüdersovih linija kod niobijem mikrolegiranih čelika. Ovom doktorskom disertacijom provedeno je detaljno istraživanje mehanizma formiranja i propagacije Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranoga čelika uz određivanje utjecaja određenih faktora i mikrostrukture na njenu pojavu i propagaciju. Korištenjem suvremenih metoda istraživanja, termografije i digitalne korelacije slike uz poznatu metodu statičkog vlačnog ispitivanja te detaljnih mikrostrukturnih ispitivanja metalografijom, pretražnom elektronskom mikroskopijom, EBSD analizom, transmisijском elektronskom mikroskopijom te analizom rendgenskom difrakcijom moguće je dobiti jasne znanstvene spoznaje o pojavi, odnosno formiranju i propagaciji Lüdersovih linija kod niobijem mikrolegiranih čelika.

## SAŽETAK

Posljednjih godina provode se intenzivna istraživanja nehomogenih deformacija na početku plastičnog toka materijala tijekom hladne deformacije. Prethodna istraživanja pokazala su da postoji razlika u ponašanju mikrolegiranih čelika na početku plastičnog toka s obzirom da kod čelika s dodatkom mikrolegirajućega elementa niobija dolazi do pojave Lüdersovih linija, dok čelici istog osnovnog kemijskog sastava bez dodatka mikrolegirajućega elementa niobija ne pokazuju pojavu nehomogenih deformacija, odnosno pojavu Lüdersovih linija.

U ovoj doktorskoj disertaciji provedena su istraživanja na niobijem mikrolegiranom čeliku s različitim dodacima mikrolegirajućega elementa niobija dobivenima u industrijskim i poluindustrijskim uvjetima te niskougličnom čeliku bez dodatka mikrolegirajućega elementa niobija. Primjenom suvremenih metoda istraživanja termografije i digitalne korelacije slike, zapaženo je da su nehomogene deformacije povezane s pojavom Lüdersovih linija. Statičkim vlačnim ispitivanjem uz suvremene metode, termografiju i digitalnu korelaciju slike te metodama za mikrostrukturna ispitivanja, istražen je utjecaj mikrolegirajućega elementa niobija na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija. U svrhu mikrostrukturnih ispitivanja prije i nakon određenog stupnja deformacije korištene su metalografija, pretražna elektronska mikroskopija uz EBSD analizu, transmisijska elektronska mikroskopija te analiza rendgenskom difrakcijom.

Posebna pozornost u istraživanju posvećena je formiranju i propagaciji Lüdersovih linija na početku plastičnog toka niobijem mikrolegiranoga čelika tijekom hladne deformacije. U cilju utvrđivanja utjecaja mikrolegirajućega elementa niobija, početne mikrostrukture i brzine deformacije na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija te lokalne iznose deformacije provedena su ispitivanja na čelicima različitog kemijskog sastava, početne mikrostrukture i brzine deformacije. S obzirom da je kod niobijem mikrolegiranih čelika prethodnim istraživanjima uočena prisutnost sitnih, deformacijom induciranih, niobijevih precipitata ovim istraživanjem istražen je njihov utjecaj zajedno s dislokacijama na formiranje i propagaciju Lüdersove linije u različitim pozicijama zone deformacije kako bi se utvrdio njihov mehanizam nastajanja.

Istraživanja su pokazala da utjecajni faktori različitog sadržaja mikrolegirajućega elementa niobija, početna mikrostruktura i brzina deformacije imaju utjecaj na propagaciju Lüdersove linije. Međutim, brzina deformacije nema utjecaj na pojavu Lüdersove linije dok

dodatak mikrolegirajućega elementa niobija, početna mikrostruktura te veličina i sastav niobijevih precipitata imaju utjecaj na pojavu Lüdersove linije. Sitni, deformacijom inducirani, niobijevi precipitati i gustoća dislokacija pokazali su se kao parametri koji imaju značajan utjecaj na nastajanje i propagaciju Lüdersove linije. Detaljno je, po prvi puta, postavljen mehanizam formiranja i propagacije Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranoga čelika.

Na kraju su postavljeni jednostavni matematički modeli za opisivanje utjecajnih parametara na formiranje i propagaciju Lüdersove linije. Postavljenim matematičkim modelima moguće je predvidjeti ponašanje niobijem mikrolegiranoga čelika s obzirom na pojavu Lüdersove linije na početku plastičnog toka tijekom hladne deformacije.

## SUMMARY

Intensive research into inhomogeneous deformations at the start of the plastic flow in cold deformation of different metal materials has been carried out during the last few years. Previous research has clearly shown that there are differences in deformation behaviour of microalloyed steels at the start of the plastic flow. Lüders bands appear only in low carbon steels with addition of microalloying element niobium while low carbon steels with the same basic chemical composition without niobium do not show inhomogeneous deformations, i.e. Lüders bands.

This research was carried out on low carbon steels without niobium and niobium microalloyed steels with various additions of the microalloying element niobium obtained in industrial and semi-industrial conditions. Connection of Lüders bands with inhomogeneous deformations was observed using modern methods of thermography and digital image correlation. Influence of microalloying element niobium on Lüders bands formation and propagation was researched by static tensile tests with thermography and digital image correlation, and modern methods of microstructural testing. Metallography, scanning electron microscopy with EBSD analysis, transmission electron microscopy and X-ray diffraction analysis were used for the purpose of microstructural testing before and after a certain deformation degree.

In this research particular attention was given to the formation and propagation of Lüders bands at the start of the plastic flow of niobium microalloyed steels during cold deformation. Tests were conducted on steels with various chemical composition, initial microstructure and strain rate in order to determine the influence of the microalloying element niobium, the initial microstructure and strain rate on the appearance and propagation of Lüders bands as well as local strain amounts. Previous studies have shown a presence of fine deformation induced niobium precipitates in niobium microalloyed steels. This doctoral thesis presents a research of their influence along with dislocations on the formation and propagation of Lüders bands in various positions of the deformation zone to determine the mechanism of Lüders bands formation.

The research showed an influence of various contents of the microalloying element niobium, initial microstructure and strain rate on the propagation of the Lüders bands. However,

the strain rate do not have influence on the appearance of Lüders bands while the addition of the microalloying element niobium, initial microstructure, size and chemical composition of niobium precipitates have influence on the appearance of Lüders bands. Fine deformation induced niobium precipitates and dislocation density showed a significant impact on the formation and propagation of Lüders bands. The mechanism of formation and propagation of Lüders bands in niobium microalloyed steel is set out in detail for the first time.

Simple mathematical models for the parameters influencing the formation and propagation of Lüders bands were developed at the end of the doctoral thesis. Behaviour of niobium microalloyed steels with Lüders bands can be predicted by the defined mathematical models at the start of the plastic flow during the cold deformation.

**KLJUČNE RIJEČI:**

Lüdersove linije, niobijem mikrolegirani čelik, termografija, digitalna korelacija slike, mikrostruktura

**KEY WORDS:**

Lüders bands, niobium microalloyed steel, thermography, digital image correlation, microstructure

## POPIS SLIKA

Slika 2-1.	Promjena mikrostrukture kod termomehaničke obrade mikrolegiranoga čelika.....	7
Slika 2-2.	Ravnotežna temperatura otapanja niobijevih karbonitrida.....	8
Slika 2-3.	Deformacijom inducirani niobijevi precipitati.....	9
Slika 2-4.	Nastajanje granice subzrna: A) rekristalizirano zrno, B) deformirano zrno, C) granica subzrna.....	9
Slika 2-5.	Utjecaj sadržaja niobija i postupaka prerade čelika na granicu tečenja.....	11
Slika 3-1.	Ortogonalne linije klizanja.....	17
Slika 3-2.	Mreža linija klizanja.....	17
Slika 3-3.	Promjena kristalne rešetke: a) na početku plastične deformacije, b) daljnjom plastičnom deformacijom.....	20
Slika 3-4.	Jednoosno naprezanje.....	21
Slika 4-1.	Karakteristična Lüdersova linija kod mikrolegiranoga čelika prilikom statičkog vlačnog ispitivanja.....	25
Slika 4-2.	Propagacija Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranoga čelika.....	28
Slika 4-3.	Neravnomjerna raspodjela naprezanja na početku plastičnog toka kod niobijem mikrolegiranoga čelika.....	31
Slika 4-4.	Raspodjela i lokalizacija promjene temperature kod niskougličnog čelika dobivena termografijom.....	36
Slika 5-1.	Oblik ispitnog uzorka za statičko vlačno ispitivanje: plosnati ispitni uzorak.....	41
Slika 5-2.	Dijagram sila-produljenje ( $F-\Delta L$ ) za niskouglični konstrukcijski čelik.....	42
Slika 5-3.	Nehomogeno ponašanje na početku plastičnog toka materijala kod hladne deformacije karakteristično za niskouglične čelike.....	44
Slika 5-4.	Priprema ispitivanja metodom digitalne korelacije slike: a) označavanje područja interesa, mjernog polja ( <i>subseta</i> ) i veličine koraka ( <i>step-size</i> ) na ispitnom uzorku, b) označavanje mjernog polja ( <i>subseta</i> ) s markerima.....	47
Slika 5-5.	Interakcija snop elektrona-uzorak.....	51
Slika 5-6.	Aproksimacija polinoma na segmentu $x_0 \leq x \leq x_1$ .....	61



Slika 6-1.	Plan ispitivanja termografijom i digitalnom korelacijom slike čelika s 0%, 0.035%, 0.048% i 0.060% niobija dobivenih u industrijskim i poluindustrijskim uvjetima.....	65
Slika 6-2.	Plan mikrostrukturnih ispitivanja čelika s 0%, 0.035%, 0.048% i 0.060% niobija metodama OM, SEM, TEM, XRD i HV.....	66
Slika 6-3.	Ispitni uzorci za ispitivanje a) bez premaza i b) s nanesenim crnim mat premazom.....	69
Slika 6-4.	Sučelje programskog paketa IRBIS3 professional s mogućnostima ispitivanja linijske, točkaste analize i analize u određenom području.....	70
Slika 6-5.	Pripremljeni ispitni uzorak za ispitivanje digitalnom korelacijom slike s nasumično nanesenim markerima.....	72
Slika 6-6.	Sučelje programskog paketa MatchID 2D s mogućnostima ispitivanja linijske, točkaste analize i analize u određenom području.....	73
Slika 6-7.	Podršavanje parametara u programskom paketu MatchID 2D.....	74
Slika 6-8.	Raspored korištene opreme tijekom ispitivanja.....	75
Slika 6-9.	Pripremljeni uzorci za metalografska ispitivanja i ispitivanja na pretražnom elektronskom mikroskopu.....	76
Slika 6-10.	Optički mikroskop Olympus GX 71.....	76
Slika 6-11.	Pretražni elektronski mikroskop Tescan VEGA 5136 MM.....	77
Slika 6-12.	Priprema uzoraka za ispitivanje transmisijskim elektronskim mikroskopom: a) izrezivanje uzoraka okruglog presjeka na uređaju Agar Scientific Ltd., b) brušenje korištenjem specijalnog držača za uzorke i c) dobiveni izrezani uzorak okruglog presjeka.....	79
Slika 6-13.	a) Uređaj za elektropoliranje i b) Transparentna prozirna folija za promatranje na transmisijskom elektronskom mikroskopu.....	80
Slika 6-14.	Transmisijski elektronski mikroskop JEOL JEM-2000-FX.....	81
Slika 6-15.	Područje očitavanja eksperimentalnih vrijednosti za matematičko modeliranje.....	85
Slika 7-1.	Ovisnost sila-produljenje kod ispitnih uzoraka s 0% Nb o brzini deformacije...	86
Slika 7-2.	Ovisnost sila-produljenje kod ispitnih uzoraka s 0.035% Nb s pojavom Lüdersove linije o brzini deformacije.....	87

Slika 7-3.	Ovisnost sila-produljenje kod ispitnih uzoraka s 0.048% Nb s pojavom Lüdersove linije o brzini deformacije.....	87
Slika 7-4.	Ovisnost sila-produljenje kod ispitnih uzoraka s 0.060% Nb s pojavom Lüdersove linije o brzini deformacije.....	88
Slika 7-5.	Ovisnost sila-produljenje kod većom brzinom hlađenih ispitnih uzoraka s 0.035% Nb bez pojave Lüdersove linije o brzini deformacije.....	88
Slika 7-6.	Ovisnost sila-produljenje kod većom brzinom hlađenih ispitnih uzoraka s 0.060% Nb bez pojave Lüdersove linije o brzini deformacije.....	89
Slika 7-7.	Ponašanje čelika s 0% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom digitalne korelacije slike.....	90
Slika 7-8.	Ponašanje čelika s 0.035% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom digitalne korelacije slike.....	90
Slika 7-9.	Ponašanje čelika s 0.048% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom digitalne korelacije slike.....	90
Slika 7-10.	Ponašanje čelika s 0.060% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom digitalne korelacije slike.....	91
Slika 7-11.	Ponašanje većom brzinom hlađenih čelika s 0.035% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom digitalne korelacije slike.....	91
Slika 7-12.	Ponašanje većom brzinom hlađenih čelika s 0.060% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom digitalne korelacije slike.....	91
Slika 7-13.	Shematski prikaz točaka A-D kod ispitnog uzorka s pojavom Lüdersovih linija.....	92
Slika 7-14.	Određivanje iznosa ukupne deformacije u točkama A-D u području ispitivanja metodom digitalne korelacije slike.....	93
Slika 7-15.	Kvalitativni prikaz pojave Lüdersove linije metodom digitalne korelacije slike.....	93
Slika 7-16.	Područje kvantitativne analize promjene iznosa deformacije tijekom vremena.....	94
Slika 7-17.	Kvalitativni prikaz rezultata metodom digitalne korelacije slike čelika s 0% Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	94
Slika 7-18.	Kvalitativni prikaz rezultata metodom digitalne korelacije slike čelika s 0.035%	

	Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ od točke A do kraja propagacije Lüdersove linije.....	95
Slika 7-19.	Kvalitativni prikaz rezultata metodom digitalne korelacije slike čelika s 0.048% Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ od točke A do kraja propagacije Lüdersove linije.....	96
Slika 7-20.	Kvalitativni prikaz rezultata metodom digitalne korelacije slike čelika s 0.060% Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ od točke A do kraja propagacije Lüdersove linije.....	97
Slika 7-21.	Kvantitativna analiza promjene iznosa deformacije tijekom vremena kod čelika s 0% Nb metodom digitalne korelacije slike.....	98
Slika 7-22.	Kvantitativna analiza promjene iznosa deformacije tijekom vremena kod čelika s 0.035% Nb metodom digitalne korelacije slike.....	99
Slika 7-23.	Kvantitativna analiza promjene iznosa deformacije tijekom vremena kod čelika s 0.048% Nb metodom digitalne korelacije slike.....	100
Slika 7-24.	Kvantitativna analiza promjene iznosa deformacija tijekom vremena kod čelika s 0.060% Nb metodom digitalne korelacije slike.....	101
Slika 7-25.	Kvalitativni prikaz rezultata u točkama A-D metodom digitalne korelacije slike većom brzinom hlađenih čelika s 0.035% Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	102
Slika 7-26.	Kvalitativni prikaz rezultata u točkama A-D metodom digitalne korelacije slike većom brzinom hlađenih čelika s 0.060% Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	103
Slika 7-27.	Kvantitativna analiza promjene iznosa deformacija tijekom vremena većom brzinom hlađenih čelika s 0.035% Nb metodom digitalne korelacije slike.....	104
Slika 7-28.	Kvantitativna analiza promjene iznosa deformacija tijekom vremena većom brzinom hlađenih čelika s 0.060% Nb metodom digitalne korelacije slike.....	105
Slika 7-29.	Ponašanje čelika s 0% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom termografije.....	106
Slika 7-30.	Ponašanje čelika s 0.035% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom termografije.....	106
Slika 7-31.	Ponašanje čelika s 0.048% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno	

	metodom termografije.....	107
Slika 7-32.	Ponašanje čelika s 0.060% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom termografije.....	107
Slika 7-33.	Ponašanje većom brzinom hlađenih čelika s 0.035% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom termografije.....	107
Slika 7-34.	Ponašanje većom brzinom hlađenih čelika s 0.060% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom termografije.....	108
Slika 7-35.	Kvalitativni prikaz pojave Lüdersove linije metodom termografije.....	109
Slika 7-36.	Područje kvantitativne analize promjene maksimalne temperature tijekom vremena.....	110
Slika 7-37.	Kvalitativni prikaz rezultata metodom termografije čelika s 0% Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	110
Slika 7-38.	Kvalitativni prikaz rezultata metodom termografije čelika s 0.035% Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ od točke A do kraja propagacije Lüdersove linije.....	111
Slika 7-39.	Kvalitativni prikaz rezultata metodom termografije čelika s 0.048% Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ od točke A do kraja propagacije Lüdersove linije.....	112
Slika 7-40.	Kvalitativni prikaz rezultata metodom termografije čelika s 0.060% Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ od točke A do kraja propagacije Lüdersove linije.....	113
Slika 7-41.	Kvantitativna analiza promjene maksimalne temperature tijekom vremena kod čelika s 0% Nb metodom termografije.....	114
Slika 7-42.	Kvantitativna analiza promjene maksimalne temperature tijekom vremena kod čelika s 0.035% Nb metodom termografije.....	115
Slika 7-43.	Kvantitativna analiza promjene maksimalne temperature tijekom vremena kod čelika s 0.048% Nb metodom termografije.....	116
Slika 7-44.	Kvantitativna analiza promjene maksimalne temperature tijekom vremena kod čelika s 0.060% Nb metodom termografije.....	117
Slika 7-45.	Kvalitativni prikaz rezultata u točkama A-D metodom termografije većom brzinom hlađenih čelika s 0.035% Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i	

	$v_3$ .....	118
Slika 7-46.	Kvalitativni prikaz rezultata u točkama A-D metodom termografije većom brzinom hlađenih čelika s 0.060% Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	119
Slika 7-47.	Kvantitativna analiza promjene maksimalne temperature tijekom vremena većom brzinom hlađenih čelika s 0.035% Nb metodom termografije.....	120
Slika 7-48.	Kvantitativna analiza promjene maksimalne temperature tijekom vremena većom brzinom hlađenih čelika s 0.060% Nb metodom termografije.....	121
Slika 7-49.	Kvalitativna linijska analiza u smjeru formiranja Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb.....	122
Slika 7-50.	Kvantitativna linijska analiza kod niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb u trenucima prije početka formiranja te na sredini i kraju formiranja Lüdersove linije.....	123
Slika 7-51.	Linijska analiza tijekom različitih faza formiranja Lüdersove linije (točke 1 do 5) u području Lüdersove linije (pozicija 1) i ispred Lüdersove linije (pozicija 2) pri brzini deformacije $v_2$ metodama: a) termografije i b) digitalne korelacije slike.....	124
Slika 7-52.	Kvantitativna linijska analiza metodom termografije niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb tijekom formiranja Lüdersove linije (točke 1 do 5).....	125
Slika 7-53.	Kvantitativna linijska analiza metodom digitalne korelacije slike (DIC) niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb tijekom formiranja Lüdersove linije (točke 1 do 5).....	126
Slika 7-54.	Linijska analiza djelomičnog do potpunog formiranja Lüdersove linije (točke 1 do 3) u području pozicije 1, pozicije 2 i pozicije 3 pri brzini deformacije $v_2$ metodama: a) termografije i b) digitalne korelacije slike.....	127
Slika 7-55.	Kvantitativna linijska analiza niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb od djelomičnog do potpunog formiranja Lüdersove linije (točke 1 do 3) u području pozicije 1, pozicije 2 i pozicije 3 metodom termografije.....	128
Slika 7-56.	Kvantitativna linijska analiza niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb od djelomičnog do potpunog formiranja Lüdersove linije (točke 1 do 3) u području pozicije 1, pozicije 2 i pozicije 3 metodom digitalne korelacije slike (DIC)....	129

Slika 7-57.	Kvalitativna linijska analiza termografije i digitalne korelacije slike tijekom propagacije Lüdersove linije pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	130
Slika 7-58.	Kvantitativna linijska analiza termografije tijekom propagacije Lüdersove linije (LL) pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	131
Slika 7-59.	Kvantitativna linijska analiza digitalne korelacije slike (DIC) tijekom propagacije Lüdersove linije (LL) pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	132
Slika 7-60.	Određivanje pozicija 1-iza Lüdersove fronte, 2-na Lüdersovoj fronti i 3-ispred Lüdersove fronte za: a) termografiju i b) digitalnu korelaciju slike (DIC).....	133
Slika 7-61.	Kvalitativna analiza termografijom i digitalnom korelacijom slike pri brzinama deformacija $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ u pozicijama 1, 2 i 3 točaka A-C i kraja propagacije Lüdersove linije.....	134
Slika 7-62.	Ovisnost promjene temperature o brzini deformacije u točkama A-C u području: a) pozicije 1, b) pozicije 2 i c) pozicije 3 niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb.....	135
Slika 7-63.	Ovisnost promjene deformacije o brzini deformacije u točkama A-C u području: a) pozicije 1, b) pozicije 2 i c) pozicije 3 niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb.....	136
Slika 7-64.	Mjesto prolaska linijske analize kroz poziciju 1.....	137
Slika 7-65.	Kvantitativna linijska analiza termografije kroz poziciju 1 u točkama A-C i na kraju propagacije Lüdersove linije pri različitim brzinama deformacije kod čelika s 0.048% Nb.....	138
Slika 7-66.	Kvantitativna linijska analiza digitalne korelacije slike (DIC) kroz poziciju 1 u točkama A-C i na kraju propagacije Lüdersove linije pri različitim brzinama deformacije kod čelika s 0.048% Nb.....	139
Slika 7-67.	Linijska analiza po duljini ispitnog uzorka metodom termografije u pozicijama 1-5.....	140
Slika 7-68.	Linijska analiza po širini ispitnog uzorka metodom termografije na području iza Lüdersove fronte, na Lüdersovoj fronti, ispred Lüdersove fronte te neposredno ispred i iza Lüdersove fronte u pozicijama 1-5.....	140
Slika 7-69.	Linijska analiza po duljini ispitnog uzorka metodom digitalne korelacije slike u pozicijama 1-5.....	141

Slika 7-70.	Linijska analiza po širini ispitnog uzorka metodom digitalne korelacije slike na području iza Lüdersove fronte, na Lüdersovoj fronti, ispred Lüdersove fronte te neposredno ispred i iza Lüdersove fronte u pozicijama 1-5.....	141
Slika 7-71.	Kvantitativna linijska analiza po duljini ispitnog uzorka metodom termografije u pozicijama 1-5.....	142
Slika 7-72.	Kvantitativna linijska analiza po duljini ispitnog uzorka metodom digitalne korelacije slike (DIC) u pozicijama 1-5.....	142
Slika 7-73.	Kvantitativna linijska analiza po širini ispitnog uzorka metodom termografije na području iza Lüdersove fronte, na Lüdersovoj fronti, ispred Lüdersove fronte te neposredne blizine ispred i iza Lüdersove fronte u pozicijama 1-5.....	143
Slika 7-74.	Kvantitativna linijska analiza po širini ispitnog uzorka metodom digitalne korelacije slike (DIC) na području iza Lüdersove fronte, na Lüdersovoj fronti, ispred Lüdersove fronte te neposredne blizine ispred i iza Lüdersove fronte u pozicijama 1-5.....	143
Slika 7-75.	Metalografske snimke početne mikrostrukture čelika hlađenih brzinom 6 °C/s pri povećanju 200x s: a) 0.035% Nb, b) 0.048% Nb i c) 0.060% Nb.....	145
Slika 7-76.	Metalografske snimke početne mikrostrukture pri povećanju 200x čelika s: a) 0% Nb i čelika hlađenih brzinom 12.4 °C/s s: b) 0.035% Nb i c) 0.060% Nb.....	146
Slika 7-77.	Mjesta uzimanja uzoraka iz ispitnog uzorka u pozicijama 1, 2 i 3 za mikrostrukturna ispitivanja tijekom propagacije Lüdersove linije.....	147
Slika 7-78.	Metalografske snimke čelika s 0.048% Nb pri povećanju 200x: a) početna mikrostruktura, b) u poziciji 2 i c) poziciji 3.....	149
Slika 7-79.	Područje Lüdersove linije i ispred Lüdersove linije dobiveno pretražnom elektronskom mikroskopijom pri povećanju 25x.....	150
Slika 7-80.	SEM mikrografije čelika s 0.048% Nb: a) početna mikrostruktura, povećanje 2000x, b) pozicija 2, povećanja 1000x i 2000x.....	151
Slika 7-81.	Uzorak na Lüdersovoj fronti čelika s 0.048% Nb s označenim područjem za ispitivanje EBSD analizom.....	152
Slika 7-82.	EBSD analiza pri povećanju 250x u području: a) bez Lüdersove linije i b) na	

	Lüdersovoj fronti.....	152
Slika 7-83.	Pojava krupnijih zrna na Lüdersovoj fronti uz sitnija zrna neposredno u blizini Lüdersove fronte utvrđena pretražnim elektronskim mikroskopom pri povećanjima a) 500x i b) 1500x.....	153
Slika 7-84.	Krupnija zrna na Lüdersovoj fronti (plava zrna) i sitnija zrna u neposrednoj blizini Lüdersove fronte (zelena zrna) utvrđena EBSD analizom, povećanje 2000x.....	154
Slika 7-85.	Analizirano područje uzorka metodom rendgenske difrakcije tijekom propagacije Lüdersove linije.....	154
Slika 7-86.	Halder-Wagner dijagram za Gaussov profil difrakcijskih linija.....	156
Slika 7-87.	Mjerenje tvrdoće u područjima: pozicije 1 (iza Lüdersove fronte), pozicije 2 (Lüdersova fronta) i pozicije 3 (ispred Lüdersove fronte).....	157
Slika 7-88.	Mjesta uzimanja uzoraka za analizu transmisijском elektronskom mikroskopijom.....	158
Slika 7-89.	TEM mikrografije čelika s 0.048% Nb u poziciji 3 ispred Lüdersove fronte pri povećanjima 25 000x, 34 000x i 50 000x.....	159
Slika 7-90.	TEM mikrografije čelika s 0.048% Nb na Lüdersovoj fronti (pozicija 2) uz granicu zrna pri povećanjima 50 000x, 85 000x, 100 000x i 170 000x.....	160
Slika 7-91.	TEM mikrografije čelika s 0.048% Nb na Lüdersovoj fronti (pozicija 2) unutar zrna pri povećanjima 100 000x i 210 000x.....	161
Slika 7-92.	TEM mikrografije čelika s 0.048% Nb u poziciji 1 iza Lüdersove fronte pri povećanjima 21 000x, 50 000x i 100 000x.....	161
Slika 7-93.	TEM mikrografi prisutnih sitnih niobijevih precipitata i njihove interakcije s dislokacijama na Lüdersovoj fronti pri povećanjima 85 000x, 170 000x i 340 000x.....	162
Slika 8-1.	Usporedba pojave Lüdersove linije ovisnostima sila - produljenje kod čelika s različitim sadržajem Nb pri brzini deformacije $v_2$ .....	179
Slika 8-2.	Kvalitativna usporedba rezultata promjene temperature i deformacija čelika s 0%, 0.035% i 0.060% Nb pri brzini deformacije $v_2$ .....	181
Slika 8-3.	Kvantitativna analiza a) maksimalne promjene temperature i b) deformacije čelika bez i s dodatkom mikrolegirajućega elementa niobija pri brzini	



	deformacije $v_2$ .....	182
Slika 8-4.	Brzina hlađenja trake čelika s 0.035% Nb: A) Traka hlađena na zraku, B) traka hlađena u vodi.....	184
Slika 8-5.	Ovisnosti sila-produljenje čelika s 0.060% Nb bez pojave i s pojavom Lüdersove linije pri brzini deformacije $v_2$ .....	185
Slika 8-6.	Usporedba rezultata promjene temperature i deformacija te početne mikrostrukture niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.035% Nb s pojavom i bez pojave Lüdersove linije pri brzini deformacije $v_2$ .....	186
Slika 8-7.	Usporedba rezultata promjene temperature i deformacija te početne mikrostrukture niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.060% Nb s pojavom i bez pojave Lüdersove linije pri brzini deformacije $v_2$ .....	187
Slika 8-8.	Kvantitativna usporedba rezultata maksimalne promjene temperature čelika hlađenih brzinama 6 °C/s i 12.4 °C/s s 0.035% i 0.060% Nb pri brzini deformacije $v_2$ .....	189
Slika 8-9.	Kvantitativna usporedba rezultata deformacija čelika hlađenih brzinama 6 °C/s i 12.4 °C/s s 0.035% i 0.060% Nb pri brzini deformacije $v_2$ .....	189
Slika 8-10.	Usporedba Lüdersovih linija kod niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.060% Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ metodama termografije i digitalne korelacije slike.....	191
Slika 8-11.	Usporedba kvantitativnih rezultata maksimalne promjene temperature tijekom vremena kod čelika s 0.035% i 0% Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	192
Slika 8-12.	Usporedba kvantitativnih rezultata deformacije tijekom vremena kod čelika s 0.035% i 0% Nb pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	192
Slika 8-13.	Kvantitativna usporedba rezultata maksimalne promjene temperature čelika hlađenih brzinama 6 °C/s i 12.4 °C/s s 0.060% Nb pri tri brzine deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	193
Slika 8-14.	Kvantitativna usporedba rezultata deformacija čelika hlađenih brzinama 6 °C/s i 12.4 °C/s s 0.060% Nb pri tri brzine deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	194
Slika 8-15.	Mjesto formiranja Lüdersove linije niobijem mikrolegiranoga čelika.....	196
Slika 8-16.	Usporedba kvalitativnih i kvantitativnih rezultata termografije i digitalne korelacije slike s tvrdoćom tijekom formiranja Lüdersove linije.....	198

Slika 8-17.	Usporedba rezultata mikrostrukturnih ispitivanja s mjestom formiranja Lüdersove linije.....	199
Slika 8-18.	Kvalitativni rezultati dobiveni metodama termografije i digitalne korelacije slike u tri ispitivane pozicije zone deformacije tijekom različitih faza propagacije Lüdersove linije pri brzini deformacije $v_2$ .....	202
Slika 8-19.	Usporedba mikrostrukture i kvantitativnih rezultata termografijom i digitalnom korelacijom slike u području pozicije 1 (iza Lüdersove fronte), pozicije 2 (na Lüdersovoj fronti) i pozicije 3 (ispred Lüdersove fronte).....	204
Slika 8-20.	Usporedba rezultata termografije, digitalne korelacije slike, XRD redngenske difrakcije, EBSD analize i mikrostrukture u području pozicije 1 (iza Lüdersove fronte), pozicije 2 (na Lüdersovoj fronti) i pozicije 3 (ispred Lüdersove fronte).....	206
Slika 8-21.	Usporedba rezultata kvantitativne linijske analize promjene temperature tijekom propagacije Lüdersove linije (LL) pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ na početku, nakon 1.5 s i 2 s propagacije Lüdersove linije.....	211
Slika 8-22.	Usporedba rezultata kvantitativne linijske analize iznosa deformacija tijekom propagacije Lüdersove linije (LL) pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ na početku, nakon 1.5 s i 2 s propagacije Lüdersove linije.....	211
Slika 8-23.	Brzina propagacije Lüdersove linije kroz zonu deformacije pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ kod Nb čelika s 0.048% Nb.....	212
Slika 8-24.	Vrijeme propagacije Lüdersove linije kroz zonu deformacije pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ kod Nb čelika s 0.048% Nb.....	212
Slika 8-25.	Usporedba kvantitativnih rezultata promjena temperature u pozicijama 1, 2 i 3 pri različitim brzinama deformacija $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ kod stupnjeva deformacije (točke A-C).....	214
Slika 8-26.	Usporedba kvantitativnih rezultata promjene deformacija u pozicijama 1, 2 i 3 pri različitim brzinama deformacija $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ kod stupnjeva deformacije (točke A-C).....	214
Slika 8-27.	Ovisnost $\varepsilon_{max} - \Delta T_{max}$ u poziciji 1 pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	217
Slika 8-28.	Ovisnost $\varepsilon_{max} - \Delta T_{max}$ u poziciji 1 tijekom propagacije Lüdersove linije pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	217

Slika 8-29.	Usporedba kvalitativnih i kvantitativnih rezultata termografije i digitalne korelacije slike u trenutku kraja propagacije Lüdersove linije (LL) pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	218
Slika 8-30.	Usporedba rezultata kvalitativne analize promjene temperature i deformacija te početne mikrostrukture niobijem mikrolegiranih čelika s 0.035% Nb i 0.060% Nb pri brzini deformacije $v_2$ .....	222
Slika 8-31.	Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih matematičkim modelom za izlazni parametar $\sigma$ tijekom pojave, formiranja i propagacije Lüdersove linije pri brzini deformacije $v_2$ .....	225
Slika 8-32.	Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih matematičkim modelom za izlazni parametar $\varepsilon_{max}$ tijekom formiranja Lüdersove linije pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	226
Slika 8-33.	Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih matematičkim modelom za izlazni parametar $\varepsilon_{max}$ tijekom propagacije Lüdersove linije pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	226
Slika 8-34.	Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih matematičkim modelom za izlazni parametar $\Delta T_{max}$ tijekom propagacije Lüdersove linije pri brzinama deformacije $v_1$ , $v_2$ i $v_3$ .....	227

## POPIS TABLICA

Tablica 6-1.	Kemijski sastav ispitivanih čelika, mas%.....	67
Tablica 6-2.	Fizikalne vrijednosti ulaznih parametara tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije pri brzini deformacije $v_2$ kod određivanja izlaznog parametra $\sigma$ .....	84
Tablica 6-3.	Fizikalne vrijednosti ulaznih parametara tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije za izlazni parametar $\varepsilon_{max}$ .....	84
Tablica 6-4.	Fizikalne vrijednosti ulaznih parametara tijekom propagacije Lüdersove linije za izlazni parametar $\Delta T_{max}$ .....	85
Tablica 7-1.	Rezultati analize difrakcijskih podataka veličine kristalita nakon Rietveldovog utočnjavanja.....	155
Tablica 7-2.	Rezultati rendgenske difrakcije nelinearne deformacije bez i s Lüdersovom linijom Halder-Wagner metodom na Gaussovom profilu difrakcijske linije.....	156
Tablica 7-3.	Eksperimentalni rezultati ulaznih ( $\Delta T_{max}$ , $\varepsilon_{max}$ ) i izlaznog parametra $\sigma$ dobiveni očitavanjem rezultata tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije pri brzini deformacije $v_2$ .....	165
Tablica 7-4.	Eksperimentalni rezultati ulaznih ( $\Delta T_{max}$ , $\sigma$ , $v$ ) i izlaznog parametra $\varepsilon_{max}$ dobiveni očitavanjem rezultata tijekom formiranja Lüdersove linije.....	166
Tablica 7-5.	Eksperimentalni rezultati ulaznih ( $\Delta T_{max}$ , $\sigma$ , $v$ ) i izlaznog parametra $\varepsilon_{max}$ tijekom propagacije Lüdersove linije.....	167
Tablica 7-6.	Eksperimentalni rezultati ulaznih ( $\varepsilon_{max}$ , $\sigma$ , $v$ ) i izlaznog parametra $\Delta T_{max}$ dobiveni očitavanjem rezultata tijekom propagacije Lüdersove linije.....	168
Tablica 7-7.	Rezultati regresijske analize za $\sigma$ dobiveni pomoću Excela tijekom formiranja Lüdersove linije pri $v_2$ .....	169
Tablica 7-8.	Rezultati regresijske analize za $\sigma$ dobiveni pomoću Excela tijekom propagacije Lüdersove linije pri $v_2$ .....	170
Tablica 7-9.	Rezultati regresijske analize za $\varepsilon_{max}$ dobiveni pomoću Excela tijekom formiranja Lüdersove linije.....	171
Tablica 7-10.	Rezultati regresijske analize za $\varepsilon_{max}$ dobiveni pomoću Excela tijekom propagacije	

	Lüdersove linije.....	172
Tablica 7-11.	Rezultati regresijske analize za $\Delta T_{max}$ dobiveni pomoću Excela tijekom propagacije Lüdersove linije.....	173
Tablica 7-12.	Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih modelom za $\sigma$ tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije pri brzini deformacije $v_2$ .....	174
Tablica 7-13.	Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih modelom za $\varepsilon_{max}$ tijekom formiranja Lüdersove linije.....	175
Tablica 7-14.	Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih modelom za $\varepsilon_{max}$ i $\Delta T_{max}$ tijekom propagacije Lüdersove linije.....	176
Tablica 7-15.	Provjera matematičkog modela potvrdnim testom za $\sigma$ tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije pri brzini deformacije $v_2$ .....	177
Tablica 7-16.	Provjera matematičkog modela potvrdnim testom za $\varepsilon_{max}$ tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije te $\Delta T_{max}$ tijekom propagacije Lüdersove linije.....	177

## POPIS OZNAKA

### Grčke oznake:

Oznaka	Mjerna jedinica	Opis
$\alpha$	°	kut između pravca osi x i tangente T na liniju klizanja $\zeta$
$\alpha_{ab}$ i $\alpha_{cd}$	°	kutevi povrata tangenti na linije klizanja na dijelovima ab i cd
$\beta$	-	konstanta
$\beta_i$	-	teorijski koeficijenti modela regresije
$\beta_{iq}$	-	Taylor-Quinney koeficijent
$\varepsilon$	mm/mm	relativna deformacija
$\varepsilon_{max}$	mm/mm	maksimalna deformacija
$\varepsilon_1, \varepsilon_2$ i $\varepsilon_3$	mm/mm	glavne linijske deformacije
$d\varepsilon_p$	-	tenzor plastične deformacije
$\epsilon$	-	faktor emisivnosti tijela
$\eta$ i $\zeta$	-	ortogonalne linije klizanja koje prolaze kroz presjek nekog komada
$\lambda$	nm	valna duljina elektronskog snopa ili X zraka
$\nu$	-	Poissonov broj
$\rho$	kg/m <sup>3</sup>	gustoća materijala
$\rho_d$	dislokacija/m <sup>2</sup>	gustoća dislokacija
$\sigma$	MPa	naprezanje
$\sigma_\alpha$	MPa	naprezanje u kosom presjeku
$\sigma_B$	Js <sup>-1</sup> m <sup>-2</sup> K <sup>-4</sup>	Stephan-Boltzmannova konstanta za idealno crno tijelo, (5.670400 x 10 <sup>-8</sup> Js <sup>-1</sup> m <sup>-2</sup> K <sup>-4</sup> )
$\sigma_d$	MPa	dislokacijsko očvršćavanje
$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$	MPa	glavna normalna naprezanja
$\sigma_0$	MPa	naprezanje za svladavanje trenja kristalne rešetke
$\sigma_y$	MPa	granica naprezanja plastičnog tečenja
$\Delta\sigma$	MPa	povećanje granice razvlačenja
$\tau_\alpha$	MPa	maksimalno tangencijalno naprezanje kod jednoosnog

		napregnutog stanja u kosom presjeku potrebno za plastično tečenje materijala
$\tau_{max}$	MPa	maksimalno tangencijalno naprezanje
$\tau_{xz}$	MPa	tangencijalno naprezanje za pomicanje jednog reda atoma u kristalnoj rešetki
$\theta$	°	upadni kut elektrona na difrakcijsku liniju

**Latinske oznake:**

<b>Oznaka</b>	<b>Mjerna jedinica</b>	<b>Opis</b>
$A$	$m^2$	površina tijela koje se promatra termografskom kamerom
$A_0$	$mm^2$	površina po kojoj je izvršeno pomicanje atoma u kristalnoj rešetki
$a$	-	konstanta rešetke
$a_0$	mm	debljina plosnatog ispitnog uzorka
$b$	-	Burgersov faktor
$B$	rad	puna širina na polovici difrakcijskog maksimuma s korekcijom zbog instrumentalnog proširenja
$b_i, b_{ii}, b_{im}, b_{imk}$	-	realni regresijski koeficijenti
$b_0, b_1, b_2, b_3, b_{11}, b_{22}, b_{33}, b_{12}, b_{13}, b_{23}, b_{123}$	-	koeficijenti regresijskog modela
$b_0$	mm	širina plosnatog ispitnog uzorka
$C$	-	korekcijski faktor koji ovisi o obliku kristalita
$c_p$	kJ/kgK	specifični toplinski kapacitet
$D$	nm	veličina kristalita
$d$	$\mu m$	veličina zrna
$d_s$	nm	razmak između difrakcijskih ravnina
$E$	MPa	Youngov modul elastičnosti
$e$		energija potrebna za pomicanje atoma
$e_g$	nm	gornja granica deformacija
$e_i$	nm	deformacija kristalne rešetke u pojedinom smjeru
$F$	N	sila
$F_e$	N	sila tečenja
$F_{eH}$	N	sila tečenja kod gornje granice razvlačenja
$F_{eL}$	N	sila tečenja kod donje granice razvlačenja



$F_k$	N	konačna sila
$F_m$	N	maksimalna sila (kod statičkog vlačnog ispitivanja)
$F_t$	N	tangencijalna sila
$G$	GPa	modul smicanja
$k$	MPa	granica smičnog naprezanja
$k_f$	MPa	naprezanje plastičnog tečenja materijala
$k_y$	-	konstanta koja karakterizira utjecaj veličine zrna
$L$	nm	volumno usrednjena veličina kristalita
$L_0$	mm	početna mjerna duljina ispitnog uzorka
$L_t$	mm	ukupna duljina ispitnog uzorka
$\Delta L$	mm	produljenje ispitne ispitnog uzorka
$M$	-	konstanta
$m i n$	-	brojevi atoma u dva smjera
$n$	-	red refleksije elektrona (kod EBSD metode)
$R$	-	koeficijent višestruke regresije
$R^2$	-	koeficijent determinacije
$R_e$	MPa	granica razvlačenja
$R_{eH}$	MPa	gornja granica granica razvlačenja
$R_{eL}$	MPa	donja granica granica razvlačenja
$R_{eH(stv)}$	MPa	stvarna (teorijska) gornja granica proporcionalnosti
$R_{eH(oč)}$	MPa	gornja granica proporcionalnosti koja se očita mjerenjem
$R_{eL(stv)}$	MPa	stvarna (teorijska) donja granica proporcionalnosti
$R_{eL(oč)}$	MPa	donja granica proporcionalnosti koja očita mjerenjem
$R_m$	MPa	vlačna čvrstoća
$R_p$	MPa	granica proporcionalnosti ili naprezanje pri početku plastičnog toka materijala
$R_{p0.2}$	MPa	konvencionalna granica razvlačenja za trajnu deformaciju 0.2%
$S$	mm <sup>2</sup>	površina poprečnog presjeka
$S_0$	mm <sup>2</sup>	površina početnog presjeka ispitnog uzorka
$T$	K	temperatura
$\Delta T_{max}$	°C	promjena maksimalne temperature

$\nu_1, \nu_2, \nu_3$	$s^{-1}$	brzine deformacije (0.0018, 0.007, 0.0185)
$W$	Nm	ukupni deformacijski rad
$W_v$	Nm	deformacijski rad za promjenu volmena
$W_o$	Nm	deformacijski rad za promjenu oblika
$W_1$	Nm	ukupni deformacijski rad za jednoosno naprezanje u elastičnom području
$W_2$	Nm	ukupni deformacijski rad za dvoosno naprezanje u elastičnom području
$W_3$	Nm	ukupni deformacijski rad za troosno naprezanje u elastičnom području
$w_o$	J	ukupna energija zračenja realnog tijela
$w_{ct}$	J	ukupna energija zračenja idealno crnog tijela
$W_z$	$\text{kJ/m}^3\text{nm}$	toplinsko zračenje tijela
$U_i, W_i$	rad	parametri koji opisuju poluširinu difrakcijskih linija $i$ -te faze
$U_{std}, W_{std}$	rad	parametri koji opisuju poluširinu difrakcijskih linija standarda
$x_i$	-	nezavisno promjenjiva veličina
$y_i$	-	zavisno promjenjiva veličina
$Y_j^E$	-	vrijednosti eksperimentalnih rezultata
$Y_j^R$	-	izračunate vrijednosti iz dobivenog modela
$\bar{Y}^E$	-	aritmetička sredina svih eksperimentalnih rezultata

## POPIS KRATICA

<b>Kratika</b>	<b>Opis</b>
BF	Svijetlo polje kod transmisijske elektronske mikroskopije
DF	Tamno polje kod transmisijske elektronske mikroskopije
DIC	Digitalna korelacije slike (engl. <i>Digital image correlation</i> )
EBS	Elektronska difrakcija povratnim raspršenjem elektrona (engl. <i>Electron backscatter diffraction</i> )
EBSP	Patterni odbijenih elektrona (engl. <i>Electron backscatter pattern</i> )
EDS	Energetsko disperzijski spektrometar (engl. <i>Energy Dispersive Spectrometry</i> )
HV	Tvrdoća po Vickersu
IPF	Inverzne polarne slike (eng. <i>Inverse polar figure</i> )
LL	Lüdersove linije
NSSD	Normalizirana suma razlike kvadrata (engl. <i>Normalized Sum of Squared Differences</i> )
OM	Optička mikroskopija
SE	Sekundarni elektroni
SEM	Pretražna elektronska mikroskopija (engl. <i>Scanning electron microscope</i> )
TEM	Transmisijska elektronska mikroskopija (engl. <i>Transmission electron microscope</i> )
XRD	Rendgenska difrakcija (engl. <i>X-ray diffraction</i> )
ZNCC	Nulta normalizirana unakrsna korelacija (engl. <i>Zero-Normalized Cross-Correlation</i> )
ZNSSD	Nulta normalizirana suma razlike kvadrata (engl. <i>Zero-Normalized Sum of Squared Differences</i> )

## 1. UVOD

Niobijem mikrolegirani čelici istražuju se i proučavaju već dugi niz godina. S obzirom na njihova dobra mehanička svojstva, odnosno visoku čvrstoću uz istovremeno dobru žilavost i zavarljivost, pronašli su široku primjenu. Važno svojstvo niobijem mikrolegiranih čelika je njihova sposobnost deformiranja u hladnom stanju pri čemu je moguća proizvodnja kompleksnijih oblika uz smanjenje broja operacija. Dosadašnja istraživanja na niobijem mikrolegiranom čeliku pokazala su da karbidi, nitridi i karbonitridi imaju važnu ulogu s obzirom da se njihovim prisustvom u materijalu mogu mijenjati mehanička i tehnološka svojstva [1], [2], [3]. Poznato je da niobij pri nastajanju deformacijom induciranih precipitata karbida, nitrida i karbonitrida olakšava usitnjavanje zrna što rezultira konačnom sitnozrnatom mikrostrukturom [4], [5], [6]. Sitni niobijevi karbidi, nitridi i karbonitridi, odnosno precipitati, imaju vrlo bitan utjecaj na svojstva čelika tijekom procesa deformacije. Njihova veličina, raspored, sastav i međusobni razmak imaju značajan utjecaj na kretanje dislokacija kod deformacije. Poznato je da se precipitati pojavljuju u obliku gustosloženih karbonitridnih nizova [1] pri čemu dolazi do očvršćavanja materijala koje se javlja tijekom hladne deformacije niobijem mikrolegiranih čelika.

Tijekom hladne deformacije niobijem mikrolegirani čelici pokazuju pojavu fenomena koji ima značajan utjecaj na njihovo oblikovanje deformacijom. Nehomogene deformacije zapažene su na niobijem mikrolegiranim čelicima tijekom hladnog izvlačenja cijevi na početku plastičnog toka materijala. Budući da pojava nehomogenih deformacija na početku plastičnog toka može imati značajan utjecaj na kvalitetu površine vrlo je važno istražiti pojavu ovog fenomena. Pojava nehomogenih deformacija povezuje se s pojavom Lüdersove linije. Lüdersove linije javljaju se u obliku nehomogenih deformacija na početku plastičnog toka hladne deformacije [7] i danas su vrlo aktualna tema u svijetu. Ovo područje intenzivno se istražuje posljednjih godina [8], ali još uvijek nema dovoljno jednoznačnih zaključaka zašto dolazi do njihove pojave. Nehomogene deformacije tijekom hladne deformacije na početku plastičnog toka materijala kod nekih čelika i obojenih metala zapažene su prije dosta vremena, međutim, tada se nisu u potpunosti mogle pojasniti. Razvojem suvremenih metoda istraživanja, kao što su termografija i digitalna korelacija slike, ovi problemi su, uz istovremeno korištenje statičkog vlačnog ispitivanja, ponovo postali aktualni. Poznavanje utjecaja parametara deformacije,

kemijskog sastava i mikrostrukture na nastajanje i propagaciju Lüdersovih linija važno je kod pojašnjenja nastanka i propagacije Lüdersovih linija. Tako je, primjerice, kod niskougličnih čelika pojava Lüdersove linije uočena pri određenim uvjetima, ali ne uvijek [7]. Postoje mišljenja da brzina i stupanj deformacije imaju značajan utjecaj na pojavu Lüdersovih linija. Novija istraživanja [8] upućuju da mikrostruktura ima značajan utjecaj na Lüdersove linije. Promjene koje se događaju u mikrostrukтури na nanorazini, odnosno gustoća dislokacija i njihova interakcija s precipitatima tijekom pojave i propagacije Lüdersovih linija, predstavljaju veliki izazov kod tumačenja pojave i propagacije Lüdersovih linija kod niobijem mikrolegiranoga čelika.

## **1.1 Motivacija**

Planirana istraživanja usko su povezana s istraživanjima u projektu (HRZZ: IP-2016-06-1270; Istraživanja početka plastičnog toka metala kod hladne deformacije) i nastavak su istraživanja obranjene doktorske disertacije.

Nehomogene deformacije zapažene su ranije, ali se tada nisu mogle pojasniti. Razvojem tehnologije počele su se koristiti suvremene metode za istraživanje procesa deformacije. Suvremenim metodama termografije i digitalne korelacije slike moguće je pratiti promjene naprežanja i deformacije tijekom plastične deformacije. Korištenjem ovih metoda u svrhu proučavanja Lüdersovih linija danas je moguće istražiti njihovu pojavu i propagaciju. Metodom termografije može se jasno detektirati pojava plastične deformacije preko lokalizacije promjene temperature, odnosno naprežanja, u zoni deformacije [9]. Metoda digitalne korelacije slike omogućava detaljnu analizu iznosa deformacije u svakoj točki zone deformacije [10]. Ove metode imaju vrlo široku primjenu za identifikaciju i karakterizaciju Lüdersovih linija s obzirom na mogućnost određivanja promjene naprežanja i iznosa deformacija u bilo kojoj točki zone deformacije tijekom ispitivanja [11], [12]. Istraživanja ukazuju da je metodama termografije i digitalne korelacije slike moguće odrediti i pratiti formiranje i propagaciju Lüdersovih linija, morfologiju Lüdersovih linija, mehanizam rasta Lüdersovih linija tijekom njene propagacije te ispitivanje različitih područja Lüdersovih linija tijekom njenog formiranja i propagacije. Uz navedene metode, korištenjem suvremenih metoda za istraživanje mikrostrukturnih promjena, kao što su metode pretražne (SEM) i transmisijske elektronske mikroskopije (TEM), omogućen

je bolji uvid u procese koji se odvijaju u materijalu tijekom formiranja i propagacije Lüdersovih linija.

Pojava Lüdersovih linija istražuje se na različitim metalnim materijalima, uglavnom na niskougljičnim čelicima [13], legurama aluminija [14], TRIP čelicima [15], bakru [16] i legurama s prisjetljivošću oblika [17]. Ustanovljeno je da razlike u kemijskom sastavu i početnoj mikrostrukturi te razlike u uvjetima ispitivanja, kao što su različite brzine ispitivanja, različit oblik i dimenzije ispitnog uzorka, utječu na pojavu Lüdersovih linija. Postoje mišljenja da mikrostruktura ima utjecaj na ponašanje Lüdersovih linija [18], stoga se danas vrlo često koriste različite suvremene metode za istraživanje mikrostrukture kod pojave i propagacije Lüdersove linije kao što su optička mikroskopija te pretražna i transmisijska elektronska mikroskopija. Iz dosad provedenih istraživanja jasno je da ne postoji jednoznačno tumačenje utjecaja pojedinih faktora na nastajanje i propagaciju Lüdersovih linija. Pojava Lüdersovih linija predstavlja problem jer može utjecati na konačnu kvalitetu proizvoda. Kod čelika mikrolegiranih niobijem koji imaju značajnu prednost u odnosu na druge mikrolegirane čelike, jer se dodatkom samo 0.050% Nb mogu značajno poboljšati mehanička svojstva i time smanjiti težine konstrukcije, pojava Lüdersovih linija predstavlja problem. Iz tog razloga je vrlo važno, a i veliki izazov, istražiti procese nastajanja Lüdersovih linija kod niobijem mikrolegiranoga čelika.

## **1.2 Cilj i hipoteza istraživanja**

Cilj istraživanja: Cilj istraživanja je utvrditi utjecaj različitog udjela mikrolegirajućega elementa niobija u čeliku, brzine deformacije i početne mikrostrukture na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija te iznos Lüdersove deformacije.

Hipoteza istraživanja: Pretpostavljena je hipoteza istraživanja da veličina i sastav niobijevih precipitata te početna mikrostruktura i parametri deformacije utječu na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija.

## **1.3 Metodologija i plan istraživanja**

Ispitivanja su provedena paralelno statičkim vlačnim ispitivanjem, uz istovremeno mjerenje termografskom i digitalnom kamerom. Provedena su mjerenja pri različitim brzinama deformacije. Statička vlačna ispitivanja provedena su na kidalici EU 40mod - 400 kN.

Termografska mjerenja provedena su termografskom kamerom VarioCAM M82910, JENOPTIK. Metoda termografije u posljednje se vrijeme koristi za istraživanje procesa deformacije. Termografskom kamerom mjeri se disipacija energije tijekom plastične deformacije te se na osnovu izmjerenih vrijednosti energija dobiva slika koja prikazuje raspored temperatura po promatranom području zone deformacije. Pri samoj plastičnoj deformaciji dolazi do promjene temperature materijala realizacijom plastičnog rada te se iz toga razloga termografija pokazala kao pogodna metoda za istraživanje zone deformacije, prvenstveno istraživanja nehomogenih deformacija. Početak plastične deformacije, mjesta lokalizacije deformacije te promjene naprezanja u zadanim točkama zone deformacije određeni su provedenim istraživanjima. Rezultati dobiveni eksperimentalnim ispitivanjima metodom termografije analizirani su programskim paketom IRBIS 3 professional. Analizom snimljenih termograma utvrđene su promjene u naprezanjima tijekom procesa deformacije i raspodjela naprezanja u zoni deformacije. Ispitivanja digitalnom korelacijom slike provedena su mjerenjem digitalnim kamerama Panasonic HDC-SD9 i Blackfly S Color (FLIR). Posljednjih godina koristi se u istraživanjima procesa deformacije metoda digitalne korelacije slike (engl. DIC - *digital image correlation*). Mjerenja se provode digitalnom kamerom pri čemu se deformacija prati promjenom položaja nasumično nanesenih markera u zoni deformacije. Iz dobivenih slika prije i nakon proizvoljnog stupnja deformacije dobije se informacija o toku materijala tijekom deformacije. Ova metoda bazira se na digitalnoj korelaciji slike, odnosno na bazi matematičkih modela pomoću kojih je moguće odrediti iznose vrlo malih deformacija u cijeloj ili određenim segmentima zone deformacije. Rezultati dobiveni eksperimentalnim ispitivanjima digitalnom kamerom analizirani su programskim paketom MatchID 2D. Primjenom navedenih metoda velikom su točnošću određene promjene naprezanja i tok materijala u svakoj točki zone deformacije. Istražen je početak plastičnog toka materijala na čeliku koji ne sadrži mikrolegirajući element niobij, čelicima s različitim sadržajem niobija te različitim udjelom mikrostrukturnih faza.

Mikrostrukturnim ispitivanjima istražen je utjecaj mikrostrukture, veličine zrna, udjela faza i orijentacije kristalne rešetke na početak plastičnog toka materijala. Utvrđen je utjecaj različitog sadržaja mikrolegirajućega elementa niobija te veličina i raspored niobijevih precipitata na početak plastične deformacije. Mikrostrukturna ispitivanja provedena su prije i nakon određenog stupnja deformacije. Provedena su mjerenja na optičkom mikroskopu Olympus

GX 71 opremljenom digitalnom kamerom DP70 i pretražnim elektronskim mikroskopima (engl. SEM - *scanning electron microscope*) Tescan VEGA 5136 MM i FE-SEM JEOL, JSM 7000F. Ispitivanje je provedeno i metodom rendgenske difrakcije (engl. XRD - *X-ray diffraction*) na rendgenskom difrakcijskom uređaju Italstructures APD 2000, te na transmisijskom elektronskom mikroskopu (engl. TEM - *transmission electron microscope*) JEOL JEM-2000-FX. Uz pretražnu elektronsku mikroskopiju korištena je EBSD tehnika na pretražnom elektronskom mikroskopu JEOL JSM-7000F za mikrostrukturno-kristalografsku analizu koja se uobičajeno koristi za analizu orijentacije kristalne rešetke. Metodom rendgenske difrakcije određene su kvantitativne promjene u gustoći dislokacija preko izmjerene deformacije, a transmisijskom elektronskom mikroanalizom veličina i raspored niobijevih precipitata.

Posebna pozornost u istraživanju posvećena je nastajanju i propagaciji Lüdersovih linija kod početka plastičnog toka materijala. Korištenjem metoda termografije i digitalne korelacije slike određene su promjene naprezanja pri formiranju i propagaciji Lüdersovih linija kroz zonu deformacije te iznos lokalnih deformacija kod Lüdersovih linija. Primjenom transmisijskog i pretražnog elektronskog mikroskopa s EBSD detektorom procijenjeno je u kojoj mjeri orijentacija kristalne rešetke, deformacijom inducirani precipitati niobija različite veličine i rasporeda te gustoća dislokacija utječu na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija. Rezultati ovih istraživanja dali su jasne znanstvene spoznaje o nastajanju i propagaciji Lüdersovih linija. Metodom regresijske analize postavljeni su jednostavni matematički modeli koji opisuju utjecaj analiziranih parametara na pojavu, formiranje i propagaciju Lüdersovih linija.

#### **1.4 Znanstveni doprinos**

Očekivani znanstveni doprinos istraživanja je u utvrđivanju:

1. Mehanizma nastajanja i propagacije Lüdersovih linija,
2. Utjecaja niobijevih precipitata i početne mikrostrukture na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija,
3. Utjecaja parametara deformacije na početak plastičnog toka materijala tijekom hladne deformacije.



## 2. NIOBIJEM MIKROLEGIRANI ČELICI

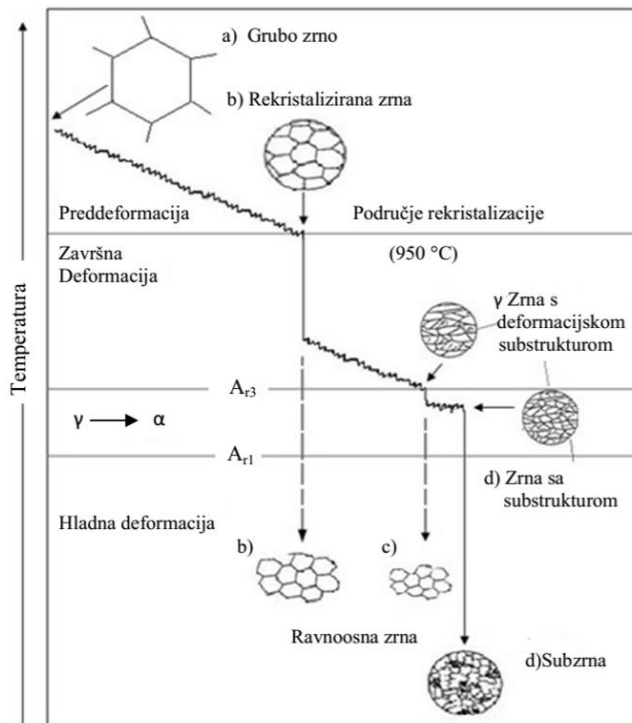
Još sedamdesetih godina prošloga stoljeća došlo je do naglog razvoja mikrolegiranih čelika. Danas u svijetu mikrolegirani čelici zauzimaju udio od 12% ukupne svjetske proizvodnje čelika. Mikrolegirani čelici su niskougljični konstrukcijski čelici s malim dodatkom mikrolegirajućih elemenata, niobija (0.03-0.06%), titana (do 0.06%) i vanadija (do 0.1%) ili njihovom kombinacijom [19], [20], [21]. Pri termomehaničkoj obradi tvore stabilne karbide, nitride i karbonitride koji imaju značajan utjecaj na mehanizme rekristalizacije i oporavka. Imaju znatno bolja mehanička svojstva u odnosu na čelike istog baznog sastava bez dodatka mikrolegirajućega elementa [21], [22], [23].

Čelici mikrolegirani niobijem su sitnozrnati feritno-perlitni čelici koji imaju vrlo dobra mehanička svojstva u prvom redu veću čvrstoću čelika uz istovremenu dobru žilavost i zavarljivost [24]. Pravilnim izborom kemijskog sastava, u prvom redu sadržaja niobija, i parametara termomehaničke obrade moguće je postići dobra mehanička svojstva čelika. Kod izbora parametara termomehaničke obrade posebna se pozornost posvećuje temperaturi, stupnju deformacije, brzini deformacije i brzini hlađenja valjanog proizvoda. Različitim kombinacijama termomehaničke obrade može se postići sitno zrno, granica tečenja 400-500 MPa, vlačna čvrstoća 500-600 MPa te žilavost 100-200 Jcm<sup>-2</sup> [21], [25], [26].

Zbog dobrih mehaničkih svojstava čelici mikrolegirani niobijem našli su primjenu u automobilskoj industriji, brodogradnji, kotlogradnji, izgradnji građevinskih konstrukcija te izradi konstrukcija koje se eksploatiraju pri niskim temperaturama i povišenom tlaku.

### 2.1 Termomehanička obrada niobijem mikrolegiranoga čelika

Termomehanička obrada je proces tople deformacije (valjanja) kod kojega se izbor parametara temperature, deformacije i brzine provodi na osnovi poznavanja međutjecaja precipitacije, rekristalizacije i oporavka, slika 2-1, [27], [28], [29]. Postupak termomehaničke obrade započinje zagrijavanjem i austenitizacijom, zatim slijedi preddeformacija i završna deformacija te na kraju hlađenje trake [1], [30].

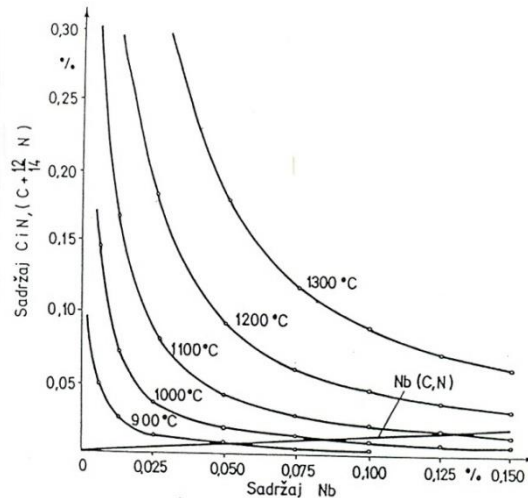


Slika 2-1. Promjena mikrostrukture kod termomehaničke obrade mikrolegiranoga čelika [1], [31].

U prvoj fazi termomehaničke obrade kod zagrijavanja čelika, slika 2-1, važno je odrediti temperaturu austenitizacije [27], [32]. Temperatura austenitizacije mora biti dovoljno visoka da se osigura potpuna topivost niobijevih spojeva. Približni iznosi temperature su 1200 do 1250°C [1], [4], [33]. Ona se može odrediti preko izraza (2-1) ili iz ravnotežnog dijagrama otapanja niobijevih spojeva, slika 2-2, [34], [35].

$$\log[(\%Nb)(C + \frac{12}{14}N)] = \frac{-6770}{T} + 2.26 \quad (2-1)$$

Temperatura austenitizacije mora osigurati potpunu topljivost mikrolegirajućega elementa da bi u završnoj fazi termomehaničke obrade na raspolaganju bio cjelokupni potencijal za precipitaciju [36]. Drugi uvjet je da temperatura austenitizacije mora biti dovoljno visoka da bi se deformacija pri zadnjoj provlaci u završnoj fazi termomehaničke obrade provela prije  $\gamma \rightarrow \alpha$  transformacije [37], [38].

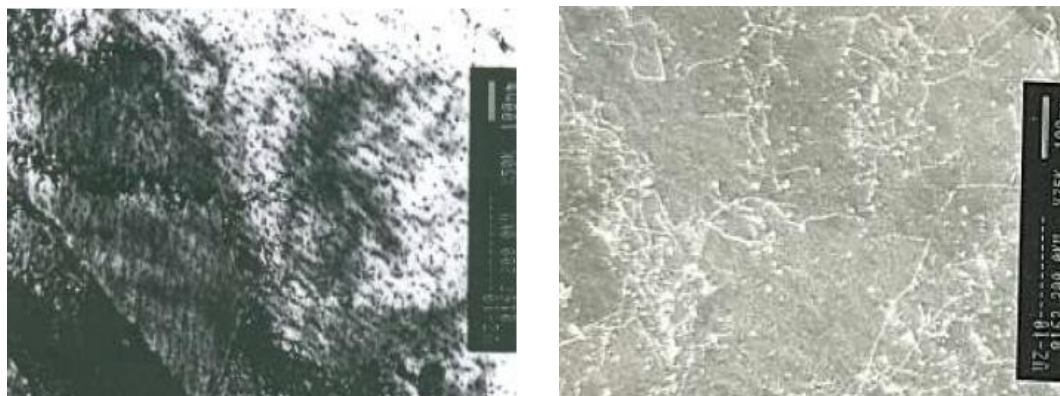


Slika 2-2. Ravnotežna temperatura otapanja niobijevih karbonitrida [35].

S druge strane, mora se voditi računa o vremenu zagrijavanja čelika. Ukoliko je temperatura visoka, viša od 1200°C, i ako faza austenitizacije čelika traje dovoljno dugo, moguće je da će doći do heterogenog porasta austenitnog zrna, što rezultira lošim mehaničkim svojstvima [1], [38].

Preddeformacija se provodi na visokim temperaturama (iznad 1000 °C), slika 2-1, u više prolaza s visokim stupnjem redukcije [35], [38]. U ovoj fazi odvija se potpuna dinamička i statička rekristalizacija i oporavak [38]. Postiže se homogenizacija lijevane strukture i određeni stupanj usitnjenja zrna [1], [32].

Završna deformacija odvija se na temperaturama ispod 1000°C, slika 2-1, [38], [39] i mora završiti prije fazne transformacije. Kod termomehaničke obrade niobijem mikrolegiranoga čelika ovo je najvažnija faza. U ovoj fazi dolazi do precipitacije niobija [32], [35]. Niobij se izlučuje u obliku niobijevih nitrida, karbonitrida i karbida koji su veličine oko 10 nm [40]. Prvi se izlučuju niobijevi nitridi [32], a nakon toga počinje intenzivna deformacijom inducirana precipitacija. Niobijevi karbidi i karbonitridi izlučuju se u obliku gusto složenih nizova sitnih precipitata u zrnju, slika 2-3 a. Oni čine snažnu prepreku kretanju dislokacija. Istovremeno je rastojanje između precipitata malo i dislokacija ne može, prema Orowanovom mehanizmu, zaobići precipitat i nastaviti kretanje.

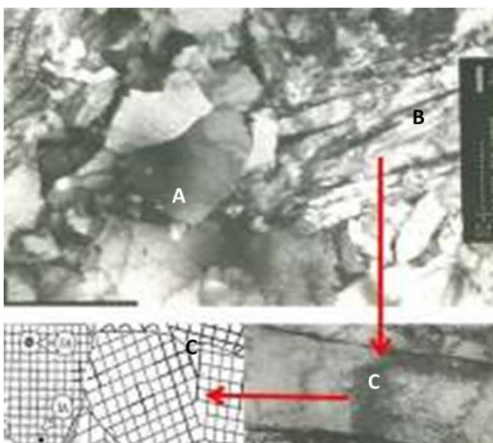


a)

b)

Slika 2-3. Deformacijom inducirani niobijevi precipitati [7].

Ukoliko se provede termomehanička obrada kod koje se izluče niobijevi precipitati veći od 20 nm, tada se dislokacije na njima ne zaustavljaju [39]. Njihovo kretanje kroz kristalnu rešetku odvija se sukladno Orowanovom mehanizmu stvaranjem dislokacijskih petlji. Tijekom deformacije dislokacije ne mogu savladati nizove gusto složenih precipitata. Iz toga razloga nagomilavaju se na nizove, slika 2-3 b, i čine granice subzrna u izduženom austenitnom zrnu, slika 2-4.



Slika 2-4. Nastajanje granice subzrna: A) rekristalizirano zrno, B) deformirano zrno, C) granica subzrna [40].

Povećanje gustoće dislokacija nakupljanjem na precipitatima rezultira povećanjem čvrstoće čelika s obzirom na daljnje teže kretanje dislokacija i nastajanje novih dislokacija [32]. Odnos između gustoće dislokacija i očvršćavanja može se opisati izrazom (2-2) [41]:

$$\sigma_d = \beta G b (\rho_d)^{\frac{1}{2}} \quad (2-2)$$

gdje je:  $\sigma_d$  - dislokacijsko očvršćavanje,

$\beta$  - a konstanta,

$b$  - Burgersov vektor,

$G$  - modul smicanja,

$\rho_d$  - gustoća dislokacija.

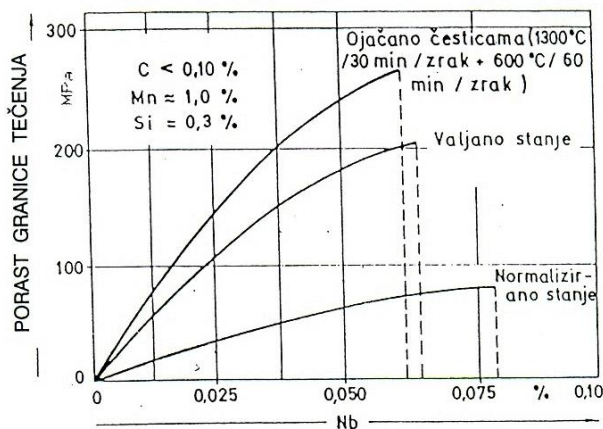
Daljnjom deformacijom rekristalizirano zrno se usitnjava. Precipitati po granicama zrna sprečavaju rast zrna [32]. Najprije su spriječene dinamička rekristalizacija i oporavak, a kako se povećava stupanj precipitacije, izostaju statička rekristalizacija i oporavak.

Na kraju završne deformacije nije moguća niti statička niti dinamička rekristalizacija. Prisutna je velika gustoća dislokacija koje su u interakciji sa sitnim precipitatima. U završnoj fazi termomehaničke obrade stupanj izlučivanja niobijevih precipitata intezivno raste [32]. Zbog velike gustoće dislokacija i velike gustoće sitnih precipitata izlučenih u obliku gustosloženih nizova, unutar jednog zrna postoji velika distorzija kristalne rešetke [32]. Unutar jednog austenitnog zrna postoji više subzrna. Faznom  $\gamma \rightarrow \alpha$  transformacijom, slika 2-1, ovakva mikrostruktura rezultira sitnim feritno-perlitnim zrnom [1], [32].

U fazi hlađenja nastavlja se precipitacija. Stupanj precipitacije je znatno niži. Što je brzina hlađenja veća, to će biti manji stupanj precipitacije. Ovisno o brzini hlađenja dobije se konačna feritno-perlitna mikrostruktura [32].

## 2.2 Svojstva čelika

Sitnozrnata mikrostruktura kojom se odlikuju niobijem mikrolegirani čelici ima najveći utjecaj na postizanje mehaničkih svojstava čelika [42]. Postiže se kombinacijom kemijskog sastava i parametara termomehaničke obrade [1], slika 2-5. Ovi čelici imaju znatno veću čvrstoću od čelika istog baznog sastava koji nisu mikrolegirani niobijem. Različitim varijantama termomehaničke obrade može se postići vrlo sitno zrno, do  $N_{\circ}$  13 po ASTM-u, granica tečenja 400-500 MPa, vlačna čvrstoća 500-600 MPa i žilavost 100-200 Jcm<sup>-2</sup> [35], [42].



Slika 2-5. Utjecaj sadržaja niobija i postupaka prerade čelika na granicu tečenja [22], [43].

Najvažniji mehanizam očvršćavanja mikrolegiranoga čelika je usitnjenje zrna koje poboljšava čvrstoću čelika stoga je tendencija u proizvodnji mikrolegiranih čelika da udio usitnjenja zrna bude što veći. Hall-Petch su dali relaciju (2-3) za granicu razvlačenja koja je ovisna o drugom korijenu recipročne vrijednosti veličine zrna [44], [45]:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y \cdot d^{-\frac{1}{2}} \quad (2-3)$$

gdje je:  $\sigma_y$  - granica naprezanja plastičnog tečenja,

$\sigma_0$  - naprezanje za svladavanje trenja kristalne rešetke,

$k_y$  - konstanta koja karakterizira utjecaj veličine zrna,

$d$  - veličina zrna.

Povećanje očvršćavanja ovisi o broju, veličini i raspodjeli vrlo sitnih deformacijom induciranih precipitata u obliku niobijevih karbida, nitrida i karbonitruda koji nastaju tijekom termomehaničke obrade čelika [4], [46]. Uz dobra mehanička svojstva niobijem mikrolegirani čelici imaju dobru sposobnost deformiranja u hladnom stanju. Za ocjenu zavarljivosti nekog čelika primaran je ekvivalent ugljika ( $C_e$ ). Kod mikrolegiranih čelika, a zbog značajnog smanjenja sadržaja ugljika, ekvivalent ugljika je sveden na vrijednost znatno ispod kritične. To znači da ovi čelici imaju malu sklonost prema stvaranju pukotina i neznatnom transformacijskom očvršćavanju pod utjecajem topline u zoni zagrijavanja. Kod zavarivanja niobijem mikrolegiranoga čelika mora se voditi računa o zoni utjecaja topline u kojoj može doći do difuzije atoma niobija, a time i do promjena kvalitete zavarenog spoja [42].

### 3. HLADNA DEFORMACIJA

#### 3.1 Početak plastičnog toka materijala

Teorija plastičnosti proučava ponašanje metalnih materijala pri naprezanjima koja se javljaju kao posljedica djelovanja sila. Djelovanjem sile na metalno tijelo može doći do plastične i elastične deformacije. U Hookeovom području, do granice proporcionalnosti ( $R_p$ ), odvija se elastična deformacija, a daljnjim djelovanjem sile iznad granice proporcionalnosti odvija se plastična deformacija [46], [47]. Prema teoriji oblikovanja deformiranjem, do plastične deformacije će doći onda kada tangencijalna naprezanja po kliznim ravninama dostignu određenu vrijednost kojom će moći svladati unutarnji otpor deformaciji na kliznim ravninama ili po granicama kristalnih zrna. S obzirom da kod svakog napregnutog stanja ne dolazi do deformacije potrebno je zadovoljiti sljedeći uvjet  $\sigma_1 > \sigma_2 > \sigma_3$ . U slučaju troosnog napregnutog stanja, kada su sva tri glavna naprezanja jednaka, ne dolazi do deformacije, odnosno tečenja materijala, s obzirom da su tangencijalna naprezanja u tom slučaju jednaka nuli [48].

Uvjet tečenja treba biti zadovoljen da bi započela plastična deformacija što ovisi o stanju naprezanja [47].

Početak plastičnog tečenja materijala kod jednoosnog stanja naprezanja započinje kada naprezanje dostigne kritičnu veličinu naprezanja plastičnog tečenja. Označava se s  $k_f$  i može se odrediti prema sljedećoj jednadžbi tečenja:

$$\sigma = \sigma_1 = \left| \frac{F}{S} \right| = k_f \quad (3-1)$$

gdje je:  $k_f$  - naprezanje plastičnog tečenja materijala.

Višeosno stanje naprezanja ne uzima u obzir za početak tečenja materijala samo jedno naprezanje već kombinaciju svih naprezanja. Postoji ih više, a dva su predložena uvjeta tečenja koji su dobro potvrđeni pokusima pri čemu oba sadržavaju uvjet tečenja za jednoosni slučaj naprezanja na vlak i tlak (3-1) [49]:

1. teorija smičnih naprezanja (Tresca, Mohr)
2. teorija energije promjene oblika (von Mises, Hencky)

Teorija smičnih naprezanja kaže da materijal postigne trajnu (plastičnu) deformaciju na nekom mjestu, ako u tom trenutku na tome mjestu djeluje maksimalno tangencijalno naprezanje. Pri tome uvjet tečenja glasi:

$$|\tau_{max}| = k \quad (3-2)$$

gdje je:  $k$  - granica smičnog naprezanja,

$\tau_{max}$  - maksimalno tangencijalno naprezanje.

U slučaju kada na ravninu djeluju najveće naprezanje,  $\sigma_1$  i najmanje naprezanje,  $\sigma_3$ , stanje naprezanja može se prikazati Mohrovom kružnicom. Promjer Mohrove kružnice predstavlja razliku najvećeg i najmanjeg glavnog naprezanja, a  $k$  je polumjer Mohrove kružnice kojim se predstavlja stanje naprezanja materijala koji se podvrgava trajnoj plastičnoj deformaciji:

$$\tau_{max} = \frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2} = k \quad (3-3)$$

$$\sigma_1 - \sigma_3 = 2k \quad (3-4)$$

gdje su:  $\sigma_1$  i  $\sigma_3$  - glavna normalna naprezanja.

Uvjet tečenja na osnovu teorije smičnih naprezanja za jednoosni vlačni pokus kada vrijedi  $\sigma_2 = \sigma_3 = 0$  je sljedeći:

$$\sigma_1 = 2k \quad (3-5)$$

Kada se izjednače jednadžbe (3-1) i (3-5), dobije se sljedeća jednadžba:

$$2k = k_f \quad (3-6)$$

iz koje se se dobije:

$$k = \frac{k_f}{2} \quad (3-7)$$

Po teoriji smičnih naprezanja kod jednoosnog linijskog napregnutog stanja dolazi kada glavno normalno naprezanje dostigne stvarno naprezanje granice razvlačenja, odnosno kada smično naprezanje dostigne kritičnu, maksimalnu vrijednost. Kritična maksimalna vrijednost



smičnog naprezanja jednaka je polovici veličine naprezanja početka plastičnog tečenja materijala [48].

Izjednačavanjem jednažbi (3-4) i (3-6) dobiva se uvjet tečenja materijala teorijom smičnih naprezanja:

$$\sigma_1 - \sigma_3 = k_f \quad (3-8)$$

Teorija smičnih naprezanja ne uzima obzir sva naprezanja tijekom procjene stanja naprezanja koje dovodi do tečenja materijala. Troosno napregnuto stanje izjednačuje se s dvoosnim napregnutim stanjem, a troosna deformacija izjednačava se s dvoosnom deformacijom pri čemu se zanemaruje utjecaj srednjeg glavnog normalnog naprezanja,  $\sigma_2$  [47], [48].

Za razliku od teorije smičnih naprezanja, teorija energije promjene oblika von Misesa i ostalih uzima u obzir sva naprezanja. Ukupni rad koji se troši na promjenu volumena i oblika može se prikazati jednažbom:

$$W = W_v + W_o \quad (3-9)$$

gdje je:  $W$  - ukupni rad deformacije,

$W_v$  - deformacijski rad za promjenu volmena,

$W_o$  - deformacijski rad za promjenu oblika.

Za jednoosno, dvoosno i troosno naprezanje u elastičnom području ukupni rad deformacije računa se prema sljedećim jednažbama:

$$\begin{aligned} W_1 &= \frac{\sigma_1 \cdot \varepsilon_1}{2} \\ W_2 &= \frac{\sigma_1 \cdot \varepsilon_1}{2} + \frac{\sigma_2 \cdot \varepsilon_2}{2} \\ W_3 &= \frac{\sigma_1 \cdot \varepsilon_1}{2} + \frac{\sigma_2 \cdot \varepsilon_2}{2} + \frac{\sigma_3 \cdot \varepsilon_3}{2} \end{aligned} \quad (3-10)$$

gdje su:  $W_1$ ,  $W_2$  i  $W_3$  - ukupni rad deformacije za jednoosno, dvoosno i troosno naprezanje u elastičnom području,

$\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_2$  i  $\varepsilon_3$  - glavne linijske deformacije.

Pomoću Hookeovog zakona postavljaju se sljedeći izrazi:

$$\begin{aligned}
\varepsilon_1 &= \frac{1}{E} [\sigma_1 - \nu(\sigma_2 + \sigma_3)] \\
\varepsilon_2 &= \frac{1}{E} [\sigma_2 - \nu(\sigma_3 + \sigma_1)] \\
\varepsilon_3 &= \frac{1}{E} [\sigma_3 - \nu(\sigma_1 + \sigma_2)]
\end{aligned} \tag{3-11}$$

gdje je:  $E$  - Youngov modul elastičnosti,

$\nu$  - Poissonov broj.

Ubacivanjem jednadžbi (3-11) u jednadžbe (3-10) i nakon njihovog sređivanja dobiva se sljedeći izraz za ukupni rad deformacije:

$$W = \frac{1}{2E} [\sigma_1^2 + \sigma_2^2 + \sigma_3^2 - 2\nu(\sigma_1 \cdot \sigma_2 + \sigma_2 \cdot \sigma_3 + \sigma_3 \cdot \sigma_1)] \tag{3-12}$$

a za rad promjene volumena uzima se sljedeća jednadžba nakon sređivanja:

$$W_v = \frac{1-2\nu}{6E} (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)^2, \text{ odnosno} \tag{3-13}$$

$$W_v = \frac{1-2\nu}{6E} (\sigma_1^2 + \sigma_2^2 + \sigma_3^2 + 2\sigma_1 \cdot \sigma_2 + 2\sigma_2 \cdot \sigma_3 + 2\sigma_3 \cdot \sigma_1)$$

Prema izrazu (3-9) proizlazi sljedeći izraz za rad deformacije potreban za promjenu oblika:

$$W_o = W - W_v \tag{3-14}$$

Stavljenjem izraza (3-12) i (3-13) u izraz (3-14) dobiva se sljedeći oblik jednadžbe rada deformacije potreban za promjenu oblika:

$$W_o = \frac{1+\nu}{6E} [(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2] \tag{3-15}$$

Kod jednoosnog napregnutog stanja kada je  $\sigma_2 = \sigma_3 = 0$  dobije se sljedeći izraz:

$$W_{o1} = \frac{1+\nu}{6E} \cdot 2\sigma_1^2 \tag{3-16}$$

S obzirom da je  $W_{oI} = W_o$  dobiva se jednadžba:

$$2\sigma_1^2 = (\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2 \tag{3-17}$$

Ako je  $\sigma_1 = k_f$  onda za uvjet tečenja na jednoosno naprezanje slijedi:

$$2k_f^2 = (\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2 \quad (3-18)$$

$$k_f = \sqrt{\frac{1}{2}[(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2]}$$

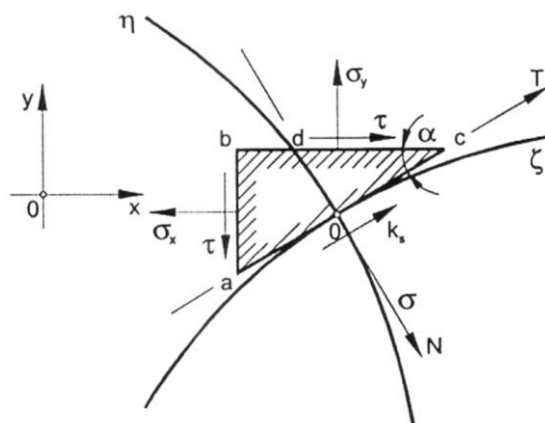
Materijal počinje teći pod utjecajem djelujućih naprezanja pri čemu deformacija nije određena kao u elastičnom području, već može nastupiti različito naprezanje kod iste deformacije i obrnuto. Iz toga proizlazi:

1. Naprezanje treba dostići granicu naprezanja tečenja kako bi materijal mogao u određenoj točki plastično teći.
2. Brzina deformacije u određenim smjerovima, odnosno proces tečenja, ovisan je o vrsti stanja naprezanja.
3. Naprezanje se ne može odrediti pomoću deformacija [47].

### 3.2 Nastajanje Lüdersovih linija tijekom hladne deformacije

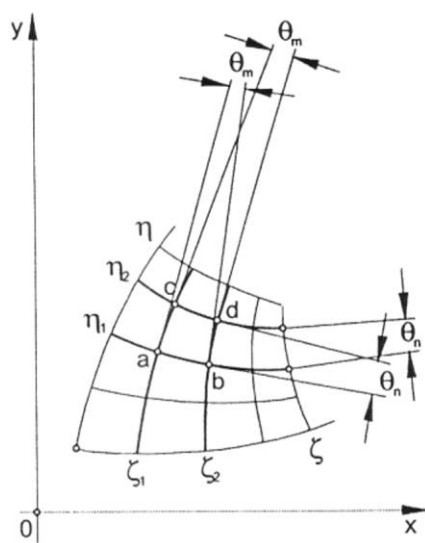
Davne 1854. godine znanstvenici su počeli istraživati pojave linije klizanja koje su se javljale na početku plastičnog toka materijala tijekom ispitivanja. Linije klizanja nazvane su Lüdersove linije po istraživaču koji ih je prvi zapazio i opisao. Kod nekih materijala opterećenih na vlak (istezanje) zapažale su se linije klizanja koje su se međusobno sjekle pod pravim kutom, a bile su nagnute pod kutom od  $45^\circ$  prema osi ispitnog uzorka [48], [50].

Prema osnovnim teorijama linija klizanja u svakoj točki presjeka tijela koje je u plastično napregnutom stanju, nalaze se dva međusobno okomita pravca uzduž kojih tangencijalna naprezanja imaju maksimalnu vrijednost,  $k_s$ . Pri tome se dobiva ortogonalna mreža polazeći od točke do točke. Ortogonalna mreža sastoji se od dva sistema linija (trajektorije maksimalnih tangencijalnih naprezanja) na kojima se tangente podudaraju s pravcima najvećih tangencijalnih naprezanja. Ove linije nazivaju se linijama klizanja [48], [50]. Ako dvije ortogonalne linije klizanja  $\eta$  i  $\zeta$  prolaze kroz presjek nekog komada, kroz točku O, koji je izložen deformaciji, može se izdvojiti elementarni trokut abc. Hipotenuza trokuta podudara se s tangentom na liniji klizanja  $\zeta$  gdje je  $\alpha$  kut između pravca osi  $x$  i tangente  $T$  na liniju klizanja  $\zeta$ , slika 3-1.



Slika 3-1. Ortogonalne linije klizanja [48], [50].

Ako se promatra mreža linija klizanja, može se vidjeti da posjeduje niz svojstava koja omogućavaju da se postave linije klizanja u konkretnim slučajevima. Mreže linija klizanja odgovaraju diferencijalnim jednadžbama ravnoteže i uvjetima plastičnosti, slika 3-2.



Slika 3-2. Mreža linija klizanja [50].

Iz Henckeyevih integrala dobivaju se sljedeći izrazi:

$$\alpha_{b\xi} - \alpha_{a\xi} = \alpha_{d\xi} - \alpha_{c\xi} \text{ ili } \alpha_{ab} = \alpha_{cd} \quad (3-19)$$

gdje su:  $\alpha_{ab}$  i  $\alpha_{cd}$  - kutovi povrata tangenti na linije klizanja na dijelovima ab i cd.

Važno svojstvo mreže linija klizanja je da kut između tangenti na dvije linije klizanja jedne obitelji u točkama njihovog presijecanja s linijama druge obitelji ostaje nepromijenjen na cijeloj dužini tih linija, a može se dobiti iz ovih jednadžbi. Teorem Hencky-a koji glasi: “*Ako obitelj linija klizanja sadrži jednu ravnu liniju, tada se ona u potpunosti sastoji od ravnih linija*“ dokazano je svojstvo linija klizanja [50].

Istraživanja su pokazala da se Lüdersove linije javljaju kao tragovi presijecanja površine ispitnih uzoraka ravninama maksimalnih tangencijalnih naprezanja. Takve linije klizanja su se podudarale s trajektorijama najvećih tangencijalnih naprezanja.

### 3.3 Mehanizmi deformacije kod hladne deformacije

Plastična deformacija ima dva osnovna mehanizma plastičnog tečenja materijala koji se dijele na translacijsko klizanje i stvaranje sraslaca (dvojnikanje, blizančenje). Kod oba mehanizma nema vraćanja atoma u prvobitni položaj nakon prestanka djelovanja sile. Pri tome dolazi do trajne plastične deformacije s obzirom da dolazi do neprekidnog premještanja atoma iz jednog u drugi ravnotežni položaj za jedan ili više parametara kristalne rešetke.

Tijekom translacijskog klizanja jedan sloja atoma klizi po drugom sloju, odnosno atomi klize po kliznim ravninama, pri čemu se vrši pomicanje atoma jednako uvijek cijelom broju međuatomske udaljenosti. Klizanje se odvija u ravninama koje u sebi sadrže najveći broj atoma predstavljajući najgušće zaposjednute ravnine.

Drugi mehanizam plastične deformacije odnosi se na sraslanje (dvojnikanje, blizančenje). Ovaj mehanizam predstavlja premještanje atoma s jedne strane ravnine sraslanja za određeni kut u položaj zrcalne slike atoma s druge strane ravnine sraslanja.

Za pomicanje jednog reda atoma u kristalnoj rešetci potrebno je odgovarajuće tangencijalno naprezanje koje se može izračunati prema sljedećem izrazu:

$$\tau_{xz} = \frac{F_t}{A_0} = \frac{F_t}{m \cdot n \cdot a^2} \quad (3-20)$$

$$A_0 = m \cdot n \cdot a^2 \quad (3-21)$$

gdje je:  $\tau_{xz}$  - tangencijalno naprezanje za pomicanje jednog reda atoma u kristalnoj rešetki,

$F_t$  - tangencijalna sila,

$A_0$  - površina po kojoj je izvršeno pomicanje atoma u kristalnoj rešetki,

$a$  - konstanta rešetke,

$m$  i  $n$  - broj atom u dva smjera.

Iznos tangencijalnog naprezanja pri pomicanju atoma iz jednog u drugi ravnotežni položaj mijenja se sinusoidno pri čemu se energija potrebna za pomicanje atoma računa prema izrazu:

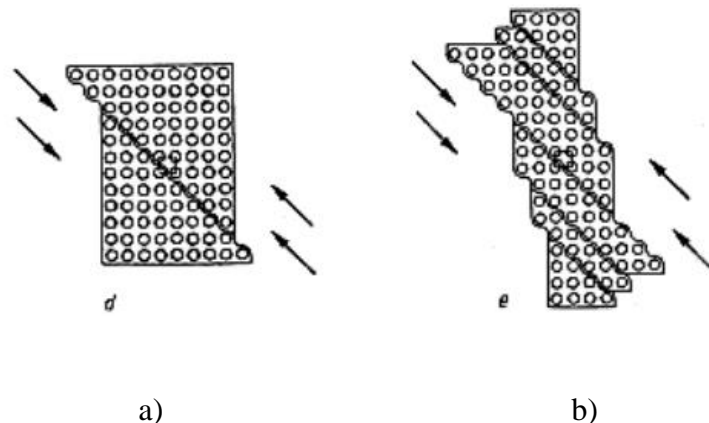
$$e = \frac{\int_0^{\frac{a}{2}} F_t \cdot dx}{m \cdot n \cdot a^2} = \frac{m \cdot n \cdot a^2 \cdot \int_0^{\frac{a}{2}} \tau_{zx} \cdot dx}{m \cdot n \cdot a^2} = \int_0^{\frac{a}{2}} \tau_{zx} \cdot dx \quad (3-22)$$

gdje je:  $e$  - energija potrebna za pomicanje atoma.

Do pomicanja atoma iz njegovog ravnotežnog položaja dolazi djelovanjem sile gdje tangencijalna naprezanja rastu do maksimalnog iznosa. U točki maksimalnog tangencijalnog naprezanja dolazi do pucanja atomske veze i energija potrebna za deformaciju smanjuje se do nule. U tom trenutku počinje djelovati privlačna sila susjednog atoma te se tangencijalna naprezanja približavaju nuli s obzirom da za deformaciju nije potrebna energija. Privlačna sila susjednog atoma dalje privlači atom blizu atoma u ravnotežnom položaju i tada atom u pokretu potiskuje susjedni atom iz njegovog ravnotežnog položaja te tangencijalna naprezanja rastu. Tangencijalna naprezanja opet su jednaka nuli kada se susjedni atom pomakne iz svog ravnotežnog položaja i na njegovo mjesto dođe atom koji je u pokretu i postane stabilan [51].

Metalni materijali gotovo uvijek imaju polikristalnu mikrostrukturu te se sastoje od velikog broja kristalnih zrna različite orijentacije. Različita orijentacija zrna dovodi do različitog napregnutog stanja u pojedinim zrnima zbog čega plastična deformacija ne započinje istovremeno u svim zrnima. Plastična deformacija započinje u onim zrnima koja imaju najpovoljniju orijentaciju. Najpovoljniju orijentaciju imaju zrna koja se podudaraju s ravninama u kojima djeluju maksimalna tangencijalna naprezanja, dok je u ostalim zrnima prisutna samo elastična deformacija. S obzirom da maksimalna tangencijalna naprezanja djeluju pod kutom od  $45^\circ$  u odnosu na pravac djelovanja vanjske sile, plastična deformacija će započeti u zrnima čije se ravnine poklapaju s ovom ravninom klizanja, slika 3-3. Da bi se plastična deformacija nastavila i na ostala kristalna zrna, potrebno je povećati silu za deformaciju [51]. Promjenu

kristalne rešetke, na početku deformacije na liniji klizanja s najvećim brojem atoma i daljnjom plastičnom deformacijom, pri čemu se pomiče skupina atoma po ravnini klizanja, prikazuje slika 3-3.



Slika 3-3. Promjena kristalne rešetke: a) na početku plastične deformacije, b) daljnjom plastičnom deformacijom [52].

Djelovanje maksimalnih tangencijalnih naprezanja može se izračunati kod jednoosnog napregnutog stanja u kosom presjeku,  $\tau_\alpha$  potrebnog za plastično tečenje materijala, slika 3-4:

$$\tau_\alpha = \frac{F \cdot \sin \alpha}{A_\alpha} = \frac{F \cdot \sin \alpha}{\frac{A}{\cos \alpha}} = \frac{F}{A} \cdot \sin \alpha \cdot \cos \alpha \quad (3-23)$$

$$\tau_\alpha = \frac{F}{A} \cdot \frac{1}{2} \sin 2\alpha = \frac{\sigma}{2} \sin 2\alpha \quad (3-24)$$

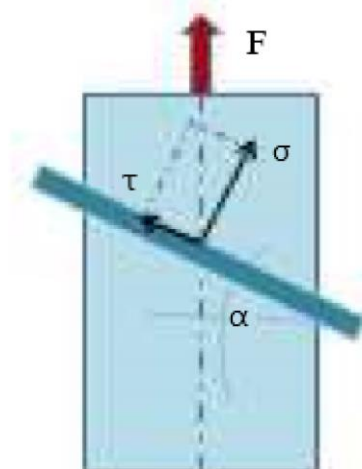
gdje je:  $\tau_\alpha$  - napregnuto stanje u kosom presjeku potrebno za plastično tečenje materijala.

U istom kosom presjeku moguće je odrediti naprezanje,  $\sigma_\alpha$ :

$$\sigma_\alpha = \frac{F_\alpha}{A_\alpha} = \frac{F \cdot \cos \alpha}{\frac{A}{\cos \alpha}} = \frac{F}{A} \cdot \cos^2 \alpha = \sigma \cdot \cos^2 \alpha \quad (3-25)$$

gdje je:  $\sigma_\alpha$  - naprezanje u kosom presjeku, a

s kutem  $\alpha$  označen je nagib presjeka  $A_\alpha$  prema horizontalnoj ravnini.



Slika 3-4. Jednoosno naprezanje [53].

Matematički prikaz dostizanja maksimalnog tangencijalnog naprezanja potrebnog za početak plastičnog tečenja prikazuje se za vrijednosti kuta  $2\alpha = \frac{\pi}{2}$ , odnosno  $45^\circ$ , gdje  $\tau_\alpha = \tau_{max} = \frac{\sigma}{2}$ . Ukoliko je zadovoljen uvjet početka plastičnog tečenja materijala dostizanjem granice tečenja materijala pri postupku razvlačenja materijala, doći će do pojave maksimalnih tangencijalnih naprezanja. Plastično tečenje materijala započinje u zrnima koja imaju povoljnu orijentaciju, odnosno koja se poklapaju s ravninama klizanja s najgušćim rasporedom atoma u kojima djeluju maksimalna tangencijalna naprezanja [54], [55].

### 3.4 Hladna deformacija kod niobijem mikrolegiranoga čelika

Cottrel i Bilby dali su jedno od prvih tumačenja pojave Lüdersovih linija [56] pri čemu navode da Lüdersove linije nastaju zbog prepreka kretanju dislokacija koje predstavlja atmosfere atoma ugljika i dušika i njihovih spojeva. Da bi dislokacije svladale atmosfere ugljika i dušika, zahtijeva se veće naprezanje koje je razmjerno povećanoj energiji između dislokacija i atmosfere ugljika i dušika.

Novija istraživanja pokazala su da se Lüdersove linije kod hladne deformacije tijekom vlačnog ispitivanja javljaju kod različitih metalnih materijala kao što su različiti čelici (niskougljični, mikrolegirani, TRIP čelici, čelici s prisjetljivosti oblika), aluminij magnezijeve legure i bakar [57].



Niobijem mikrolegirani čelik je u provedenim istraživanjima pokazao zanimljivo ponašanje na početku plastičnog toka tijekom hladne deformacije. Usporedbom niskougljičnog čelika bez dodatka niobija i niskougljičnog čelika istog kemijskog sastava s dodatkom niobija dokazano je da do pojave Lüdersovih linija dolazi samo kod niobijem mikrolegiranoga čelika [7]. Pojava Lüdersovih linija samo kod niobijem mikrolegiranoga čelika povezuje se s prisutnošću sitnih deformacijom induciranih niobijevih precipitata [58].

S obzirom da kod procesa hladne deformacije nema oporavka i rekristalizacije, vrlo značajnu ulogu ima interakcija dislokacija s precipitatima prisutnim kod metala. Interakcijom dislokacija i precipitata dolazi do značajnog povećanja broja dislokacija, odnosno precipitacijskog očvršćavanja [46]. Dosadašnja istraživanja na niobijem mikrolegiranim čelicima pokazala su da njihovo ponašanje na početku plastičnog toka materijala uvelike ovisi o interakciji prisutnih precipitata s dislokacijama. Interakcijom između dislokacija i precipitata postoje dva mehanizma [54]:

1. ako su prisutni meki precipitati, dolazi do presijecanja precipitata i nastavka kretanja dislokacija,
2. ako su pristupni tvrdi precipitati, dolazi do zaobilaženja precipitata i stvaranja petlji oko precipitata.

Poznato je da veličina precipitata, njihov sastav, broj i razmak imaju veliki utjecaj na interakciju s dislokacijama [27]. Kemijski elementi vanadij, titan i niobij poznati su kao elementi koji zajedno s ugljikom i dušikom stvaraju vrlo stabilne karbide, nitride i karbonitride. Veličina i raspored niobijevih karbonitrida predstavlja jednu od važnijih karakteristika o kojoj ovisi način interakcije dislokacija s precipitatima [32]. Pokazalo se da vrlo sitni niobijevi deformacijom inducirani precipitati smješteni u obliku gusto rapoređenih karbonitridnih nizova u niobijem mikrolegiranom čeliku, predstavljaju značajne prepreke kretanju dislokacija. Ukoliko je u čeliku prisutan veći broj sitnih deformacijom induciranih niobijevih precipitata, smanjit će se razmak između čestica. Razmak između čestica dovest će do veće interakcije s dislokacijama, a samim time i do većeg naprezanja [7].

#### 4. LÜDERSOVE LINIJE

Nehomogene deformacije kod nekih čelika i obojenih metala zapažene su prije dosta vremena. Cottrell i Bilby su kod proučavanja dislokacija prilikom tečenja materijala ovu pojavu povezali s kočenjem dislokacija na preprekama atoma ugljika i dušika [56]. Ova hipoteza nadopunjena je u provedenim istraživanjima [59] i [60]. Međutim, ta istraživanja nisu tada mogla u potpunosti pojasniti nehomogene deformacije kod hladne deformacije na početku plastičnog toka materijala.

Tek razvojem suvremenih metoda istraživanja, kao što su termografija [61] i metoda vizioplastičnosti, ovi fenomeni su, uz istovremeno korištenje statičkog vlačnog ispitivanja, ponovo postali aktualni [62] stoga su se počeli intenzivno istraživati. Termografija [63] se počela primjenjivati za određivanje naprezanja u zoni deformacije. Dokazano je da istovremeno s lokalizacijom deformacije dolazi i do lokalizacije promjene temperature [64]. Ovo potvrđuje termografiju kao pogodnu metodu za ispitivanje zone deformacije. Istraživanjem [65] zavora zapaženo je da se osim pukotina uslijed deformacije u zavoru mogu identificirati i kvantificirati naprezanja u zoni deformacije. Metoda vizioplastičnosti je relativno stara metoda i mogla je, uz velik broj mjerenja, dati ograničene informacije o toku materijala u zoni deformacije. Razvojem digitalne tehnologije metoda vizioplastičnosti je usavršena i danas se koristi uz digitalnu korelaciju slike koja omogućava detaljnu analizu iznosa deformacije u svakoj točki zone deformacije [10].

Upravo korištenjem ovih metoda omogućeno je proučavanje problema nehomogenih deformacija na početku plastičnog toka materijala. Zabilježeno je [66] da su nehomogene deformacije povezane s pojavom Lüdersove linije.

##### 4.1 Mehanizam nastajanja i propagacije Lüdersovih linija

Razvojem jednostavnih modela [67] opisuju se fenomeni plastičnog toka materijala i propagacija Lüdersovih linija na početku plastične deformacije kod čelika. Početak propagacije Lüdersovih linija promatran je pomoću metode konačnih elemenata [68]. Uspoređujući eksperimentalne i analitičke rezultate došlo se do zaključka da dolazi do stvaranja Lüdersove fronte nagnute pod kutom. Lüdersova fronta stvara se u jednom kraju ispitnog uzorka i širi prema drugom kraju ispitnog uzorka, a pri tome odvaja nedeformirano (elastično) i deformirano

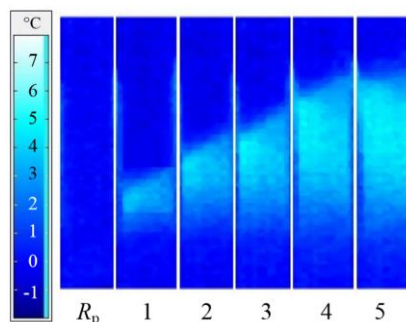
(plastično) područje uzorka. U istraživanju [67] je bio cilj modelom na konstrukcijskom čeliku doznati zašto se pri statičkom vlačnom ispitivanju ne vidi stvarno ponašanje materijala (odnosno stvarna donja i gornja granica razvlačenja). Najvažniji dio koji sadrži model je pojava troosnog naprezanja na Lüdersovoj fronti i navodi se da je pojava tog naprezanja stvarni razlog zašto se ne može vidjeti stvarno ponašanje materijala na dijagramu naprezanje-deformacija.

Model je baziran na tri glavne pretpostavke: stvarna gornja granica razvlačenja ( $R_{eH(stv)}$ ) znatno je viša od gornje granice razvlačenja koja se može očitati ( $R_{eH(oč)}$ ). Glavni razlog zbog kojeg nastaje navedena pretpostavka je da i mali pomak ispitnog uzorka, zarez i zaostala naprezanja pri statičkom vlačnom ispitivanju dovode do ranijeg tečenja materijala. Druga pretpostavka je da stvarno ponašanje materijala nije jednako očitanim vrijednostima materijala na početku plastičnog tečenja materijala pa tako deformacijsko očvršćavanje započinje pri stvarnoj donjoj granici razvlačenja ( $R_{eL(stv)}$ ). Posljednja pretpostavka je da su naprezanja pri očitanoj donjoj granici razvlačenja ( $R_{eL(oč)}$ ) rezultat troosnog napregnutog stanja koje se javlja na Lüdersovoj liniji.

Prethodni model može se povezati s eksperimentalno dobivenim rezultatima metodom digitalne korelacije slike na valjanom čeliku IS 2062 grade B, [69], gdje se lokalizacija deformacije povezuje s Lüdersovim deformacijama. Navedenim istraživanjima promatrala su se tangencijalna naprezanja koja se javljaju pri pojavi Lüdersovih deformacija. Zaključeno je da su tangencijalna naprezanja lokalizirana na linijskoj fronti tijekom širenja linija pod istim kutom kao i Lüdersova fronta. Time imaju glavnu ulogu pri deformaciji, odnosno propagaciji Lüdersove fronte. Mehanizam nastajanja Lüdersove linije kod C-Mn čelika za posude pod tlakom za reaktore uz prethodno unesene zarez kao koncentrator naprezanja, pokušalo se opisati u istraživanju [70]. Utvrđeno je da će ukupno naprezanje ovisiti o području koje se nalazi uz zarez, odnosno koncentrator naprezanja. Navodi se da se tečenje potrebno za formiranje Lüdersove linije može javiti samo u području zareza gdje je dovoljno veliko lokalno naprezanje da može doći do klizanja u ograničenom broju zrna koja su u blizini zareza. Dalje se navodi da produljenjem ispitnog uzorka tijekom deformacije dolazi do povećanja deformacije u korijenu zareza iza Lüdersove fronte koje je vidljivo kao širenje plastičnosti. Pri tome lokalno naprezanje ispred Lüdersove fronte nema dovoljno veliko lokalno tangencijalno naprezanje za daljnje širenje Lüdersove fronte.

Istraživanja [71], [72] navode kako do formiranja Lüdersove linije dolazi tamo gdje je najveća koncentracija naprezanja s obzirom da dolazi do umnožavanja dislokacija koje se kreću prema granici zrna koja za njih predstavlja prepreku. U istraživanju [71] se tvrdi da se kod pojave nehomogenih deformacija kod niskougličnog čelika pokretne dislokacije ne stvaraju istovremeno u cijelom polikristalnom materijalu. Pokretne dislokacije stvaraju se samo na mjestima najveće koncentracije naprezanja, odnosno na mjestima na kojima se poprečni presjek polikristala najviše mijenja. Nakupljanje dislokacija na granici zrna stvara koncentraciju naprezanja na granici zrna. Proširenje kliznog naprezanja na kliznim ravninama i njihovo proširenje na susjedna zrna kod nehomogene deformacije prvenstveno potiče povećanje lokalne koncentracije naprezanja. Povećane lokalne koncentracije naprezanja uzrokuju veliki broj dislokacija na granici zrna te je ta koncentracija naprezanja dovoljno velika da prenese klizanje kroz cijelo susjedno zrno.

Termografska ispitivanja razvoja zone deformacije niobijem mikrolegiranoga čelika pokazala su prisutnost Lüdersovih linija u početku plastičnog toka ovih čelika [73], slika 4-1. Dokazano je da se u početku plastičnog toka kod niobijem mikrolegiranoga čelika Lüdersove linije pomiču duž ispitnog uzorka [74]. Pomiču se na način da u plastično deformiranom dijelu uslijed zaustavljanja dislokacija na nizovima niobijevih precipitata dolazi do očvršćavanja i porasta naprezanja u tom području. Zbog toga se deformacija premješta u nedeformirani dio ispitnog uzorka i time dolazi do pomicanja Lüdersove linije. Pojava Lüdersovih linija kod niobijem mikrolegiranoga čelika s prisutnim niobijevim precipitatima također je utvrđena istraživanjem [8].



Slika 4-1. Karakteristična Lüdersova linija kod mikrolegiranoga čelika prilikom statičkog vlačnog ispitivanja [73].

U istraživanju [75] je na IS 2062 grade-E250 B čeliku ispitana raspodjela temperature i deformacije povezane s plastičnim mikrodeformacijama u području prije granice razvlačenja. Nehomogene deformacije prije dostizanja granice razvlačenja pripisuju se mikrodeformacijama koje se javljaju u tom području. Mikrodeformacije se mogu povezati s mjestima formiranja Lüdersovih linija. Slična istraživanja provedena su na niobijem mikrolegiranim čeliku [76]. U ovom istraživanju pojave lokaliziranih deformacija i naglog porasta temperature uzimaju se kao početak formiranja Lüdersovih linija u području između granice proporcionalnosti i gornje granice razvlačenja. Izmjereno je kako se pri formiranju Lüdersove linije ostvari određena deformacija. Očita je povezanost mikrodeformacija [75] i područja između granice proporcionalnosti i gornje granice razvlačenja [76]. U tom području počinju se javljati lokalizirane nehomogene deformacije.

Istraživanjem [77] je utvrđeno da Lüdersova fronta propagira pod kutom od  $45^\circ$  u odnosu na smjer razvlačenja ispitnog uzorka pri čemu se Lüdersove deformacije pojavljuju na ravninama najvećih tangencijalnih naprezanja. Međutim, u istraživanju o mehanizmu nastajanja velikih iznosa deformacija kod Lüdersovih linija kod sitnozrnatog austenitnog nehrđajućeg čelika [11] provedena su vlačna ispitivanja i ispitivanja metodom digitalne korelacije slike. Dobivena je informacija o ponašanju ispitivanog čelika tijekom lokalizacije deformacije u zoni deformacije. Navodi se da dolazi do nastajanja prvo jedne Lüdersove linije pod kutom od  $-60^\circ$  u jednom smjeru. Daljnjim propagiranjem Lüdersove linije dolazi do pojave druge Lüdersove linije koja se javlja pod kutom  $+60^\circ$  u odnosu na smjer djelovanja sile, a koja započinje presijecanjem preko prve Lüdersove linije i koje na kraju formiraju lokalizirano područje deformacija u obliku slova „X“.

Drugo istraživanje [78] na niskougljičnom X80 čeliku metodom digitalne korelacije slike tijekom statičkog vlačnog ispitivanja pokazuje ponašanje, odnosno promjene lokalnih deformacija iza Lüdersove fronte. Uočena je pojava lokalnih deformacija iza Lüdersove fronte s obzirom na tri različita načina toplinske obrade dobivanja ispitivanog čelika. Pojava različitih oblika krivulja naprezanja-deformacija na početku plastičnog toka tijekom pojave i propagacije Lüdersove linije te veće koncentracije deformacija na određenim područjima iza Lüdersove fronte, povezuje se sa starenjem. Povezanost sa starenjem smatra se s obzirom na ovisnost o gustoći slobodnih dislokacija i njihovim zapinjanjem na Cottrellovim atmosferama ugljikovih

atoma i raspršenih karbida prisutnih u čeliku. Istraživanje [70] na C-Mn čeliku za posude pod tlakom za reaktore pokazalo je pojavu nehomogene raspodjele većih i manjih lokalnih iznosa deformacija iza Lüdersove fronte.

Mehanizmi širenja Lüdersovih linija kod nehomogene plastične deformacije analizirani su u dvije zone unutar Lüdersovih linija, efektivnoj i aktivnoj zoni [79]. Efektivnom zonom smatra se dio od Lüdersove fronte sve do početka aktivne zone kojom se dostiže područje približno konstantne deformacije. Ispitivanja su pokazala da promjene veličina zona unutar efektivne i aktivne zone pokazuju njihov nepravilan rast.

Iz podataka u pregledanoj literaturi može se izvesti zaključak da ne postoji jednoznačno objašnjenje zašto dolazi do pojave Lüdersove linije. Posebna razlika zapažena je u zaključcima vezanima za nastajanje i propagaciju Lüdersove linije.

#### **4.2 Pojava više Lüdersovih linija**

Kod nekih istraživanja moguća je pojava više Lüdersovih linija [80]. Uočeno je da broj Lüdersovih linija, koji se pojavljuje kod žarenog niskougličnog čelika tijekom ispitivanja nije uvijek isti [81]. Pojava druge Lüdersove linije u donjoj polovici ispitnog uzorka nakon propagacije prve linije u gornjoj polovici ispitnog uzorka zapažena je u istraživanju [82]. Smatra se da do ovakve pojave druge Lüdersove linije dolazi jer se određena zrna unutar fronte naknadno deformiraju.

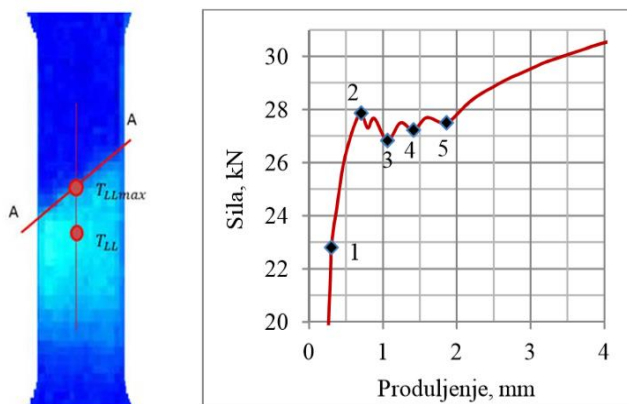
#### **4.3 Utjecajni faktori na Lüdersove linije**

U svrhu pojašnjenja nastanka Lüdersovih linija istražuju se utjecaji pojedinih faktora na nastajanje i propagaciju Lüdersovih linija. U velikom dijelu radova istraživanja pojave i propagacije Lüdersovih linija korištene su istovremeno metode statičkog vlačnog ispitivanja, termografije i vizioplastičnosti uz digitalnu korelaciju slike [82]. U posljednje vrijeme provedena su ispitivanja na različitim metalnim materijalima s pojavom Lüdersovih linija, uglavnom na niskougličnim čelicima [13], aluminiju [83], legurama aluminija [14], TRIP čelicima [15], austenitnim čelicima [84], bakru [85], titanu [86], legurama sa prisjetljivošću oblika [17]. Uz postojeće razlike u kemijskom sastavu i početnoj mikrostrukturi postoje i razlike u uvjetima ispitivanja kao što su različite brzine ispitivanja, različit oblik i dimenzije ispitnog uzorka. Zbog

toga ne postoji cjelovito pojašnjenje utjecaja pojedinih faktora na nastajanje i propagaciju Lüdersovih linija.

#### 4.3.1 Utjecaj kemijskog sastava na Lüdersove linije

Provedenim istraživanjima na niskougljičnom čeliku i čeliku istog kemijskog sastava s dodatkom mikrolegirajućega elementa niobija utvrđeno je da do pojave Lüdersovih linija dolazi samo kod niobijem mikrolegiranoga čelika [7], slika 4-2. Ovo se povezuje s niobijevim precipitatima. Provedeno istraživanje u [8] pokazalo je da prisutnost niobijevih precipitata kod niobijem mikrolegiranoga čelika može imati veći utjecaj na ponašanje Lüdersove linije i Lüdersovu deformaciju ukoliko se u sastav baznog kemijskog sastava niobijem mikrolegiranoga čelika dodaju rijetko zemni elementi kao što su Ce i La. Navodi se da veći sadržaj ugljika smanjuje Lüdersovo izduženje [13].



Slika 4-2. Propagacija Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranoga čelika [73].

#### 4.3.2 Utjecaj mikrostrukture na Lüdersove linije

Provedena istraživanja [80], [87], [88], [8] pokazala su da mikrostruktura ima značajan utjecaj na nastajanje i propagaciju Lüdersovih linija te iznos Lüdersove deformacije.

Ispitivan je utjecaj mikrostrukture na veličinu Lüdersovih deformacija kod niskougljičnog čelika [80]. Provedena su istraživanja statičkim vlačnim ispitivanjem i modeliranjem koje je potvrđeno metodom digitalne korelacije slike na niskougljičnim čelicima s različitim mikrostrukturama. Tumači se da se kod čelika s istim kemijskim sastavom, ali različitom mikrostrukturom, najmanji ukupan iznos Lüdersove deformacije javlja kod čelika s

feritno-perlitnom ili gornje bainitnom mikrostrukturom. Pri istoj granici razvlačenja kod čelika s martenzitnom mikrostrukturom javljaju se veći ukupni iznosi Lüdersovih deformacija. To se povezuje s različitim morfologijom karbida kod različitih mikrostrukture jer se radi o čeliku s jednakim kemijskim sastavom i veličinom zrna. Istraživanjem [87] je ustanovljeno da stabilnost austenita kod TRIP čelika ima značajan utjecaj na Lüdersovu deformaciju.

Istraživanja [80], [89] navode da se povećanjem veličine zrna smanjuje ukupan iznos Lüdersove deformacije, odnosno da se smanjenjem veličine zrna povećava ukupan iznos Lüdersove deformacije [90], [91]. Na žarenom toplovaljanom feritno-cementitnom i feritno-perlitnom niskougličnom čeliku ustanovljeno je da smanjenjem veličine zrna dolazi do povećanja ukupnog Lüdersovog izduženja [13], [88]. Navodi se da bi različite gustoće dislokacija mogle dati odgovor zašto kod čelika s istim kemijskim sastavom i veličinom zrna, ali različitim mikrostrukturom dolazi do različitih iznosa ukupne Lüdersove deformacije. Istraživanjem [91] je utvrđeno da na čelicima kod kojih su svi intersticijski atomi ugljika i dušika vezani u karbide i nitride, do pojave Lüdersove linije dolazi samo kod čelika sa sitnozrnatom mikrostrukturom veličine zrna ispod 2  $\mu\text{m}$ . Kod čelika s krupnijim zrnem nema pojave Lüdersove linije. Pojava Lüdersove linije samo kod sitnozrnatih čelika povezana je s Johnston-Gilman teorijom [59] gdje dolazi do smanjenja mobilnih dislokacija zbog njihovog značajnog umnožavanja. Naime, kod čelika gdje su intersticijski atomi ugljika i dušika vezani u karbide i nitride te u čistim metalima u kojima nema atoma ugljika i dušika, ne postoji interakcija atoma s dislokacijama.

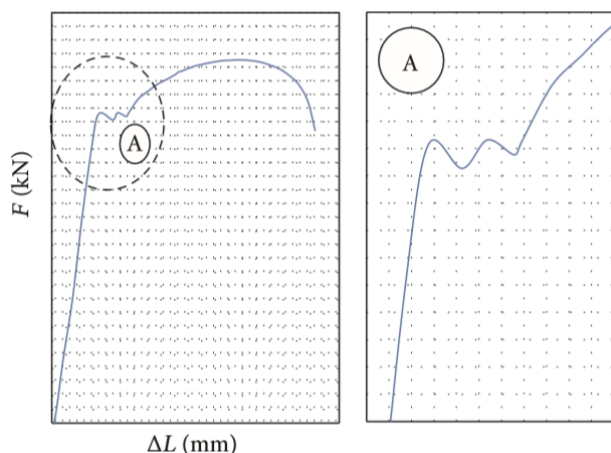
Utjecaj smanjenja stupnja redukcije hladnovaljanog manganovog čelika na formiranje Lüdersove linije određivan je u istraživanju [92]. Tim istraživanjem utvrđeno je da se ukupna Lüdersova deformacija, odnosno Lüdersovo izduženje utvrđeno na dijagramima naprezanje-deformacija, može smanjiti manjim stupnjem redukcije hladnog valjanja manganovog čelika. Veća gustoća dislokacija prisutna kod manjeg stupnja redukcije manganovog čelika smatra se odgovornom za smanjenje ukupne Lüdersove deformacije, odnosno Lüdersovog izduženja.

Istraživanja nehomogene lokalne plastične deformacije na čeliku provedena su metodama EBSD-a i digitalne korelacije slike uz vlačno ispitivanje. Zaključeno je da dolazi do pojave Lüdersovih linija samo kod čelika s višim sadržajem titanovih precipitata s obzirom da se javlja i veća gustoća dislokacija [93]. Zaključeno je i to da se Lüdersova linija pojavila samo kod



uzoraka s manjim, odnosno sitnijim titanovim precipitatima. Istraživanjem [94] je utvrđeno da kod niskougljičnih čelika istog kemijskog sastava, ali različite mikrostrukture, dolazi do promjena ukupne Lüdersove deformacije zbog precipitata koji u čeliku određuju veličinu slobodnih mjesta za slobodno kretanje dislokacija. Utvrđeno je da će Lüdersova deformacija rasti s brojem oslobođenih dislokacija smanjenjem veličine zrna, stoga će se veći broj slobodnih dislokacija u manjem zrnju više zaustavljati na precipitatima što će rezultirati većom Lüdersovom deformacijom zbog većeg oslobađanja dislokacija tijekom propagacije Lüdersove linije. Pojava heterogenih lokalnih Lüdersovih deformacija promatranih na mikrorazini kod sitnozrnatog manganovog čelika [95] povezuje se s heterogenom raspodjelom dislokacija u feritnim i austenitnim zrnima. Utvrđeno je da unutar pojedinih feritnih zrna postoji veća gustoća heterogeno raspoređenih dislokacija koja odgovaraju feritnim zrnima s većim iznosom lokalne Lüdersove deformacije. Heterogena raspodjela feritnih zrna s većom i manjom gustoćom dislokacija povezuje se s heterogenim lokalnim Lüdersovim deformacijama kod manganovog čelika.

Istraživanja mikrostrukture optičkom, pretražnom i transmisijskom elektronskom mikroskopijom na niobijem mikrolegiranom čeliku baznog sastava i istom čeliku uz dodatak rijetko zemnih elementa (Ce i La) provedena su u istraživanju [8]. Pojava neravnomjernog formiranja Lüdersove linije na početku plastičnog toka povezuje se s neravnomjernom koncentracijom naprezanja na Lüdersovoj fronti. Neravnomjerna raspodjela naprezanja kod niobijem mikrolegiranoga čelika tijekom propagacije Lüdersove linije pripisuje se neravnomjernoj raspodjeli niobijevih precipitata i ugljikovih atoma. Ustanovljeno je [96] da se značajan broj većih niobijevih precipitata nakuplja oko uključaka MnS te će iz tog razloga biti manje slobodnog niobija u matriksu za stvaranje sitnih niobijevih precipitata. Ustanovljeno je i da, kod niobijem mikrolegiranoga čelika s obzirom na oblik uključaka, može doći do prijevremenih pojava pukotina oko uključaka MnS ako je njihov oblik oštrijeg oblika u odnosu na uključke s okruglim oblikom [97]. Pojavu nehomogenog ponašanja niobijem mikrolegiranoga čelika na početku plastičnog toka prikazuje slika 4-3.



Slika 4-3. Neravnomjerna raspodjela naprezanja na početku plastičnog toka kod niobijem mikrolegiranoga čelika [7].

U istraživanju [11] je, uz vlačna ispitivanja i metodu digitalne korelacije slike, korištena EBSD metoda za dobivanje informacija o granicama i veličini zrna te o prisutnim fazama tijekom ispitivanja na austenitnom nehrđajućem čeliku. Provedena su dva koraka hladnog valjanja i žarenja čelika u svrhu dobivanja sitnozrnate mikrostrukture. Uspoređeno je ponašanje čelika sa sitnozrnatom i grubozrnatom mikrostrukturom pri čemu je zaključeno da do pojave Lüdersovih linija dolazi samo kod uzoraka sa sitnozrnatom mikrostrukturom. Kod niskougličnog čelika ispitivan je način dobivanja uzoraka s obzirom na mikrostrukturu kako bi se pokušale eliminirati Lüdersove linije iz čelika [89]. Provedenim statičkim vlačnim ispitivanjem i metalografijom utvrđeno je da različita početna mikrostruktura ima utjecaj na pojavu Lüdersovih linija. Puno veća Lüdersova deformacija, odnosno izduženje na početku plastičnog toka, utvrđena je kod uzoraka s nehomogenom mikrostrukturom u odnosu na uzorke s homogenom mikrostrukturom. Najnovija istraživanja Lüdersovih linija [18] kod čelika X80 ukazuju da dolazi do promjene mikrostrukture propagacijom Lüdersovih linija.

Utjecaj mikrostrukture na pojavu i izduženje nakon dostizanja gornje granice razvlačenja, što karakterizira pojavu Lüdersove linije, istražen je u znanstvenom radu [98]. Ispitivanja su provedena na hladnovaljanom Fe-0.2C-11Mn-2Al čeliku s 11.2 % Mn. Ciljano je različitim toplinskom obradom dobivena mikrostruktura s različitim veličinom zrna, različitim udjelom faza i različitim stabilnosti austenita. Ustanovljeno je da se samo kod čelika žarenih na 650 °C javljaju Lüdersove linije, odnosno nehomogeno ponašanje materijala na početku plastičnog toka.

Sitnoznata mikrostruktura ne smatra se ključnim faktorom koji utječe na pojavu ovog fenomena već se Lüdersove linije smatraju posljedicom konkurencije između očvršćavanja (transformacijom martenzita) i omekšavanja (preraspodjelom naprezanja) koja je inducirana TRIP efektom. Na kraju je zaključeno da na pojavu nehomogenih deformacija ne utječe veličina feritnog zrna već tekstura. Navodi se da feritna zrna s  $\gamma$  vlaknima imaju veliku sposobnost pohranjivanja dislokacija što dovodi do povećanja gustoće dislokacija i eksponenta očvršćavanja. Povećanje gustoće dislokacija i eksponenta očvršćavanja dovodi do manjeg izduženja na početku plastičnog toka materijala u području nehomogenih deformacija kod ove vrste čelika. U istraživanju [99] kod Mn čelika pokušalo se eliminirati Lüdersove linije različitim žarenjem uzoraka za dobivanje različite mikrostrukture. Zaključeno je da bi se Lüdersove linije mogle izbjeći kod manganovih čelika prije početka plastične deformacije u feritu.

Utjecaj teksture, odnosno usmjerenost zrna kristalne rešetke, kod pojave Lüdersove linije istraživan je na čeliku u literaturi [100]. Utvrđeno je da Lüdersove linije mogu i ne moraju pokazati usmjerenost zrna odnosno teksturu što ovisi o geometriji uzoraka. Naime u tankim uzorcima utvrđena je pojave teksture odnosno usmjerenost zrna tijekom pojave Lüdersove linije. Intenzitet teksture kod tankih uzoraka raste s daljnjim povećanjem stupnja deformacije dok je u debljim uzorcima tekstura slabijeg intenziteta. U istraživanju [101] je ispitivan utjecaj promjene orijentacije zrna na stabilnost plastične deformacije uz prisutnost Lüdersove linije u pojedinačnom kristalu kod plošno i heksagonalno centrirane kristalne rešetke. Utvrđeno je da je kod orijentacije zrna (101) maksimalna vrijednost parametra nestabilnosti plastične deformacije, a minimalan kod orijentacije zrna (111). Zaključeno je da u slučaju jednostrukog klizanja parametar nestabilnosti jako ovisi o orijentaciji kristala kod plošno i heksagonalno centrirane kristalne rešetke. Pri tome se parametar nestabilnosti smanjuje s plastičnom deformacijom kod jednostrukog klizanja pogodujući na taj način stabilnost odvijanja plastične deformacije. U istraživanju [95] se navodi da se utjecaji orijentacije kristalne rešetke i veličine zrna na pojavu heterogene raspodjele lokalnih iznosa Lüdersovih deformacija ne smatraju primarnim utjecajnim faktorima već sekundarnim utjecajnim faktorima.

Istraživanje ponašanja perlita tijekom plastične deformacije [102] pokazalo je da se veća plastična deformacija odvija kod perlita s manjim razmacima između lamela ferita i cementita. Istraživanjem [94] je utvrđeno da se višak ugljika nakon točke zasićenja, prisutan u

niskougljičnom čeliku koji nije vezan u čvrstoj otopini, može vezati u cementit. S obzirom da se lamele cementita formiraju na granicama zrna, uz veći sadržaj slobodnog ugljika doći će do stvaranja lamela cementita veće gustoće. Pri tome dolazi do manjeg međusobnog razmaka između lamela perlita što utječe na tijek lokalne plastične deformacije u perlitu, a to može imati utjecaj na pojavu Lüdersove linije.

Kod čistog željeza je utvrđeno da, kod uzoraka hlađenih u vodi nakon žarenja, ne dolazi do pojave Lüdersove linije, dok kod uzoraka hlađenih na zraku postoji pojava Lüdersove linije [103]. Ovo se povezuje s nedostatkom vremena za stvaranje čvrstih atmosfera ugljika i dušika oko dislokacija. Utvrđeno je da pojava Lüdersove linije ne ovisi samo o sadržaju atoma ugljika i dušika već i o njihovoj raspodjeli u ispitivanom materijalu.

Danas se provode intenzivna istraživanja utjecaja mikrostrukture na pojavu i propagaciju Lüdersove linije. Sukladno prethodno navedenim istraživanjima mikrolegiranih čelika postoje mišljenja da sitni precipitati imaju utjecaj kod formiranja i propagacije Lüdersove linije, ali ne postoji jasno, detaljno i jedinstveno objašnjenje utjecaja veličine precipitata te početne mikrostrukture na formiranje i propagaciju Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranoga čelika.

### **4.3.3 Utjecaj brzine deformacije na Lüdersove linije**

U posljednje vrijeme istražuje se utjecaj brzine deformacije koji je usko povezan s brzinom razvlačenja ispitnog uzorka na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija. Istraživanja [80] provedena na niskougljičnim čelicima pokazala su blagi porast ukupne Lüdersove deformacije s porastom brzine deformacije. Kod niskougljičnog čelika s feritno-perlitnom strukturom te višim sadržajem ugljika manje je vidljiv porast iznosa Lüdersove deformacije povećanjem brzine deformacije. Statičkim vlačnim ispitivanjem na žarenom valjanom niskougljičnom čeliku pomoću fizikalnih jednadžbi potvrđeno je kako propagacija Lüdersovih linija i Lüdersova deformacija rastu s brzinom deformacije [81]. Na ispitnim uzorcima prethodno žarene aluminijske legure 5456 opaženo je da ne postoji ovisnost između brzine deformacije i iznosa Lüdersove deformacije [104] kao u prethodnim istraživanjima. Navodi se da Lüdersova deformacija raste s povećanjem brzine deformacije, ali s određenim odstupanjima koja su u suprotnosti s istraživanjima [80], [81].

Usporedbom prethodno navedenih istraživanja može se zaključiti da kod ispitnih uzoraka čelika postoji blagi utjecaj brzine deformacije na iznos Lüdersove deformacije za razliku od ispitnih uzoraka aluminijske legure. Iz pregledane literature se može zaključiti da je utjecaj brzine deformacije na iznos Lüdersove deformacije jednim dijelom povezan s mikrostrukturom materijala, a time i sadržajem ugljika. Međutim, ne postoji jasno objašnjenje na koji način brzina deformacije točno utječe na iznos Lüdersove deformacije.

#### **4.3.4 Utjecaj debljine ispitnog uzorka na Lüdersove linije**

Osim navedenoga, istraživana je i utjecaj debljine ispitnog uzorka na Lüdersove linije. Po prvi puta je ispitan utjecaj debljine ispitnog uzorka na Lüdersove linije na aluminijskoj leguri 5456 [104]. Korištenjem metode 3D digitalne korelacije slike određivana je ovisnost deformacije i brzine propagacije Lüdersovih linija u odnosu na debljinu ispitnih uzoraka aluminijske legure. Dokazano je da se smanjenjem debljine ispitnog uzorka smanjuje brzina propagacije Lüdersovih linija. Dokazano je i to da smanjenjem debljine uzorka raste iznos ukupne Lüdersove deformacije.

Prethodno navedeno istraživanje [104] može se povezati s istraživanjem [80] u kojem je uočena ovisnost ukupne Lüdersove deformacije o gustoći dislokacija i slobodnoj putanji dislokacija. U tom je istraživanju [80] zabilježeno da povećanjem gustoće dislokacija i smanjenjem slobodnih putanja dislokacija dolazi do povećanja ukupne Lüdersove deformacije.

Prethodna istraživanja otvorila su mogućnost istraživanja umora materijala. Posljednjih nekoliko godina provedena su istraživanja koja su pokazala da pojava Lüdersovih linija ima utjecaj na umor materijala. Kako će propagacija Lüdersovih linija utjecati na vijek trajanja materijala do umora kod slitina s prisjetljivosti oblika NiTi (nitinol), ispitivano je istraživanjem [17]. Navodi se da propagacija Lüdersovih linija dovodi do kraćeg vijeka trajanja tijekom umora materijala. Navodi se da do loma ispitnih uzoraka zbog umora dolazi unutar i na fronti Lüdersovih linija s obzirom da mjesta nastajanja Lüdersovih linija predstavljaju područje najpovoljnije za pojavu pukotina materijala [105].

Provedena istraživanja ukazuju da se pojava Lüdersovih linija povezuje s lokalnim deformacijama. Međutim, opće objašnjenje uzroka nastanka Lüdersovih linija i detaljno

objašnjen mikromehanizam formiranja Lüdersovih linija ne postoji. Nije jasno utvrđen utjecaj kemijskog sastava ili mikrolegirajućih elemenata kod pojave Lüdersovih linija. Parametri koji utječu na pojavu i iznos Lüdersove deformacije se u nekim slučajevima razlikuju od materijala do materijala. S obzirom da se smatra da mikrostruktura ima značajan utjecaj na nastajanje i propagaciju Lüdersovih linija te na iznos Lüdersove deformacije, važno je provesti šira mikrostrukturna ispitivanja.

#### 4.4 Primjena suvremenih metoda za istraživanje Lüdersovih linija

Pri određivanju početka plastičnog toka materijala, prvenstveno kod pojave nehomogenih deformacija koje se povezuju s Lüdersovim linijama, vrlo često se, uz statičko vlačno ispitivanje, koristi metoda termografije. Lüdersove linije ovom su metodom detektirane u različitim metalnim materijalima kao što su aluminijske legure [106] i različite vrste čelika [82], [107].

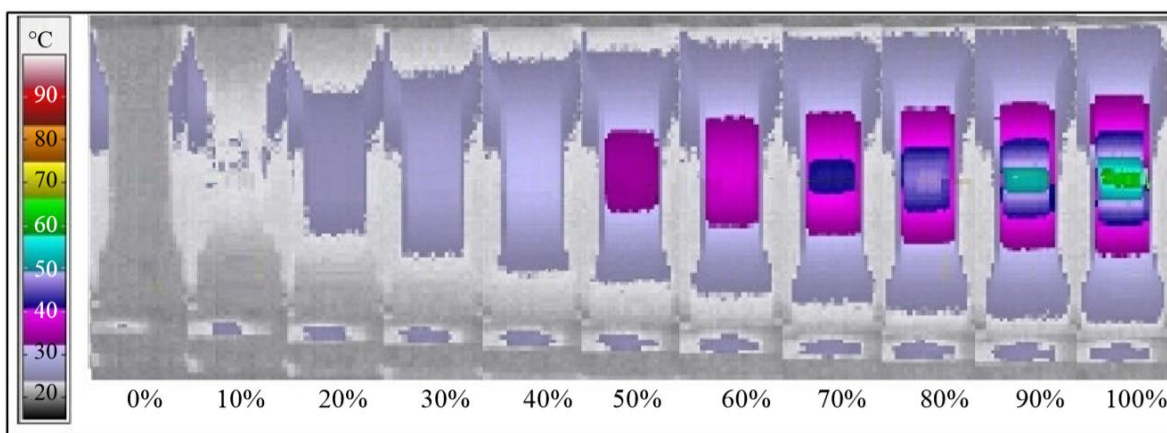
Prijašnja istraživanja [107] dokazala su da se povećanje temperature izmjereno metodom termografije tijekom ispitivanja materijala može povezati s napreznjima i deformacijama tijekom plastične deformacije. Termografija se u istraživanju [9] pokazala kao metoda pogodna za istraživanje promjene temperature, odnosno napreznja u zoni deformacije tijekom vlačnog ispitivanja mjerenjem točne lokalizacije napreznja u ispitivanom materijalu. Povezana je promjena temperature s promjenama dobivenima na dijagramu sila-produljenje. Početak plastičnog toka materijala očituje se kao porast temperature materijala kod ispitivanja metodom termografije. Termografijom je moguće odrediti početak plastične deformacije i kod materijala koji imaju izražen prijelaz iz elastičnog u plastično područje [12] kao i kod onih koji nemaju izražen prijelaz [73]. Raspodjelu i lokalizaciju promjene temperature dobivenu termografijom kod niskouglijčnog čelika prikazuje slika 4-4.

U slučaju kada je poznat konstitutivni zakon materijala, promjena temperature se u potpunosti može smatrati pokazateljem plastične deformacije čime je potvrđeno da se promjena temperature može smatrati promjenom napreznja. Istraživanja [12] i [108] navode izraz kojim dana ovisnost temperature i tenzora napreznja:

$$\rho c_p dT = \beta_{tq} \sigma : d\varepsilon_p \quad (4-1)$$

gdje je  $\rho$  - gustoća,  $c_p$  - specifična toplina,  $\beta_{tq}$  - Taylor-Quinney koeficijent,  $\sigma$  - tenzor napreznja,  $d\epsilon_p$  - tenzor promjene plastične deformacije.

Pojava Lüdersovih linija zapažena je metodom termografije kod različitih metalnih materijala. Zapaža se kao povećanje promjene temperature, odnosno napreznja u određenom području zone deformacije ispitivanog materijala. U istraživanju [12] je različitim metodama ispitivana pojava i ponašanje Lüdersovih linija kod niskougličnih čelika S235 i C35 tijekom vlačnog ispitivanja pri čemu je korištena i metoda termografije. Jasno je prikazan početak i mjesto formiranja te propagacija Lüdersovih linija u pojedinim točkama zone deformacije ispitivanog čelika. Područje zone deformacije neposredno prije početka plastičnog toka materijala, formiranje Lüdersove linije, te njena propagacija kroz zonu deformacije ispitivana je termografijom na čeliku IS 2062 grade-E250 B u istraživanju [75]. Linijskom analizom metode termografije praćena je promjena temperature, odnosno napreznja, kako se formirala i propagirala Lüdersova linija kroz zonu deformacije. Ustanovljena je i povezana pojava Lüdersove linije s lokaliziranim povećanjem temperature, odnosno napreznjem.



Slika 4-4. Raspodjela i lokalizacija promjene temperature kod niskougličnog čelika dobivena termografijom [73].

Termografskim ispitivanjem promatrana je brzina propagacije Lüdersove linije kod niskougličnog čelika [109]. U istraživanju je provedena karakterizacija Lüdersovih linija kvalitativnom i kvantitativnom analizom u različitim područjima njene propagacije. Ponašanje pojave i propagacije Lüdersovih linija termografijom je zabilježeno kod čelika IS 2062 E250 B

sa zavarenim spojem [110]. Zabilježene su različite promjene temperature, odnosno naprezanja na zavaru, oko zavaru i na rubovima zone deformacije, odnosno ispitnog dijela uzorka.

Uz metodu termografije često se koristi metoda digitalne korelacije slike. Digitalna korelacija slike ima vrlo široku primjenu kod identifikacije i karakterizacije različitih metala. Vrlo često neizbježna je metoda za karakterizaciju Lüdersovih linija s obzirom na mogućnost određivanja iznosa deformacija u bilo kojoj točki zone deformacije tijekom postupka ispitivanja. Istraživanja u literaturi pokazala su da se metodom digitalne korelacije slike mogu odrediti različite karakteristike Lüdersovih linija. Moguće je odrediti formiranje i propagaciju Lüdersovih linija [82], Lüdersove deformacije [80], morfologiju Lüdersovih linija [79], mehanizam rasta Lüdersovih linija tijekom njene propagacije [11], brzinu propagacije Lüdersove linije [70] te različita područja Lüdersovih linija tijekom njenog formiranja i propagacije kroz zonu deformacije [18].

Korištenjem digitalne korelacije slike ispitivan je utjecaj debljine ispitnog uzorka pri pojavi Lüdersovih linija kod aluminijskih legura [104]. Mehanizam rasta Lüdersovih linija tijekom njene propagacije određivan je u obliku efektivne širine i aktivne zone Lüdersovih linija u istraživanju [79] u kojem je korištena ova metoda. Formiranje Lüdersovih linija na čeliku IS 2062 grade-E250 B na početku i malo prije početka plastičnog toka istraživano je metodom digitalne korelacije slike [75]. U istraživanju [18] je prikazan noviji pristup ispitivanju Lüdersovih linija kod niskougličnih mikrolegiranih čelika za cjevovode. Metodom digitalne korelacije slike određivane su promjene kod Lüdersovih linija na različitim područjima, odnosno na dijelu gdje je ispropagirala i gdje nije ispropagirala Lüdersova linija. Na IS 2062 grade-E250 B čeliku je također prikazana mogućnost određivanja iznosa deformacija u različitim područjima tijekom propagacije Lüdersove linije [82].

Pojava i određivanje karakteristika Lüdersovih linija koje se javljaju kod aluminij magnezijeve legure AA5182 pri vlačnom ispitivanju kod različitih brzina deformacije, određivano je metodom digitalne korelacije slike u [106]. Digitalna korelacije slike korištena je i u istraživanju [111] za prikazivanje lokalnih promjena deformacija kod Lüdersovih linija tijekom vlačnog ispitivanja na čeliku X70. Ispitivana je anizotropija, odnosno svojstva čelika u različitim smjerovima. Novija istraživanja [11] koriste metodu digitalne korelacije slike kod vlačnog ispitivanja čelika za određivanje pojave velikih deformacija tijekom formiranja i propagacije



Lüdersove linije. Iz pregledane literature može se zaključiti da je metoda digitalne korelacije slike pronašla široku primjenu u karakterizaciji Lüdersovih linija.

Utjecaj mikrostrukture na formiranje i propagaciju Lüdersove linije se u posljednje vrijeme vrlo često istražuje različitim metodama. Jedna od metoda istraživanja mikrostrukture je pretražna elektronska mikroskopija. Prema novijim istraživanjima često je korištena kada se pojava Lüdersovih linija kod različitih čelika povezuje s mikrostrukturom ili promjenama u mikrostrukturi. Najčešće se koristi kod pojave Lüdersovih linija kako bi se dobila informacija o prisutnim fazama u mikrostrukturi pri većim povećanjima. U istraživanju [112] kod dvofaznog Mn čelika, koji pokazuje pojavu Lüdersovih linija na pretražnom elektronskom mikroskopu, dobivena je informacija o faznim transformacijama u mikrostrukturi nakon određenog stupnja deformacije. Pretražna elektronska mikroskopija [88] koristi se za prikaz mikrostrukture čelika gdje se određuje utjecaj veličine zrna na pojavu Lüdersovih linija. Zajedno u kombinaciji s EBSD tehnikom pretražna elektronska mikroskopija korištena je kod manganovih TRIP čelika gdje je dan utjecaj različite veličine zrna i brzine deformacije na plastični tok čelika [113]. Istraživanje rasporeda, udjela i kemijskog sastava precipitata većih od 50 nm kod čelika moguće je istražiti novijim pretražnim elektronskim mikroskopima najčešće u kombinaciji s EBSD tehnikom. Za promatranje precipitata manjih od 50 nm najčešće se koriste transmisijski elektronski mikroskopi [114]. Novija istraživanja [18] pokazuju da se pretražna elektronska mikroskopija koristi i kod određivanja izgleda mikrostrukture na različitim dijelovima ispitnog uzorka tijekom propagacije Lüdersove linije na niskougljičnom mikrolegiranom čeliku.

Na temelju navedenog proizlazi da se pretražna elektronska mikroskopija vrlo često koristi uz EBSD tehniku kod ispitivanja različitih utjecajnih parametara na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija. Ispituje se utjecaj mikrostrukture, veličine zrna, udjela faza i orijentacije kristalne rešetke. EBSD tehnika primjenjuje se za karakterizaciju mnogih materijala s različitih aspekata. Koristi se za karakterizaciju zrna, granice zrna, teksture, promjena strukture tijekom deformacije kod različitih materijala kao što su različiti metalni materijali i legure, kod poluvodiča, minerala, keramike i bioloških uzoraka [115], [116].

Utjecaj veličine zrna na pojavu Lüdersove linije istraživao je kod bakra upotrebom EBSD tehnike uz vlačno ispitivanje [16]. Upotrebom iste tehnike na sitnozrnatom austenitnom nehrđajućem čeliku napravljena je usporedba dolazi li do pojave Lüdersove linije kod uzoraka s

različitom veličinom zrna [11]. Orijentacija kristalne rešetke određivana je u istraživanju [111] na različitim dijelovima ispitnog uzorka iz niskougličnog mikrolegiranog čelika koji pokazuje pojavu Lüdersove linije. U pokušaju eliminiranja Lüdersovih linija iz Mn čelika podvrgnutima različitim procesima žarenja korištena je EBSD tehnika za usporedbu faza [99]. U istraživanju promjena mikrostrukture kod niskougličnog čelika bez pojave i s pojavom Lüdersove linije [93] korištena je isto EBSD tehnika pri različitim stupnjevima deformacije.

U posljednje vrijeme ispitivanje transmisivskim elektronskim mikroskopom sve češće se koristi za ispitivanja svojstava materijala koja se povezuju s procesima koji se odvijaju u mikrostrukтури. Ovom metodom dokazano je da se može odrediti gustoća dislokacija u ispitivanom materijalu kod različitih čelika, kao i pojava deformacijom induciranih precipitata kod niobijem mikrolegiranoga čelika. Ukoliko u ispitivanom čeliku postoje i precipitati, dobiva se interakcija prisutnih dislokacija s precipitatima. To je naročito važno kod procesa plastične deformacije na početku plastičnog toka materijala gdje se ovi procesi odvijaju u nekim čelicima [114].

Pojava Lüdersovih linija usko se povezuje i prati ispitivanjem transmisivskim elektronskim mikroskopom. Kod čelika s različitim kemijskim sastavima promatrane su promjene u mikrostrukтури na nanorazini, odnosno gustoća dislokacija i njihova interakcija s precipitatima različitog kemijskog sastava [114]. Upotrebom ove metode došlo se do različitih informacija o ponašanju čelika bez pojave i s pojavom Lüdersovih linija. Mehaničko ponašanje na nanorazini, sitnozrnatog austenitnog nehrđajućeg čelika koji pokazuje pojavu Lüdersovih linija, ispitano je u istraživanju [90] koristeći transmisivsku elektronsku mikroskopiju. U novijim istraživanjima kod Mn čelika [99] s pojavom Lüdersovih linija korištena je transmisivska elektronska mikroskopija za određivanje početne mikrostrukture čelika. Kod austenitnog čelika Fe-17Cr-6Ni [117] s većim zrnima i puno sitnijim zrnima koji pokazuje pojavu Lüdersove linije, proučavana je mikrostruktura na nanorazini pri različitim stupnjevima deformacije. Ovom metodom povezuje se pojava Lüdersovih linija s pomicanjem i rasporedom te gustoćom dislokacija [118].

Novija istraživanja pokazuju da se, uz prethodno navedene metode, koristi rendgenska difrakcija kod ispitivanja niskougličnog mikrolegiranoga čelika [18]. Na različitim područjima pojave Lüdersove linije određuje se konstanta kristalne rešetke. Gustoća dislokacija kod

različitih stupnjeva deformacije tijekom vlačnog ispitivanja čelika Fe-0.2C-11Mn-2Al, koji ima pojavu Lüdersovih linija, dobivena je u istraživanju [98] korištenjem rendgenske difrakcije. Metoda rendgenske difrakcije koristi se i kod određivanja faza prisutnih u ispitnom uzorku nakon različitih stupnjeva deformacije gdje se pojavljuju Lüdersove linije [117].

Analiza parametara matematičkim modeliranjem tijekom oblikovanja deformiranjem pokazala se uspješnom za optimizaciju proizvodnih procesa [119], [120]. Prijašnja istraživanja u području matematičkog modeliranja pokazala su da se metoda regresijske analize koristi za opisivanje procesa tijekom odvijanja deformacije kod različitih tehnologija oblikovanja deformiranjem. U istraživanjima [71], [121] je korištena metoda regresijske analize kod niskougličnog čelika koji je pokazao pojavu Lüdersove linije. Na ambalažnom materijalu određivani su modeli za parametre dubine, širine i dužine Lüdersove linije koje se pojavljuju tijekom plitkog vučenja (*eng. stamping*) u hladnom stanju. Utvrđeno je da su rezultati parametara dobivenih matematičkim modelima regresijske analize pokazali vrlo dobro slaganje s rezultatima izmjerenim eksperimentalnim ispitivanjima. Ovo potvrđuje činjenicu da je metodom regresijske analize odgovarajućim matematičkim modelima moguće vrlo dobro opisati željene parametre kod Lüdersovih linija.

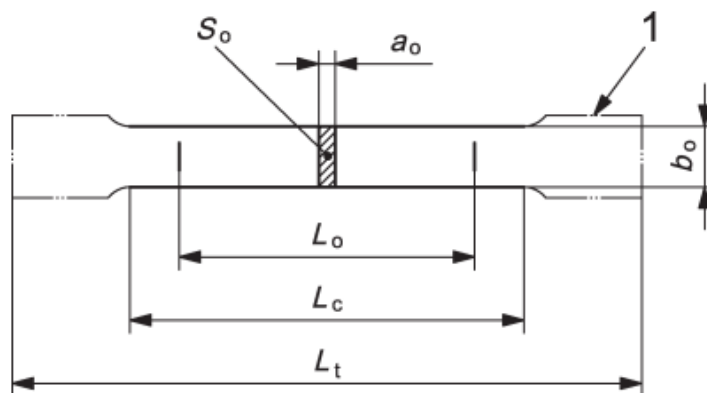
Istraživanje [122] potvrđuje metodu regresijske analize kao vrlo korisnu za opisivanje izlaznih parametara dobivenih matematičkim modelima kod procesa uzdužnog tokarenja kao što su glavna sila rezanja, srednje aritmetičko odstupanje profila te definiranje postojanosti alata. Matematički modeli u ovom istraživanju dobiveni regresijskom analizom pokazali su vrlo velike točnosti s obzirom na vrlo visoke iznose koeficijenata determinacije. U istraživanju [123] su provedena ispitivanja valjanja čeličnog lima gdje je regresijskom analizom provedeno matematičko modeliranje izlaznog parametra sile oblikovanja lima pomoću valjka pri različitim ulaznim parametarima kao što su vlačna čvrstoća te debljina i širina lima/trake. U ovom istraživanju metoda regresijske analize pokazala se vrlo pouzdanom i točnom pri dobivanju matematičkog modela za parametre tijekom procesa valjanja.

## 5. METODE ISTRAŽIVANJA LÜDERSOVIH LINIJA

### 5.1 Statičko vlačno ispitivanje

Statičko vlačno ispitivanje je ispitivanje kojim je moguće utvrditi osnovna mehanička svojstva materijala kao što su gornja,  $R_{eH}$  i donja granica razvlačenja,  $R_{eL}$  te vlačna čvrstoća,  $R_m$ . U uvjetima jednoosnog statičkog vlačnog ispitivanja moguće je ispitati elastično i plastično ponašanje materijala. Ispitivanja se provode na kidalicama kojima se ispitni uzorci vlačno opterećuju do loma. Kontinuirano se tijekom ispitivanja mjere sila i produljenje te se dobiva dijagram sila-produljenje iz kojega je moguće očitati silu tečenja i maksimalnu silu da bi se uz pomoć površine početnog presjeka ispitnog uzorka mogle izračunati granice razvlačenja i vlačna čvrstoća [124].

Ispitivanja kod čeličnih traka uglavnom se provode na ispitnim uzorcima plosnatog poprečnog presjeka, slika 5-1.



a)

Slika 5-1. Oblik ispitnog uzorka za statičko vlačno ispitivanje: plosnati ispitni uzorak [125].

Oznake na slici 5-1:

$L_0$  – početna mjerna duljina ispitnog uzorka, (mm)

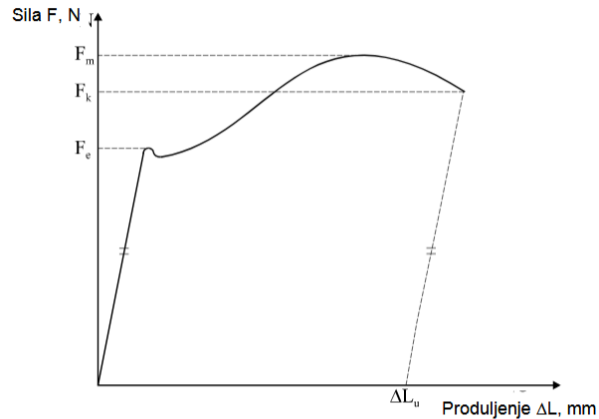
$L_t$  – ukupna duljina ispitnog uzorka, (mm)

$a_0$  – debljina plosnatog ispitnog uzorka, (mm)

$b_0$  – širina plosnatog ispitnog uzorka, (mm)

$S_0$  – površina početnog presjeka ispitnog uzorka, (mm<sup>2</sup>).

Tijekom statičkog vlačnog ispitivanja, ispitni uzorak se razvlači pri čemu dolazi do produljenja ispitnog uzorka. Kidalica iscrtava tijekom ispitivanja dijagram sila-produljenje ( $F-\Delta L$ ) koji za niskouglični čelik prikazuje slika 5-2 [126].



Slika 5-2. Dijagram sila-produljenje ( $F-\Delta L$ ) za niskouglični konstrukcijski čelik [124].

U prvom dijelu dijagrama postoji linearna ovisnost sila-produljenje koja se odnosi na elastičnu deformaciju. Dostizanjem sile razvlačenja,  $F_e$  dolazi do daljnjeg produljivanja ispitnog uzorka bez znatnijeg povećanja sile. Nakon sile razvlačenja više nema linearne ovisnosti sile i produljenja te se ulazi u područje plastične (trajne) deformacije. U području plastične deformacije opterećenje nastavlja dalje rasti sve do maksimalne sile,  $F_m$  pri čemu dolazi do pojave vrata i smanjenja poprečne površine ispitnog uzorka. Smanjenje poprečne površine ispitnog uzorka uzrokuje daljnje smanjenje sile sve do loma ispitnog uzorka [124], [126].

S obzirom da iznosi sila ne daju pravi uvid u mehaničku otpornost materijala, potrebno je u izračunu uzeti u obzir i početnu površinu poprečnog presjeka ispitivanog uzorka, stoga se iznosi naprezanja dobivaju sljedećim izrazom (5-1):

$$\sigma = \frac{F}{S_0} ; (MPa) \quad (5-1)$$

gdje je:  $F$  – sila izražena u njutnima,

$S_0$  – površina početnog poprečnog presjeka ispitnog uzorka u  $mm^2$ .

Relativno produljenje ili istežanje,  $\varepsilon$  dobiva se dijeljenjem produljenja s početnom mjernom duljinom,  $L_0$  te se može izraziti u mm/mm ili postotcima prema sljedećim izrazima:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}, \text{ mm/mm} \quad (5-2)$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \cdot 100, \% \quad (5-3)$$

U području elastične deformacije nakon rasterećenja ispitnog uzorka dolazi do iščezavanja deformacija i u tome području vrijedi Hookeov zakon kojeg opisuje izraz (5-4):

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (5-4)$$

Youngov modul elastičnosti  $E$  predstavlja odnos jednoosnog naprezanja i deformacije. Povećanjem modula elastičnosti nagib Hookeova pravca je strmiji i bit će potrebno veće naprezanje za isto istežanje. Hookeov pravac je ograničen s gornje strane granicom razvlačenja nakon koje se ispitni uzorak nastavlja produljivati uz privremeno smanjenje naprezanja [124] i utvrđuje se izrazima:

$$R_{eH} = \frac{F_{eH}}{S_0}, (MPa) \quad (5-5)$$

$$R_{eL} = \frac{F_{eL}}{S_0}, (MPa) \quad (5-6)$$

gdje je:  $F_e$  – sila tečenja u njutnima, N,

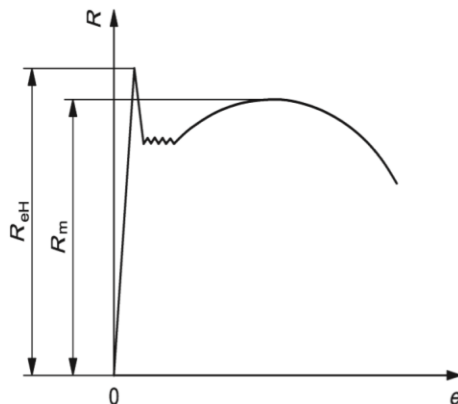
$S_0$  – površina početnog presjeka u  $\text{mm}^2$ .

Kod niskougličnih konstrukcijskih čelika najčešće granicu razvlačenja karakteriziraju gornja granica razvlačenja,  $R_{eH}$  i donja granica razvlačenja,  $R_{eL}$ . Očitavanjem maksimalne sile tijekom ispitivanja može se izračunati vlačna čvrstoća,  $R_m$ . Vlačna čvrstoća jednaka je omjeru maksimalne sile,  $F_m$  i površine početnog presjeka,  $S_0$ . Često se vlačna čvrstoća naziva maksimalnim naprežanjem što nije istina s obzirom da se radi o naprežanju pri maksimalnoj sili. Površina poprečnog presjeka ispitnog uzorka se, od trenutka postizanja maksimalne sile, počinje naglo smanjivati, ali stvarno naprežanje raste [124], [126].

$$R_m = \frac{F_m}{S_0}, (MPa) \quad (5-7)$$

gdje je:  $F_m$  – maksimalna sila u njutnima.

Nehomogeno ponašanje niskougličnog mikrolegiranog čelika tijekom statičkog vlačnog ispitivanja kod hladne deformacije s izraženom gornjom i donjom granicom razvlačenja koje karakteriziraju pojavu Lüdersove linije, prikazan je na dijagramu sila-istezanje na slici 5-3:



Slika 5-3. Nehomogeno ponašanje na početku plastičnog toka materijala kod hladne deformacije karakteristično za niskouglične čelike [125].

## 5.2 Termografija

Metoda termografije temelji se na detektiranju topline koju zrači neko tijelo koje je pod određenim opterećenjem pri čemu se javljaju naprezanja u materijalu. Uređaji koji se koriste za ispitivanja metodom termografije nazivaju se infracrvene ili termovizijske kamere. Infracrvene kamere omogućavaju pretvaranje infracrvenog zračenja u vidljivu sliku koja se još naziva termogram. Termogramima se mogu razlikovati područja različitih temperatura u obliku različitih obojenja pri čemu se jasno može detektirati pojava plastične deformacije preko lokalizacije promjene temperature, odnosno naprezanja, u zoni deformacije [9].

Metoda termografije sve češće se koristi za istraživanje procesa deformacije pri čemu infracrvena kamera detektira ukupnu energiju koja dolazi do njenog detektora. Ukupna energija koja se javlja tijekom plastične deformacije sastoji se od emitirane energije, transmitirane energije i reflektirane energije. Metodom termografije se mjeri samo emitirana energija tijela. S obzirom da su većina materijala u građevinarstvu tijela koja nemaju mogućnost transmisije, odnosno prijenosa toplinske energije kroz tijelo, potrebno je ukloniti refleksiju s površine ispitnog uzorka pri čemu se mjeri samo emitirana energija tijela [127].

Termografskom kamerom moguće je mjeriti disipiranu energiju do koje dolazi uslijed plastične deformacije te se na osnovu izmjerenih vrijednosti energija dobiva slika koja prikazuje raspored temperatura po promatranom području zone deformacije. Pri samoj plastičnoj deformaciji dolazi do promjene temperature materijala uslijed obavljenog plastičnog rada. Iz tog se razloga termografija pokazala kao pogodna metoda za istraživanje zone deformacije, prvenstveno istraživanja nehomogenih deformacija. Početak plastične deformacije, mjesta lokalizacije deformacije te iznose naprezanja u svakoj točki zone deformacije moguće je odrediti metodom termografije [73].

Postupak ispitivanja zahtijeva uklanjanje svih okolnih izvora energije te je, sukladno tome, potrebno osigurati konstantne uvjete u prostoru u kojem se vrši ispitivanje. Na ovaj način i odabirom odgovarajućeg premaza osigurava se visok faktor emisivnosti. Faktor emisivnosti je vrlo važan za točno provođenje mjerenja promjene temperature promatranog tijela uz uvjet da tijelo koje je predmet ispitivanja ima jednaka svojstva kao idealno crno tijelo i da su uvjeti u okolini konstantni tijekom ispitivanja. S obzirom na veliku važnost određivanja faktora emisivnosti za točnost dobivenih mjerenja promjene temperature, odabir najboljeg premaza sa što većim faktorom emisivnosti predstavlja vrlo važan korak kod ispitivanja metodom termografije. Potrebno je osigurati što veći i konstantni iznos faktora emisivnosti preko cijelog područja ispitivanog tijela. Korištenje mat premaza pokazalo se kao vrlo dobro rješenje s obzirom na veliki faktor emisivnosti i smanjenje refleksije pri čemu je osigurano visokokvalitetno mjerenje metodom termografije [73], [127].

Faktor emisivnosti predstavlja omjer ukupne energije zračenja što emitira realno tijelo u odnosu na ukupnu energiju zračenja idealnog crnog tijela pri istoj temperaturi pri čemu opisuje sposobnost materijala da emitira toplinsku energiju koju je apsorbiralo [73], [128]:

$$\epsilon = \frac{w_o}{w_{ct}} \quad (5-8)$$

gdje je:  $\epsilon$  - faktor emisivnosti tijela,

$w_o$  - ukupna energija zračenja realnog tijela,

$w_{ct}$  - ukupna energija zračenja idealno crnog tijela.



Stephan-Boltzmannov zakon zračenja idealno crnog tijela poznat je kao relacija koja opisuje cjelokupnu emitiranu energiju crnog tijela ( $W_z$ ):

$$W_z = \sigma_B \cdot T^4 \quad (5-9)$$

gdje je:  $\sigma_B$  - Stephan-Boltzmannova konstanta za idealno crno tijelo,

$$\sigma_B = 5,670400 \cdot 10^{-8} \text{ Js}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ K}^{-4}.$$

S obzirom da samo idealna crna tijela imaju maksimalan faktor emisivnosti jednak 1, potrebno je u prethodnu jednadžbu uvrstiti faktor emisivnosti za realna tijela:

$$W_z = A \cdot \epsilon \cdot \sigma_B \cdot T^4 \quad (5-10)$$

gdje je :  $A$  - površina promatranog tijela

$T$  - temperatura.

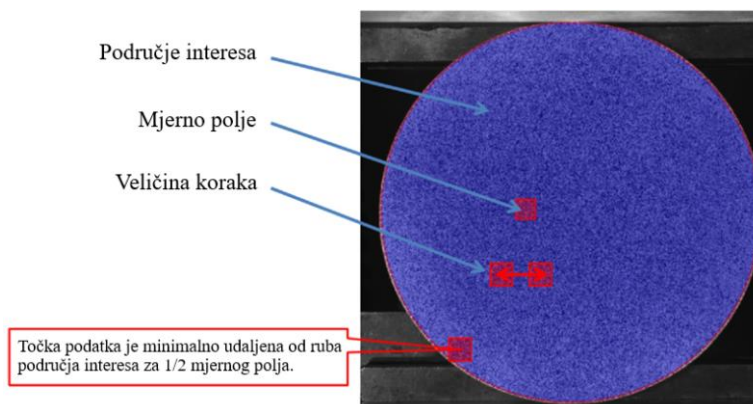
Analiza rezultata dobivenih eksperimentalnim ispitivanjima metodom termografije analiziraju se različitim programskim paketima kojima je moguće utvrditi promjene i raspodjelu temperature, odnosno naprezanja, tijekom procesa deformacije. Programski paketi omogućavaju dobivanje informacija o raspodjeli i promjeni iznosa temperature, odnosno naprezanja preko cijele zone deformacije. Veliki broj snimljenih slika termovizijskom kamerom tijekom mjerenja omogućava detaljan prikaz ponašanja materijala tijekom ispitivanja različitim metodama. U posljednje vrijeme metoda termografije vrlo često se koristi zajedno s metodom statičkog vlačnog ispitivanja pri čemu se određuje promjena naprezanja preko promjene temperature na ispitivanom materijalu. Programski paketi omogućavaju dobivanje kvalitativnog i kvantitativnog prikaza dobivenih rezultata u bilo kojem trenutku tijekom procesa deformacije ispitnog uzorka.

### 5.3 Digitalna korelacija slike

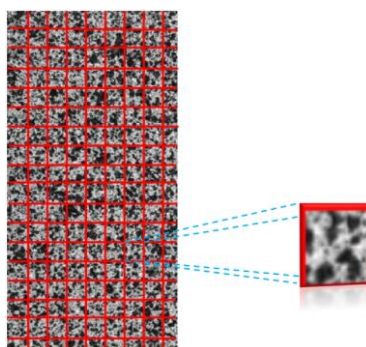
Uz metodu termografije danas se vrlo često koristi i metoda digitalne korelacije slike za detekciju i karakterizaciju Lüdersovih linija kod različitih materijala. Metoda digitalne korelacije slike je beskontaktna optička tehnika, odnosno metoda, koja je vrlo jednostavna za korištenje i isplativa s obzirom da ne zahtijeva velike troškove za ispitivanja. Koristi se za mjerenje pomaka i deformacija u području interesa zone deformacije [129].

### 5.3.1 Bazna teorija metode digitalne korelacije slike

Metoda digitalne korelacije slike je bazirana na praćenju nasumično nanesenih markera na površini ispitnog uzorka. Programski paket na bazi različitog intenziteta osvjetljenja markera detektira pomake pojedinih točaka po površini ispitnog uzorka u okviru određenih mjernih polja (engl. *subsets*) i veličine koraka (engl. *step size*), slika 5-4 a. Dosadašnja istraživanja su pokazala da mjerno polje mora sadržavati dovoljan broj markera kako bi se mogla provesti pravilna korelacija, slika 5-4 b.



a)



b)

Slika 5-4. Priprema ispitivanja metodom digitalne korelacije slike: a) označavanje područja interesa, mjernog polja (*subset*) i veličine koraka (*step-size*) na ispitnom uzorku, b) označavanje mjernog polja (*subset*) s markerima [130].

Tijekom ispitivanja prati se položaj nasumično nanesenih markera na referentnoj slici, prije početka deformacije i slikama nakon određenog stupnja deformacije u određenom mjernom

polju. U svrhu dobivanja rezultata velike točnosti uključeni su brojni parametri na koje se obraća pozornost tijekom ispitivanja kao što je veličina markera, gustoća markera na površini ispitnog uzorka, tip algoritma, veličina mjernog polja (subseta), dobar kontrast između pozadine i nanesenih markera [131].

Nasumično nanese markeri na površinu ispitnog uzorka najčešće se mogu dobiti tehnikom nanošenja boje. Ovaj način nanošenja markera na površinu ispitnog uzorka je vrlo čest kod metala, keramike i kompozitnih materijala. Najčešće se koriste mat premazi da bi se izbjegla moguća refleksija korištenjem drugih vrsta premaza, naročito kod jakog osvjetljenja. Kod pripreme ispitnih uzoraka za ispitivanje metodom digitalne korelacije slike velika se važnost pridaje postizanju dobrog kontrasta nanošenjem bijele boje na površinu ispitnog uzorka i crnih markera i obrnuto u svrhu dobivanja boljeg kontrasta [132]. Općenito se površina ispitnih uzoraka premazuje vrlo tankim slojem premaza jer nanošenje debljeg sloja premaza može dovesti do curenja premaza što može promijeniti oblik ispitivane površine uzorka. Suha površina ispitnog uzorka nakon nanošenja premaza zahtijeva se prije nasumičnog nanošenja markera s obzirom da nedovoljno suha površina prije nanošenja markera može izazvati miješanje boja i zamućenje nanošenjem markera na mokru površinu ispitnog uzorka [133].

Ispitivanja ovom metodom osiguravaju mogućnost istraživanja kompleksnih pomaka i deformacija na površini ispitnog dijela ispitnog uzorka. S obzirom na broj kamera koje se koriste tijekom ispitivanja metodom digitalne korelacije slike, mogu se provesti 2D i 3D ispitivanja. Ukoliko se koristi više kamera, govori se o 3D ispitivanju [134], a ispitivanje jednom kamerom podrazumijeva 2D ispitivanje. Princip rada metode digitalne korelacije slike zasniva se na snimanju slika optičkom kamerom prije i nakon određenog stupnja deformacije. Snimljene slike računalno se obrađuju u korelacijskom programskom paketu pri čemu se rezultati prikazuju u obliku polja pomaka i deformacija na površini ispitnog uzorka [133].

Metoda zahtijeva pravilnu eksperimentalnu pripremu ispitnih uzoraka da bi se osigurali točni i precizni rezultati mjerenja deformacija u zoni deformacije [129]. Eksperimentalna priprema za ispitivanja metodom digitalne korelacije slike je od vrlo velike važnosti s obzirom da o tome ovisi točnost i konzistentnost mjerenja. Posebna pozornost treba se pridavati pripremi ispitnih uzoraka, izvoru svjetlosti [135], [136] i kameri [137] koja se koristi tijekom ispitivanja [138]. Ispitivanje 2D metodom digitalne korelacije slike zahtijeva da su provedena ispitivanja

prije i nakon deformacije u istoj ravnini. Važan preduvjet, koji je potrebno zadovoljiti, je da kamera bude postavljena okomito u odnosu na ispitivanu površinu ispitnog uzorka [139]. Eventualno pomicanje izvan ravnine mora biti zanemarivo malo u odnosu na pomicanje ravnine koja se promatra, odnosno na površinu ispitnog uzorka [140]. Tijekom 2D-DIC ispitivanja rezolucija digitalnih slika ima vrlo važnu ulogu u povećavanju točnosti provedenih mjerenja s obzirom da rezolucija predstavlja piksele snimljenih slika. Točniji rezultati dobit će se korištenjem slika visoke prostorne rezolucije jer je svaki piksel precizno predstavljen na površini ispitnog uzorka [138].

Tri glavne komponente programskog paketa MatchID 2D koji je korišten u ovom radu su: određivanje korelacijske funkcije, interpolacija i funkcija oblika mjernog polja (*subseta*). Kriterij korelacije koristi se kako bi se pronašla odgovarajuća mjerna polja (subsets) referentne slike na slikama nakon određene deformacije, odnosno da bi se odredila promjena položaja markera. Programski paket MatchID nudi nekoliko mogućnosti odabira korelacijskih funkcija [141]:

- normalizirana suma razlike kvadrata (engl. *Normalized Sum of Squared Differences-NSSD*),
- aproksimirana suma razlike kvadrata (eng. *Approximated-NSSD*),
- nulta normalizirana suma razlike kvadrata (engl. *Zero-Normalized Sum of Squared Differences-ZNSSD*),
- nulta normalizirana unakrsna korelacija (engl. *Zero-Normalized Cross-Correlation-ZNCC*).

Osim odabira korelacijske funkcije, odabire se i vrsta interpolacije da bi se osigurao kontinuirani signal iz diskretnih lokacija piksela. Postoje dvije glavne kategorije interpolacije: spline i polinomna interpolacija. U pravilu spline interpolacija daje najmanje systemske pogreške, ali koristi više prostornih informacija što smanjuje prostornu razlučivost mjerenja. Spline interpolacija može biti napravljena paralelno s korelacijskim algoritmom. To privremeno usporava proces korelacije, ali je korisno kada se radi na velikom broju slika [141].

Komponenta funkcije oblika odnosi se na oblik određenog mjernog polja (*subseta*) tijekom defomacije. Postoje različite funkcije oblika u programskim paketima kao što su gruba

(engl. *rigid*), glatka (engl. *affine*), nepravilna (engl. *irregular*), kvadratna (engl. *quadratic*) i dinamička (engl. *dynamic*) funkcija oblika mjernog polja (*subseta*) [141].

Na početku postupka usklađivanja slika (engl. *image matching process*) najprije treba odrediti područje interesa (engl. *area of interest*) na referentnoj slici nakon čega slijedi određivanje odgovarajućih mjernih polja na deformiranim slikama. Nakon dobivanja podudarnosti mjernog polja referentne i deformirane slike slijedi određivanje vektora pomaka koji ukazuje na kretanje koreliranih mjernih polja (*subseta*). Ovakav koncept uspješno je primijenjen jer se pretpostavlja da susjedne točke u referentnoj slici ostaju kao susjedne točke i nakon deformacije. Ne postoji određeno pravilo ili smjernica za određivanje optimalne veličine mjernog polja s obzirom da to ovisi o pojedinom ispitivanju. Veliko mjerno polje zahtijeva duže vrijeme računanja i daje prosječan rezultat polja pomaka, dok manja mjerna polja mogu sadržavati premali broj markera i time ih je tijekom procesa korelacije teško razlikovati od drugih mjernih polja. Rezultat toga mogu biti nepouzdana rezultati ispitivanja [142].

Metoda digitalne korelacije slike pokazuje mnogo prednosti u odnosu na tradicionalne metode mjerenja deformacija i sve češće se koristi u inženjerskom svijetu s vrlo širokom primjenom u strojarstvu, u znanosti o materijalima, identifikaciji i karakterizaciji materijala, biomedicinskim i biomehaničkim znanostima.

#### **5.4 Pretražna elektronska mikroskopija (SEM)**

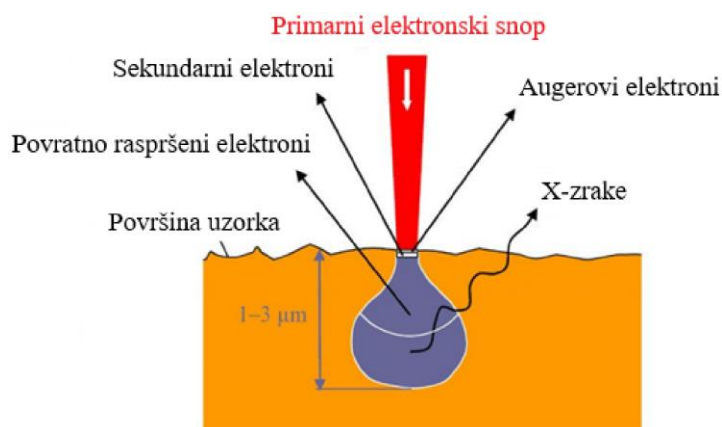
Princip rada pretražnog elektronskog mikroskopa je u skeniranju, odnosno pretraživanju površine uzorka, snopom elektrona koji pobuđuje elektrone u sastavu atoma ispitivanog uzorka. Fokusirani snop elektrona visoke energije koristi se za generiranje raznih signala na površini uzoraka. Signali koji proizlaze iz interakcije uzorak-elektroni daje informacije o uzorku uključujući vanjsku morfologiju (teksturu), kemijski sastav, kristalnu strukturu i orijentaciju kristalne rešetke koja čini mikrostrukturu [143].

Linija po linija skenira se snopom elektrona preko kvadratnog predloška na površini uzorka pri čemu oblik predloška skeniranja definira površinu koja će biti prikazana na slici. Pomicanjem snopa elektrona od točke do točke signali se reflektiraju različitom snagom različitosti u uzorku [144].

Signali koji daju sliku nisu isključivo generirani na površini uzorka jer prodiru na određenu udaljenost u dubinu uzorka pri čemu mogu izazvati reakciju jednom ili više puta na cijelom putu. Postoji više vrsta signala koji nastaju, slika 5-5:

- sekundarni elektroni (SE) - elektroni atoma koji su izbačeni uslijed interakcije s primarnim elektronima iz snopa pri čemu daju najbolju rezoluciju slike. Imaju vrlo malu energiju (manje od 50 eV) zbog čega mogu biti izbačeni iz plitkog dijela površine uzorka. Ovi elektroni se promatraju za određivanje morfologije.

- povratno raspršeni elektroni - primarni elektroni iz snopa koji se odbiju nazad od površine uzorka. Imaju visoku energiju (od 50 eV). Njihova energija omogućava veći opseg interakcije i dobivanje slabije rezolucije slike. Svjetlija površina na slici stvara se odbijanjem više elektrona visokog atomskog broja jezgre pri čemu slike mogu dati važne informacije o kemijskom sastavu uzorka.



Slika 5-5. Interakcija snop elektrona-uzorak [145].

Pretražni elektronski mikroskop sastoji se od elektronske kolone koja stvara snop elektrona, komore za uzorke, gdje snop elektrona pada na uzorak, detektora koji promatraju varijabilnost signala koji dolaze od interakcije uzorka i snopa, sustava za gledanje koji pretvara signale u vidljivu sliku. Na vrhu kolone stvara se snop elektrona gdje elektronski top usmjerava elektrone koji se emitiraju iz vrlo malog dijela površine elektrode i dolazi do ubrzavanja elektrona niz kolonu prema uzorku. Elektroni iz snopa prodiru na uzorak i predaju energiju koja se emitira iz uzorka na nekoliko načina. Svako emitiranje znači i potencijalni signal za detektore

koji iz njih mogu kreirati odgovarajuću sliku. Elektroni u uređaju nikad ne formiraju stvarnu sliku uzorka već virtualnu sliku iz signala koji su emitirani iz uzorka [144].

Neke od važnijih prednosti pretražnog elektronskog mikroskopa u odnosu na ostale mikroskope je rezolucija, dubina polja i mikroanaliza. Pod rezolucijom se smatra sposobnost pretražnog elektronskog mikroskopa da se njime mogu vidjeti vrlo mali objekti. Sljedeća prednost dubine polja je važna s obzirom da omogućuje ostajanje u fokusu objekata različitih visina na uzorkovanoj površini. Većom dubinom polja mikroskop može kvalitetnije prikazati trodimenzionalne objekte. Mikroanaliza podrazumijeva sposobnost da se analizira sastav uzorka različitim analizama. Pretražni elektronski mikroskop omogućuje provođenje analiza linijskom, mapiranjem i točkastom analizom.

Izbijanjem elektrona iz unutarnje ljuske atoma ubrzanim elektronima iz elektronskog snopa nastaju X-zrake. Energija elektrona razlikuje se od ljuske do ljuske unutar atoma i specifična je za svaki određeni element. Spektrometar X-zraka prikuplja karakteristične X-zrake sortira ih na temelju energije (engl. *Energy Dispersive Spectrometry - EDS*). Broj X-zraka dobivenog spektra iscrtava se na okomitoj osi, a energija na vodoravnoj osi gdje vrhovi na spektru odgovaraju elementima prisutnim u uzorcima. Visina vrha energije na spektru označava koji je element u pitanju, a broj signala u određenom vrhu na spektru udio elementa u promatranom dijelu uzorka.

Mapiranjem se u obliku mapa točaka općenito mogu prikazati slike dobivene X-zrakama ukoliko je spektrometar postavljen tako da registrira točke na zaslonu. Na ovaj način u obliku točaka može se dobiti prostorni razmještaj elementa [144].

## **5.5 EBSD**

EBSD analiza je tehnika kojom se može dobiti mikrostrukturno-kristalografska analiza materijala. U posljednje vrijeme pokazala se kao tehnika koja je znatno unaprijedila karakterizaciju materijala direktno povezujući mikrostrukturu s kristalografskom orijentacijom materijala pri čemu se mogu dobiti kvantitativni rezultati o mikrostrukтури materijala. Snimanjem EBSD patterna pomoću CCD kamere, koja se nalazi u EBSD detektoru, mogu se odrediti različite značajke ispitivanog materijala.

### 5.5.1 Općenito o EBSD-u

EBSD metoda omogućuje dobivanje informacija o kristalnoj strukturi na maloj površini materijala pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa. EBSD mape se formiraju pomicanjem snopa elektrona od točke do točke na različitim dijelovima površine uzoraka tijekom ispitivanja pretražnim elektronskim mikroskopom [115]. EBSD detektor koristi se u sklopu pretražnog elektronskog mikroskopa gdje je snop elektrona usmjeren na nagnuti dio uzorka te atomi u materijalu raspršuju dio elektrona i tvore divergentni izvor elektrona. Pri tome elektroni udaraju u atomske ravnine pod kutem koji zadovoljava Bragg-ovu jednadžbu:

$$n\lambda = 2d_s \sin\theta \quad (5-11)$$

gdje je:  $n$  - red refleksije,

$\lambda$  - valna duljina elektronskog snopa,

$d_s$  - razmak između difrakcijskih ravnina,

$\theta$  - upadni kut elektrona na difrakcijsku liniju.

Elektroni se raspršuju stvarajući zone velikih kuteva gdje svaka zona pripada jednoj ravnini [146]. Slika koja se dobije na fosfornom zaslonu sadrži karakteristične Kikuchi linije koje se formiraju u dijelu gdje elektroni većeg intenziteta presijecaju fosforni zaslon [147].

Fosfor u zaslonu ima interakciju s difraktiranim elektronima i emitira svjetlost koju kamera može snimiti pri čemu se formiraju tzv. Kikuchi linije ili patterni odbijenih elektrona (*engl. electron backscatter pattern - EBSP*). Linije u patternu predstavljaju reflektirane ravnine kristala. Geometrijski raspored linija je funkcija orijentacije kristalne rešetke tako da se simetrija kristalne rešetke reflektira u patternu. Širina i intenzitet linija su direktno povezani s razmakom između atoma u kristalografskoj ravnini, a kutovi između linija su direktno povezani s kutovima između kristalnih ravnina [116]. Pojavom patterna na fosfornom zaslonu CCD kamera prikuplja sliku EBSD patterna.

Snop elektrona ima interakciju s uzorkom koji je nagnut pod određenim kutem. Općenito su uzorci nagnuti pod kutom od  $60^\circ$  do  $80^\circ$ , a najčešće pod kutom od  $70^\circ$  u odnosu na EBSD detektor da bi se povećala kvaliteta dobivenih patterna. Dobiveni patterni se transferiraju iz CCD kamere u računalo gdje se indeksiraju da bi se odredila orijentacija kristalne rešetke [115].



Difrakcijske linije dobivene pomoću EBSD detektora koriste za određivanje orijentacije pojedinih kristala u strukturi materijala i prikazuju razliku između pojedinih faza te se na taj način mogu identificirati pojedine faze.

Skeniranjem površine uzorka mjeri se orijentacija svakog kristala unutar polikristalne strukture te se pomoću mapa određuje morfologija zrna, orijentacija i granice zrna. Ovakvim načinom mjerenja može se dobiti kvantitativni prikaz mikrostrukture s velikom točnošću [147].

Današnji moderni uređaji su znatno ubrzali proces sakupljanja i indeksiranja patterna te se uz upotrebu boljih i preciznijih pretražnih elektronskih mikroskopa može dobiti detaljan prikaz kristalne strukture uzoraka [115].

Određivanje orijentacije kristalne rešetke sastoji od detekcije Kikuchi linija, identifikacije Kikuchi linija i indeksiranja patterna te na kraju određivanja orijentacije. Detekcija Kikuchi linija provodi se pretvaranjem Kikuchi linija iz snimljenih slika u točke u Houghovu području s obzirom da se na taj način točke mogu točnije odrediti od linija. Sljedeći važan korak je identifikacija Kikuchi linija koja se provodi na način da se dobivene Kikuchi linije povezuju s određenim ravninama kristalne rešetke. Širina Kikuchi linija i kutovi između njih uspoređuju se s teoretskom listom difrakcijskih ravnina kristalne rešetke pohranjene u programskom paketu i kutovima između Millerovih indeksa ravnina prisutnih u strukturi. Kutovi između tri linije, koje se međusobno križaju, izračunavaju se i uspoređuju s podacima u tablici te se određuje njihov identitet unutar tolerancija od  $1-2^\circ$  [116].

Završenim indeksiranjem i određivanjem orijentacije kristalne rešetke formiraju se orijentacijske mape. EBSD, odnosno orijentacijske mape, mogu vrlo dobro prikazati osnovne karakteristike mikrostrukture materijala u 2D prikazu, kao što su npr. veličina i oblik zrna. Međutim, jasno su vidljive i analitičke informacije ponajprije o teksturi materijala, raspodjeli svakog pojedinog zrna ili subzrna sa specifičnom orijentacijom, raspodjeli pojedinih faza u materijalu, granicama zrna i stanju deformacije u svakom zrnu [148].

Najčešće korišteni oblik orijentacijskih mapa su inverzne polarne slike (eng. inverse polar figure IPF) koje koriste različite palete boja. Na mapama su zrna prikazana različitim bojama ovisno o tome kojoj ravnini pripada pojedino zrno ili subzrno, a boja pojedinog zrna se određuje prema inverznoj polarnoj slici koja određuje boje za svaku pojedinu kristalnu ravninu i u pravilu

dolazi uz orijentacijsku mapu. Kod svake se mape odabire određeni referentni smjer uzorka (kao što je npr. smjer valjanja) pri čemu se boja dodjeljuje za svaku izmjerenu orijentaciju kristala prema odabranom smjeru promatranja [147].

Prednost EBSD metode u odnosu na ostale tehnike i metode je u tome što se ovom tehnikom može izmjeriti razlika u orijentaciji između dva kristala, odnosno dva zrna, koja se nalaze unutar kristalne rešetke [147]. U slučaju pojave plastične deformacije unutar pojedinih zrna dolazi do rotacije njihove kristalne rešetke, odnosno može doći i do pojave subzrna što se može vidjeti ukoliko se koristi pretražni elektronski mikroskop visoke razlučivosti. Postoji nekoliko različitih metoda za mjerenje rotacije rešetke unutar kristalnog zrna od kojih su dvije najčešće:

- Kernelov tip - svaki piksel u dobivenoj mapi je obojen kao funkcija promjene stupnja orijentacije u odnosu na susjedne piksele,
- obojenje piksela unutar zrna prema stupnju rotacije u odnosu na referentnu, početnu, orijentaciju unutar zrna [148].

Nakon određivanja granica zrna formiraju se mape raspodjele granica zrna. Mape daju informacije o tome radi li se o malim kutovima između dva zrna pri čemu se mogu dobiti informacije o substrukтури pojedinog zrna. Ukoliko se radi o većim kutovima između dva zrna, mogu se dobiti informacije općenito o strukturi zrna [147]. Komponenta koja se odnosi na određivanje granice zrna ucrtava granice zrna na mjestima gdje između piksela postoji promjena u orijentaciji veća od definiranog, odnosno kritičnog kuta koji uobičajeno iznosi od  $2-5^\circ$  [148].

S obzirom da neki materijali nemaju samo nasumičnu orijentaciju, može se odrediti i raspodjela orijentacije kod uzoraka kod kojih postoji usmjerena orijentacija zrna, odnosno tekstura [147]. Komponenta za određivanje teksture materijala kod EBSD analize koristi idealnu orijentaciju kao referentnu. Nadalje, uzima se različito obojenje za svaki piksel na mapi koji pokazuje promjenu u orijentaciji u toj točki u odnosu na referentnu orijentaciju [148].

## 5.6 Transmisijska elektronska mikroskopija

Metoda transmisijske elektronske mikroskopije pokazala se kao metoda vrlo pogodna za istraživanje mikrostrukturnih promjena kod različitih materijala. Ispitivanjem transmisijskim elektronskim mikroskopom mogu se dobiti slike visoke rezolucije pri jako velikim povećanjima.

Karakterizacija mikrostrukture na nanorazini postaje sve važnija u znanstvenom svijetu te je u posljednje vrijeme našla vrlo široku primjenu za karakterizaciju različitih materijala. Ispitivanje mikrostrukture na nanorazini je vrlo značajno za povezivanje ponašanja i različitih svojstava materijala s mikrostrukturom koja se može dobiti metodom transmisijske elektronske mikroskopije. Metoda transmisijske elektronske mikroskopije obuhvaća na nanorazini određivanje morfologije, rasporeda i broja faza i zrna u mikrostrukтури ispitivanog materijala, strukture faza i zrna, identifikaciju kristalografskih defekata i njihove interakcije s česticama koje se pojavljuju u strukturi materijala [149].

Svaki transmisijski elektronski mikroskop sastoji se od izvora emitiranja elektrona (elektronski top), ubrzavajuće cijevi, kondenzora s otvorom za osvjetljavanje određenog dijela uzorka, držača uzorka, leće objektiva koji formira uvećanu sliku, otvora objektiva za ograničavanje elektrona do određenih kuteva, višestrukog sustava projektorskih leća, dvodimenzionalnog elektronskog detektora, fluorescentnih zaslona i kamere [150].

Razlučivost optičkih mikroskopa ograničena je valnom duljinom vidljivog svjetla, stoga kod tih mikroskopa nije moguće snimati slike na atomskoj razini za razliku od transmisijskih elektronskih mikroskopa kod kojih postoji mogućnost dobivanja informacija o mikrostrukтури pri vrlo velikim povećanjima [151]. Razlučivost transmisijskog elektronskog mikroskopa ne ovisi samo o valnoj duljini elektronskog snopa već je ograničena i kvalitetom mikroskopa. Današnji moderni transmisijski elektronski mikroskopi stvaljaju veliki naglasak na smanjivanje koeficijenta sfernog odstupanja leće objektiva u svrhu postizanja bolje razlučivosti mikroskopa [149].

Transmisijska elektronska mikroskopija obuhvaća sve oblike difrakcije, snimanja ili spektroskopije provedene elektronima visoke energije. Uzorci se pripremaju metodom replike i metodom folije. Metoda replike podrazumijeva analizu otiska mikrostrukture i danas se rijetko koristi. Prikladni uzorci za ispitivanje metodom folije moraju biti vrlo tanki (uobičajeno ispod

100 nm debljine) da bi se postigao dobar omjer signala i šuma. Potrebno je postići i dovoljan kontrast transmisije s obzirom da je interakcija uzorka s elektronima vrlo jaka i dolazi do pojave višestrukog elastičnog i neelastičnog raspršivanja elektrona [150].

Pri ispitivanju transmisijskim elektronskim mikroskopom elektronska leća prva stvara povećanu sliku, a nakon nje projekcijska leća stvara konačnu sliku na fluorescentnom zastoru, fotografskoj ploči ili filmu. Tijekom ispitivanja svi dijelovi mikroskopa, kojima prolazi snop elektrona uključujući i uzorke, nalaze se u vakuumu kako ne bi došlo do poremećaja putanje elektrona zbog zraka [152].

S obzirom na stvaranje slike, samo onim elektronima koji se difraktiraju pod određenim kutom kod transmisijske elektronske mikroskopije moguće je dobivanje svijetlog (BF) i tamnog polja (DF). Svijetlo polje stvara se kada dolazi do propuštanja samo transmitiranih (nedifrakcijskih) elektrona, dok se tamno polje stvara propuštanjem samo difrakcijskih elektrona [152].

## 5.7 Rendgenska difrakcija (XRD)

Rendgenska difrakcija je korisna analitička metoda bez razaranja materijala za karakterizaciju materijala te strukturnu analizu [153], [154]. Ova metoda omogućava informacije o prisutnim kvalitativnim komponentama te o procjeni njihovog udjela i daje mogućnost izračunavanja parametara koji karakteriziraju jediničnu ćeliju kristala [155]. Tijekom rendgenske difrakcije X-zrake koje padaju na uzorak, difraktiraju se na kristalnoj rešetki prema Braggovom zakonu (5-11) pri čemu raspršeno zračenje odaslano u svim smjerovima odnosno intenzitet ovisi o kutu raspršenja [153], [154], [155].

Analiza metodom rendgenske difrakcije može ukazati i dati korisne informacije o promjenama mikrostrukturnih parametara tijekom procesa deformacije na osnovu:

- promjene profila difrakcijske linije,
- promjene širine na polovici visine maksimuma profila difrakcijske linije,
- veličine kristalita i distorzije kristalne rešetke.

Promjena difrakcijske linije može dati informaciju o odvijanju određenih procesa u mikrostrukтури pri čemu je dokazano da do širenja profila difrakcijske linije primarno dolazi zbog

veliĉine kristalita tijekom deformacije. Razliĉite devijacije kristala utjeĉu na širenje difrakcijskih maksimuma, a dva glavna parametra koja se mogu išĉitati iz analize širine difrakcijskih maksimuma su veliĉina kristalita i naprezanje odnosno deformacija rešetke [153], [156]. Proširenja difrakcijskog maksimuma nastala zbog promjene veliĉine kristalita ili naprezanja promatraju se kroz difrakcijske maksimume kao funkcije kuta  $2\theta$  pri ĉemu se naprezanje mijenja faktorom  $\tan\theta$ .

Iz dobivenih difraktograma moŹe se odrediti meĉuatomska udaljenost,  $d$ , mjerenjem difrakcijskih maksimuma pri ĉemu dobiveni difraktogram predstavlja ovisnost intenziteta difrakcije o difrakcijskom kutu,  $2\theta$ . Veliĉina kristalita ovisi o širini difrakcijskog maksimuma na kojemu se vrši difrakcija [155], [157], [158]. Postoji više razliĉitih pristupa odreĉivanju veliĉine kristalita i deformacije kristalne rešetke [153], a jedna od njih je Scherrerova jednadŹba [159], [160], [161], [162] koja se moŹe izraĉunati prema izrazu:

$$D = \frac{c\lambda}{B\cos\theta} \quad (5-12)$$

gdje je:  $D$  - veliĉina kristalita,

$C$  - korekcijski faktor koji ovisi o obliku kristalita (tipiĉno vrijednosti od 0.9 do 1),

$\lambda$  - valna duljina X-zraka (1.5418 Å za CuK $\alpha$ ),

$B$  - puna širina na polovici difrakcijskog maksimuma s korekcijom zbog instrumentalnog proširenja,

$\theta$  - upadni kut X-zraka.

Za odreĉivanje širine na polovici difrakcijskog maksimuma s korekcijom zbog instrumentalnog proširenja koristi se više metoda kao što je Williamson-Hall ili Halder-Wagner metoda te se prilagoĉavanjem dobivenih parametara na eksperimentalne podatke s Gaussovom ili Cauchyjevom funkcijom moŹe opisati širina profila maksimuma zbog veliĉine zrna ili deformacije. Male kristalite te pogreške i deformacije karakteriziraju ĉisti difrakcijski profili [153], [163].

Osim veliĉine kristalita, instrumentalni faktori ureĉaja te mikronaprezanja u jedniĉnoj ćeliji, utjeĉu na širinu profila difrakcijske linije [155], [157]. Rietveld je došao do zakljuĉka da profil kutnog raspršenja sadrŹi više informacija od dobivenih intenziteta difrakcijskih

maksimuma neke tvari zbog čega se Rietveldova metoda koristi za utočnjavanje dobivenog strukturnog modela [153], [164]. Rietveldova metoda [164] uspoređuje izmjerene podatke s poznatom kristalnom strukturom pri čemu utočnjava parametre strukture metodom najmanjih kvadrata do poklapanja izračunatog difraktograma s eksperimentalno dobivenim difraktogramom. Rietveldovom metodom dobiva se veličina kristalita, naprezanje i dimenzije jedinične ćelije [155], [165].

Dobivenim rendgenskim difraktogramima razlikuju se dvije vrste deformacija:

- linearna, koja utječe na parametre kristalne rešetke uzorka jednoliko (Rietveldovo utočnjavanje parametara kristalne rešetke),
- nelinearna, koja se određuje složenijom analizom profila difrakcijskih linija (npr. Halder-Wagner ili Williamson-Hall metoda) [166].

Korištenjem Halder-Wagner relacije uz Scherrerovu i Wilsonovu relaciju dobiva se sljedeći oblik jednadžbe:

$$\left(\frac{\gamma}{\sin\theta_0}\right)^2 = \frac{\lambda}{L} \cdot \frac{\gamma}{\sin^2\theta_0} + (4e_g)^2 \quad (5-13)$$

gdje je:  $\gamma = \beta_i \cos\theta_0$ ,

$L$  - volumno usrednjena veličina kristalita,

$e_g$  - gornja granica deformacije.

Iz tog se razloga deformacija kristalne rešetke  $e_i$  može izračunati jednadžbom:

$$e_i = \frac{[U_i - U_{std} - (W_i - W_{std})]^2}{\frac{1}{100} \left(\frac{180}{\pi}\right)^4 (2\ln 2)^2} \quad (5-14)$$

gdje su:  $U_i$  i  $W_i$  - parametri koji opisuju poluširinu difrakcijskih linija  $i$ -te faze,

$U_{std}$  i  $W_{std}$  - parametri koji opisuju poluširinu difrakcijskih linija standarda [153], [167].

S obzirom na gore navedeno, jasno je da se metodom rendgenske difrakcije mogu odrediti promjene veličine kristalita te promjene deformacije, odnosno distorzija kristalne rešetke.

## 5.8 Metoda regresijske analize

Regresijska analiza podrazumijeva određivanje funkcionalne veze, ako postoji, između jedne zavisno promjenjive  $y$  i jedne ili više nezavisno promjenjivih veličina  $(x_1, x_2, \dots, x_k)$  te se ova veza definira pomoću jednadžbe  $y = f(x_i)$  koja se naziva funkcijom regresije.

Dva najčešća razloga zbog kojih se koristi regresijska analiza odnosi se:

- na procjenu vrijednosti zavisno promjenjive veličine na osnovi promjene nezavisno promjenjivih veličina
- kada je neposredno mjerenje zavisno promjenjive veličine otežano ili vrlo skupo.

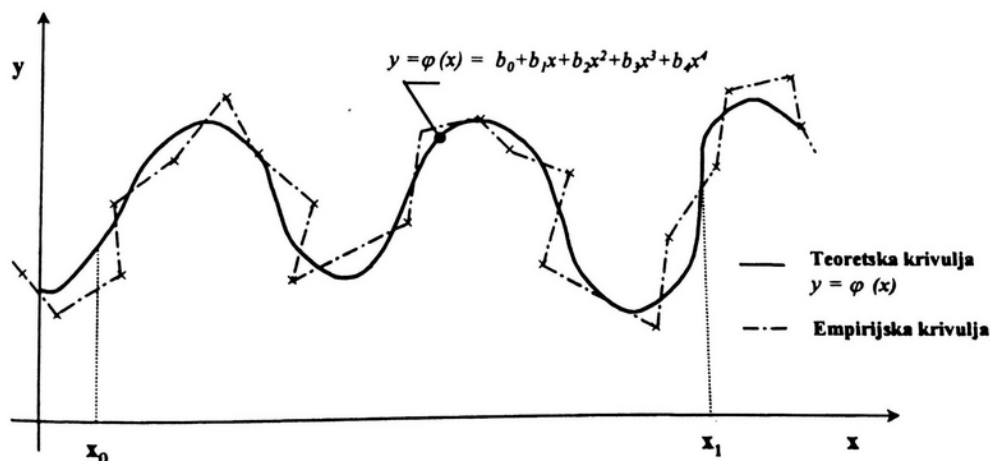
Kod odabira regresijske funkcije odgovarajućeg tipa krivulje nema univerzalnog pravila. Iz eksperimentalnih podataka u ravnini određuje se krivulja koja najbolje aproksimira dani skup točaka  $(x_i, y_i)$  pri čemu se traži krivulja koja je najbliža svakoj točki na dijagramu rasipanja. Matematički model krivulje najbolje odražava zakonitost statističke razdiobe empirijskih rezultata.

U zadanom intervalu  $x \in (x_0, x_1)$  svaka funkcija  $y = f(x)$  može se s dovoljnom točnošću aproksimirati polinomom  $n$  - tog reda, za dovoljno veliko  $n$  i dovoljno točno određene koeficijente polinoma [168].

Pretpostavimo li izlomljenu liniju u segmentu  $x_0 \leq x \leq x_1$  prema slici 5-6, moguće ju je s dovoljnom točnošću aproksimirati pomoću polinoma četvrtog reda prema formuli:

$$y = \varphi(x) = b_0 + b_1x + b_2x^2 + b_3x^3 + b_4x^4 \quad (5-15)$$

gdje su koeficijenti  $b_i = 0, 1, 2, 3, 4$ .



Slika 5-6. Aproximacija polinoma na segmentu  $x_0 \leq x \leq x_1$  [168].

Izrazom (5-15) je moguće dobiti vrijednosti funkcije  $y = \varphi(x)$  koje su dovoljno bliske eksperimentalnim vrijednostima, ali samo na segmentu  $x_0 \leq x \leq x_1$  što znači da se pomoću ove jednadžbe ne mogu pouzdano odrediti vrijednosti funkcije izvan segmenta  $x < x_0$ ,  $x > x_1$ .

Polinom kao matematički model (5-15) i eksperimentalni podaci (krivulja cik-cak) postiže veću suglasnost za veći broj koeficijenata koji polinom definiraju. Ukoliko teorijska krivulja  $y = \varphi(x)$  pokazuje bliskost s empirijskom krivuljom (krivulja cik-cak), to ne znači i bliskost s traženom funkcijom regresije (5-15) s obzirom da postoje slučajevi kada se povećanjem stupnja polinoma postiže udaljavanje od linije regresije, odnosno postiže se suprotan učinak. S obzirom da ne postoji jedinstvena metoda za izbor oblika analitičke funkcije, preporuka je traženje matematičkog modela (polinoma) za svaki konkretan slučaj koji će sa što manje parametara bolje aproksimirati dani proces ili sustav.

Ukoliko funkcija procesa obrade nije poznata, postoji više metoda da se do nje dođe iz rezultata dobivenih eksperimentom, a jedna od tih metoda je i regresijska analiza. Regresijskom analizom moguće je definirati vezu između ovisno promjenjive veličine ( $y$ ) i neovisno promjenjivih ulaznih parametara procesa ( $x_i$ ) koji se može prikazati u obliku [122], [168]:

$$y = \varphi(x_1, x_2, x_3, \dots, x_i) + \varepsilon \quad (5-16)$$

gdje  $\varepsilon$  predstavlja slučajnu pogrešku eksperimenta, a izlazna funkcija procesa ( $y$ ) predstavlja tzv. odzivnu površinu.



Ukoliko je model na početku potpuno nepoznat, pristupa se modeliranju najjednostavnijim oblikom polinomske funkcije prvog reda koja se može prikazati u obliku [122], [168]:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k + \varepsilon \quad (5-17)$$

gdje su:  $x_i$  - varijabilni parametri procesa,  $i=0, 1, 2, \dots, k$ ,  
 $\beta_i$  - teorijski koeficijenti modela regresije.

Ako se model polinomske funkcije prvog reda pokaže nedovoljno dobrim, pristupa se izradi polinomske funkcije drugoga reda u općem obliku [122], [168]:

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{1 \leq i < m} \beta_{im} x_i x_m + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{1 \leq i < m \leq k} \beta_{imk} x_i x_m x_k + \varepsilon. \quad (5-18)$$

Ovom vrstom modela moguće je osigurati optimalnu aproksimaciju promjene veličine  $x_i$  pomoću funkcije  $\varphi(x)$ , odnosno iz mogućih regresijskih krivulja traži se ona koja najbolje aproksimira eksperimentalne rezultate  $(x_i, y_i)$ . Kod matematičkog modela drugog reda (5-18)  $\beta_i$  predstavlja koeficijent linijskog utjecaja,  $\beta_{ii}$  koeficijent kvadratnog utjecaja,  $\beta_{im}$  predstavlja dvoparametarske interakcije,  $\beta_{imk}$  predstavlja troparametarske funkcije regresije. Temeljem izvedenog eksperimenta i regresijske analize njihova se vrijednost određuje pomoću realnih regresijskih koeficijenata  $b_i, b_{ii}, b_{im}, b_{imk}$ , stoga matematički model sada ima oblik [122], [168]:

$$y_R = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{1 \leq i < m} b_{im} x_i x_m + \sum_{i=1}^k b_{ii} x_i^2 + \sum_{1 \leq i < m \leq k} b_{imk} x_i x_m x_k + e. \quad (5-19)$$

Realni regresijski koeficijenti ( $b_i, b_{ii}, b_{im}, b_{imk}$ ), odnosno njihov broj članova i njihove vrijednosti, imaju utjecaj na točnost aproksimacije. Veći broj članova trebao bi pokazati veću točnost aproksimacije. Podatak o utjecaju parametara  $x_i$  na izlaznu veličinu  $y_R$  razmatranog procesa dobiva se određivanjem koeficijenata modela (5-19). S obzirom na uvođenje realnih regresijskih koeficijenata dobivaju se sljedeći oblici modela za:

$$1) \text{ polinomski model prvog reda: } y = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3 + \dots, \quad (5-20)$$

$$\text{a uz sudjelovanje interakcijskog člana ima oblik: } y = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_{12} x_1 x_2 + \dots, \quad (5-21)$$

odnosno uz sudjelovanje interakcija tri parametra model poprima oblik:

$$y = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3 + b_{12} x_1 x_2 + b_{23} x_2 x_3 + b_{13} x_1 x_3 + b_{123} x_1 x_2 x_3. \quad (5-22)$$

2) polinomski model drugog reda može imati oblik:

$$y = b_0x_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{33}x_3^2 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3. \quad (5-23)$$

Na ovaj način oblik polinoma aproksimira određeni problem te se izračunavanje svodi na izračunavanje koeficijenata  $b_i$ . Porastom broja parametara  $x_i$  naglo će rasti i broj jednadžbi te broj eksperimenata [122], [168].

Za izbor matematičkog modela najvažniji kriterij predstavlja koeficijent višestruke regresije. Na osnovu koeficijenta višestruke regresije donosi se odluka o matematičkom modelu koji najbolje opisuje proces. Koeficijent višestruke regresije može se smatrati dobrim pokazateljem za ocjenu adekvatnosti modela. Koristi se i za ispitivanje veze između zavisno promjenjivih veličina  $y_i$  i nezavisno promjenjivih veličina  $x_i$ . Koeficijent višestruke regresije nalazi se u granicama  $0 \leq R \leq 1$ . Ukoliko je vrijednost koeficijenta  $R = 1$ , model potpuno opisuje rezultate eksperimenta, a kada je  $R = 0$  smatra se da između varijabli  $y_i$  i  $x_i$  ne postoji nikakva međusobna ovisnost. Koeficijent višestruke regresije računa se prema izrazu [122], [168]:

$$R = \sqrt{1 - \frac{\sum_{j=1}^N (y_j^E - y_j^R)^2}{\sum_{j=1}^N (y_j^E - \bar{y}^E)^2}} \quad (5-24)$$

gdje je:  $Y_j^E$  - vrijednosti eksperimentalnih rezultata,

$Y_j^R$  - izračunate vrijednosti iz dobivenog modela,

$\bar{y}^E = \frac{\sum_{j=1}^N Y_j^E}{N}$  - aritmetička sredina svih eksperimentalnih rezultata.

Preko izračunatog koeficijenta višestruke regresije ( $R$ ) moguće je odrediti koeficijent determinacije ( $R^2$ ) koji određuje kvalitetu i pouzdanost matematičkog modela. Matematičko-statistička metoda obrade eksperimentalno dobivenih rezultata odabrana je u ovom radu za dobivanje pouzdanih matematičkih modela kojima bi se s vrlo velikom točnošću moglo opisati ponašanje Lüdersove linije s obzirom na analizirane parametre.

## **6. EKSPERIMENTALNI DIO**

### **6.1 Plan ispitivanja**

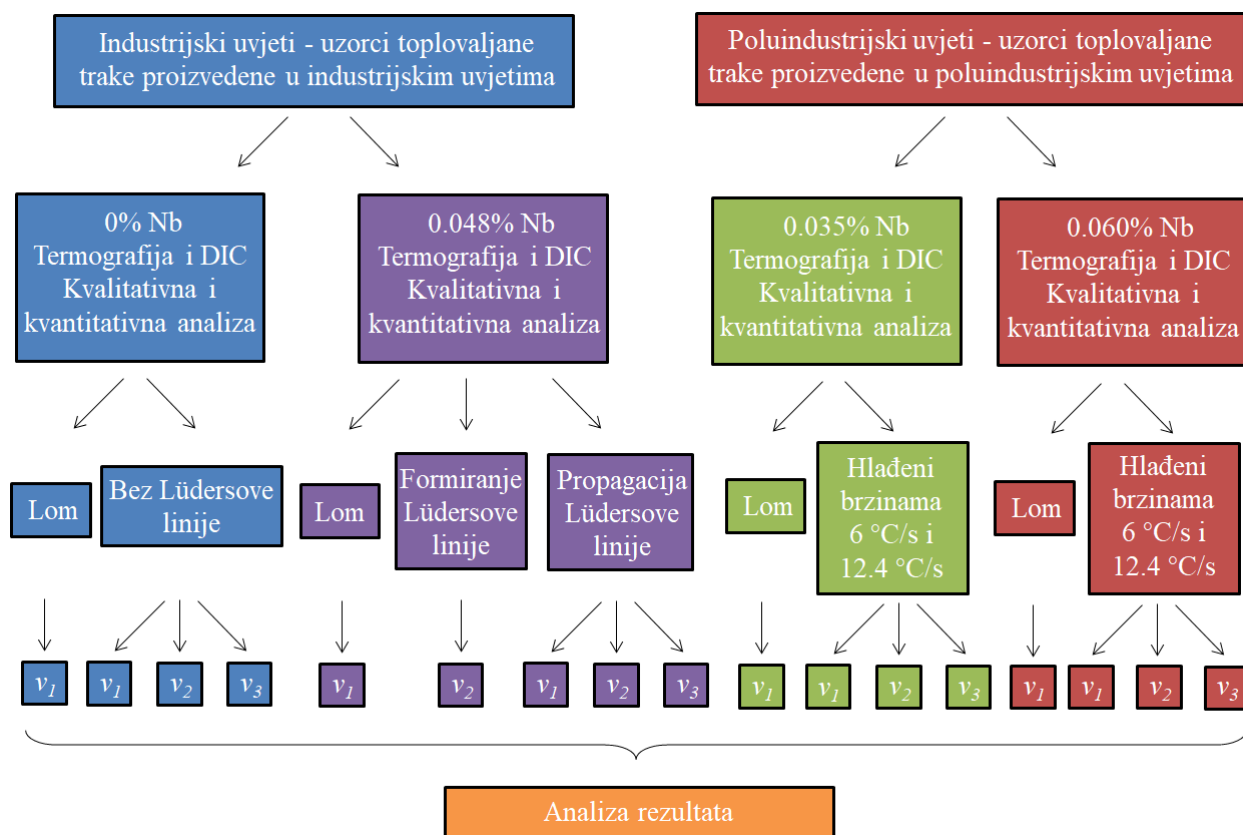
Predviđenim planom ispitivanja provedena su istraživanja na čeliku mikrolegiranom s različitim sadržajem mikrolegirajućega elementa niobija (0.035%, 0.048% i 0.060%) i čeliku istog osnovnog kemijskog sastava bez dodatka mikrolegirajućega elementa niobija, slike 6-1 i 6-2. Na ispitivanim čelicima provedena je prethodna termomehanička obrada s poznatim parametrima tople deformacije.

U cilju ispitivanja utjecaja sadržaja mikrolegirajućega elementa niobija na pojavu i propagaciju Lüdersove linije uzeti su uzorci toplovaljane trake s različitim sadržajem niobija (0.035% i 0.060%). Da bi se utvrdio utjecaj početne mikrostrukture, uzeti su uzorci toplovaljane trake hlađeni različitom brzinom. Na uzorcima je detaljno istražen utjecaj brzine deformacije na pojavu i propagaciju Lüdersove linije. Paralelna istraživanja provedena su i na uzorcima toplovaljane trake mikrolegirane s 0% i 0.048% niobija proizvedene u industrijskim uvjetima, slika 6-1. Na svim uzorcima provedena su ispitivanja početne mikrostrukture te paralelna ispitivanja statičkim vlačnim pokusom uz istovremeno mjerenje termografskom i digitalnom kamerom. Provedena su mjerenja pri različitim brzinama deformacije. Rezultati dobiveni eksperimentalnim ispitivanjima metodom termografije i digitalne korelacije slike analizirani su programskim paketima IRBIS3 professional i MatchID 2D.

Posebna pozornost u istraživanju posvećena je nastajanju i propagaciji Lüdersovih linija kod početka plastičnog toka materijala u elastoplastičnom području. Osim navedenih metoda korištene su i metode mikrostrukturne analize - SEM, EBSD, TEM, XRD te HV analiza u odabranim pozicijama zone deformacije.

Nakon statičkog vlačnog ispitivanja na svim čelicima provedena je kvalitativna i kvantitativna analiza metodama termografije i digitalne korelacije slike pri različitim brzinama deformacije, slika 6-1. Istraživanje na čelicima dobivenima u poluindustrijskim uvjetima provedeno je kod različitih početnih mikrostrukture dobivenih različitom brzinom hlađenja. Detaljnije istraživanje mehanizma formiranja i propagacije Lüdersove linije provedeno je na čeliku proizvedenom u industrijskim uvjetima s 0.048% niobija. Mehanizam formiranja

Lüdersove linije analiziran je pri brzini deformacije  $v_2$  ( $0.007 \text{ s}^{-1}$ ), a mehanizam propagacije Lüdersove linije pri brzinama deformacije  $v_1$  ( $0.0018 \text{ s}^{-1}$ ),  $v_2$  ( $0.007 \text{ s}^{-1}$ ) i  $v_3$  ( $0.0185 \text{ s}^{-1}$ ).

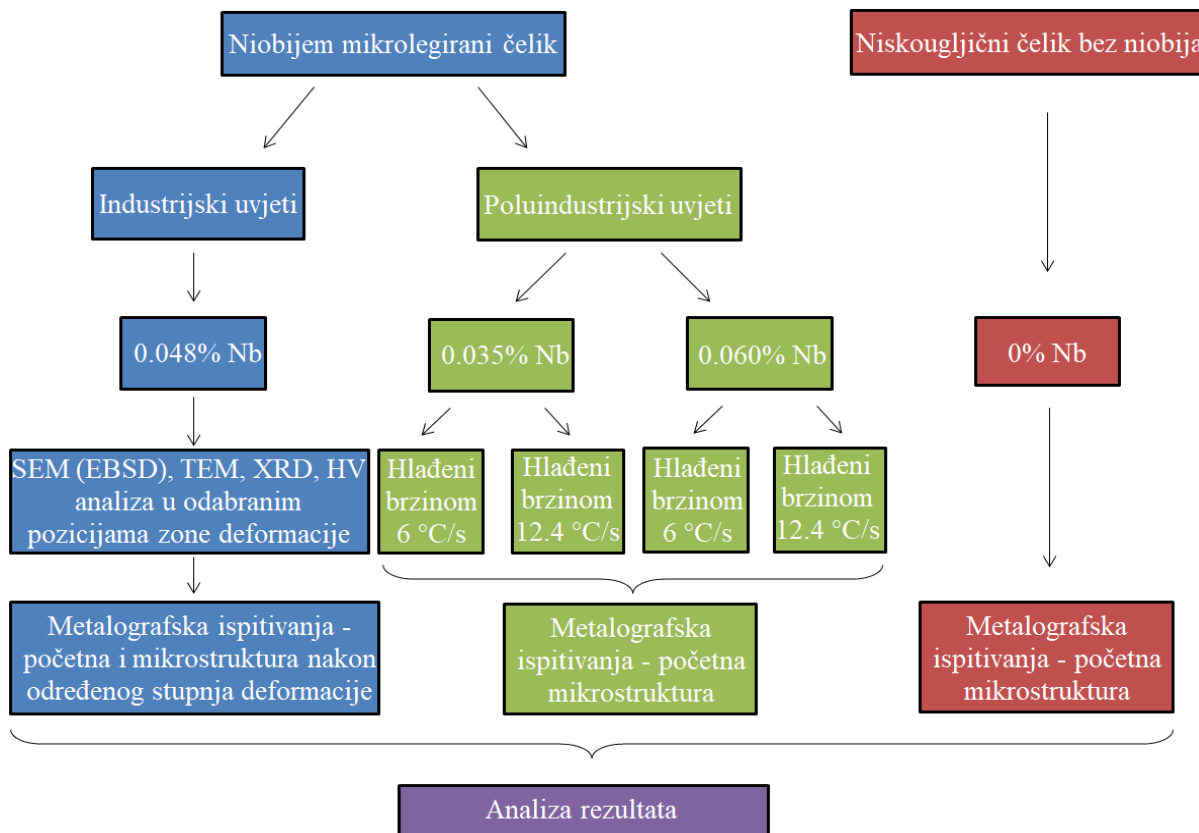


Slika 6-1. Plan ispitivanja termografijom i digitalnom korelacijom slike čelika s 0%, 0.035%, 0.048% i 0.060% niobija dobivenih u industrijskim i poluindustrijskim uvjetima.

Ispitivanja navedenim metodama termografije i digitalne korelacije slike provedena su na preko 100 ispitnih uzoraka. Iz rezultata mjerenja metodama termografije i digitalne korelacije slike dobiven je matematički model. Matematički model opisuje izmjerene parametre i omogućava određivanje naprezanja kod formiranja i propagacije Lüdersove linije.

Metalografska ispitivanja početne mikrostrukture provedena su na svim ispitivanim čelicima, slika 6-2. Detaljnije mikrostrukturne analize dobivene su kod čelika proizvedenog u industrijskim uvjetima s 0.048% niobija. U odabranim pozicijama zone deformacije tijekom pojave Lüdersove linije izvršena je analiza pretražnom elektronskom mikroskopijom (SEM) uz EBSD analizu te detaljna transmijska elektronska mikroanaliza (TEM). U područjima propagacije Lüdersove linije te području elastične deformacije, osim prethodno navedenim

metodama, izvršena su ispitivanja rendgenskom difrakcijom (XRD) i tvrdoće (HV). Ispitivanja svim metodama za mikrostrukturalna ispitivanja provedena su i nakon izvršenog određenog stupnja deformacije.



Slika 6-2. Plan mikrostrukturnih ispitivanja čelika s 0%, 0.035%, 0.048% i 0.060% niobija metodama OM, SEM, TEM, XRD i HV.

## 6.2 Materijali za ispitivanje

Da bi se odredila razlika u ponašanju čelika na početku plastičnog toka odabrani su čelici bez i s dodatkom različitog sadržaja mikrolegirajućega elementa niobija. Za istraživanje odabrani su čelici mikrolegirani s različitim sadržajem mikrolegirajućega elementa niobija (0.035%, 0.048% i 0.060%) i čelik istog baznog kemijskog sastava bez mikrolegirajućega elementa niobija. Izrada čelika i termomehanička obrada (valjanje trake) provedeno je u poluindustrijskim i industrijskim uvjetima. Odabrani niobijem mikrolegirani čelici za istraživanja proizvedeni su u poluindustrijskim uvjetima i imaju 0.035% i 0.060% mikrolegirajućega elementa niobija. Iz ovih vrsta čelika dobivena je toplovaljana traka debljine 3 mm. Na traci je provedena završna

termomehanička obrada sa sedam provlaka u temperaturnom intervalu 995-820 °C. Nakon termomehaničke obrade trake postignuta je ukupna redukcija 84.95-89.90%. Traka je nakon završnog valjanja hlađena manjom brzinom hlađenja 6 °C/s na zraku i većom prosječnom brzinom hlađenja 12.4 °C/s u vodi.

Čelik proizveden u industrijskim uvjetima ima sadržaj mikrolegirajućega elementa niobija 0.048% iz kojega je dobivena toplovaljana traka debljine 3 mm. Termomehanička obrada provedena je zagrijavanjem na temperaturu 1250 °C i preddeformacijom u temperaturnom rasponu 1180-1040 °C. Završna termomehanička obrada provedena je u pet provlaka u temperaturnom rasponu 987-887 °C. Ukupna redukcija od 83.10% postignuta je nakon zadnje provlake završne termomehaničke obrade. Osim čelika s dodatkom mikrolegirajućega elementa niobija, istraživanja su provedena i na niskougličnom čeliku bez niobija kemijskog sastava kao i kod niobijem mikrolegiranoga čelika kako bi se utvrdile razlike u pojavi i propagaciji Lüdersovih linija kod navedenih čelika. Kemijski sastav uzoraka toplovaljane trake čelika prikazan je u tablici 6-1.

Tablica 6-1. Kemijski sastav ispitivanih čelika, mas%.

Element	C	Mn	Si	P	S	Al	Nb	N
Niskouglični čelik bez Nb	0.13	0.77	0.18	0.010	0.019	0.020	-	-
Mikrolegirani čelik s 0.035% Nb	0.09	0.75	0.05	0.018	0.014	0.020	0.035	0.0081
Mikrolegirani čelik s 0.048% Nb	0.12	0.78	0.18	0.011	0.018	0.020	0.048	0.0080
Mikrolegirani čelik s 0.06% Nb	0.11	0.50	0.10	0.017	0.020	0.018	0.060	0.0083

### 6.3 Metode provedenih ispitivanja

#### 6.3.1 Statičko vlačno ispitivanje

Uzimanje uzoraka iz dobivene toplovaljane trake za ispitivanje metodama statičkog vlačnog ispitivanja, termografijom i digitalnom korelacijom slike provedeno je na način da su iz

svake vrste ispitivanog čelika izrezane trake dimenzija 150 x 30 x 3 mm. Rezanje uzoraka iz toplovaljane trake na odgovarajuće dimenzije uzoraka provedeno je pilom. Ispitni uzorci jednakih dimenzija ispitnog područja dobiveni su strojnom obradom na CNC glodalici. Ispitni uzorci izrađeni za ispitivanje statičkim vlačnim ispitivanjem, termografijom i digitalnom korelacijom slike uzimani su izvan propisanog standarda da bi se dobila veća ispitna površina ispitnih uzoraka. Tijekom ispitivanja, a kasnije i analizom dobivenih podataka, dobiva se veći broj mjernih točaka na većoj ispitnoj površini što je važno prvenstveno kod metoda termografije i digitalne korelacije.

Ispitni uzorci su prije samog ispitivanja pripremani finim brušenjem ispitne površine uzoraka. Brušenje površine ispitnih uzoraka ima veliko značenje tijekom ispitivanja metodama termografije i digitalne korelacije slike koje zahtijevaju dobro pripremljenu i ravnu ispitnu površinu uzoraka tijekom ispitivanja, slika 6-3 a.

Ispitivanja su provedena na ispitnim uzorcima plosnatog poprečnog presjeka tijekom razvlačenja na kidalici WPM EU 40 mod s mjernim područjem 0-400 kN. Statička vlačna ispitivanja provedena su na ispitnim uzorcima mjernog područja: mjerne duljine 45 mm, širine 20 mm i debljine 3 mm.

Ispitivanja su provedena pri različitim brzinama razvlačenja da bi se utvrdilo postoji li razlika u ponašanju čelika na početku plastičnog toka. Na svim ispitnim uzorcima čelika provedena su ispitivanja pri različitim brzinama razvlačenja od 5, 20 i 50 mm/min što odgovara brzinama deformacije od  $v_1$  ( $0.0018 \text{ s}^{-1}$ ),  $v_2$  ( $0.007 \text{ s}^{-1}$ ) i  $v_3$  ( $0.0185 \text{ s}^{-1}$ ).

### **6.3.2 Priprema ispitnih uzoraka i izbor parametara kod ispitivanja metodom termografije**

Metoda termografije korištena je tijekom ispitivanja metodom statičkog vlačnog ispitivanja uz istovremeno korištenje metode digitalne korelacije slike. Termalna kamera VarioCAM®M82910 proizvođača JENOPTIK korištena je za snimanje ispitnih uzoraka tijekom procesa jednoosnog razvlačenja uzoraka.

Snimanje termalnom kamerom provedeno je tijekom procesa razvlačenja ispitnih uzoraka statičkim vlačnim ispitivanjem sve do loma. Osim ispitivanja do loma ispitnih uzoraka,

provedena su i ispitivanja zaustavljanjem opterećivanja ispitnih uzoraka u trenutku pojave i tijekom propagacije Lüdersovih linija. Na zaustavljenim uzorcima provedena je analiza rezultata i mikrostrukture u željenom trenutku.

Ispitivanja su vršena pri konstantnim uvjetima tijekom ispitivanja pri čemu se vrlo velika važnost pridavala odabiru premaza. S obzirom da je zbog termografskih mjerenja bilo potrebno postići visoki faktor emisivnosti, korišten je crni mat premaz. U prethodnim istraživanjima [127] crni mat premaz pokazao se kao vrlo dobar i postojan tijekom cijelog procesa deformacije. Imao je ujedančen faktor emisivnosti po cijeloj ispitnoj površini, nije se odvajao s površine ispitnog uzorka niti je mijenjao boju tijekom ispitivanja. Za sva daljnja ispitivanja metodom termografije korišten je crni mat premaz u spreju ColorMatic LECHSYS 29141, slika 6-3 b.



Slika 6-3. Ispitni uzorci za ispitivanje a) bez premaza i b) s nanesenim crnim mat premazom.

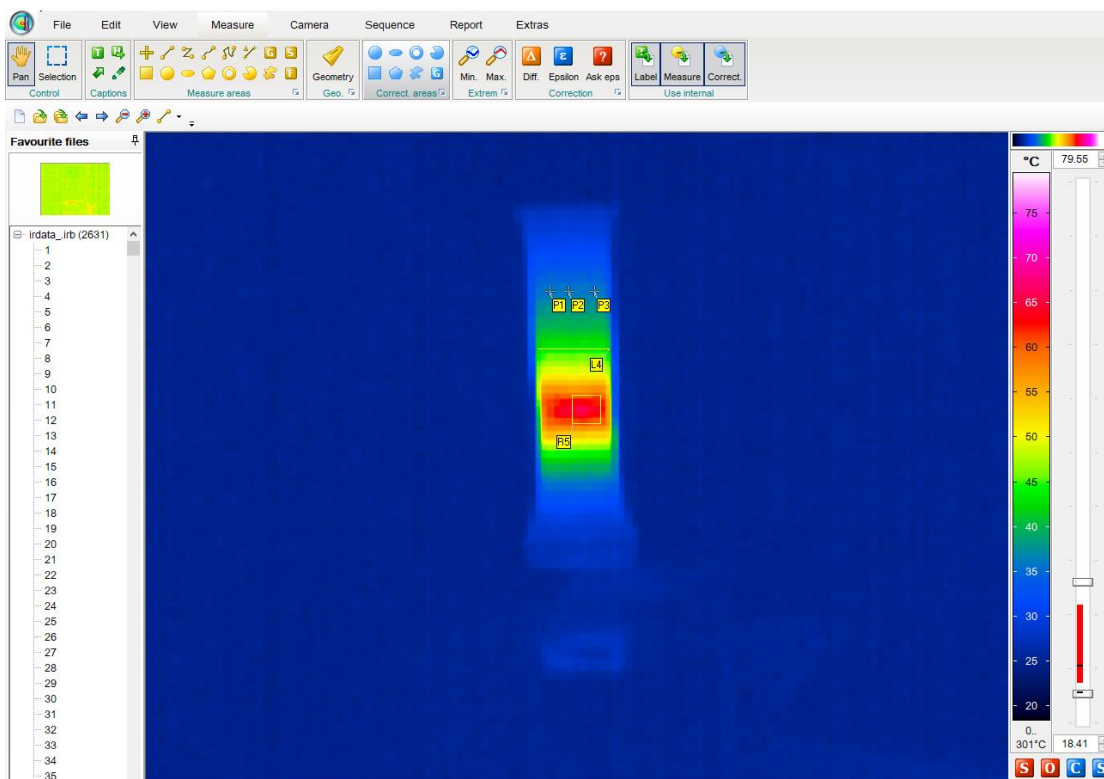
Korišteni crni mat premaz ima faktor emisivnosti 0.95. Tijekom ispitivanja snimano je 50 slika u sekundi te je na taj način osigurano vrlo precizno određivanje promjena temperature tijekom početka plastičnog toka ispitivanja čelika. Temperaturna osjetljivost termalne kamere kojom su provedena ispitivanja iznosi 80 mK. Kamera je kalibrirana na temperaturu okoline, odnosno laboratorija u kojemu su provedena ispitivanja. Tijekom ispitivanja kamera je bila postavljena pod kutom od  $15^\circ$  u odnosu na ispitivani uzorak za što je prijašnjim istraživanjima [73] utvrđeno da nema utjecaja na dobivene rezultate. Udaljenost objektiva kamere od ispitivanog uzorka bio je 0.8 m.

Prije samog početka ispitivanja termalnom kamerom u kameru su unošeni zadani parametri i postavke kako bi se osigurali jednaki uvjeti tijekom ispitivanja metodom termografije.



### 6.3.3 Analiza ispitivanja metodom termografije

Rezultati dobiveni eksperimentalnim ispitivanjima metodom termografije analizirani su programskim paketom IRBIS3 professional, slika 6-4. Analizom snimljenih termograma utvrđeni su kvalitativni prikazi rezultata promjene temperature, odnosno promjene u naprezanjima, tijekom procesa deformacije i raspodjele naprezanja u zoni deformacije. Osim kvalitativnih prikaza rezultata programskim paketom IRBIS3 professional, moguće je dobiti i kvantitativni prikaz rezultata tijekom procesa deformacije. Kvantitativni prikaz rezultata moguće je odrediti u bilo kojoj točki zone deformacije. Moguće je provesti linijsku analizu te analizu određenog područja interesa u zoni deformacije tijekom cijelog procesa deformacije.



Slika 6-4. Sučelje programskog paketa IRBIS3 professional s mogućnostima ispitivanja linijske, točkaste analize i analize u određenom području.

Analiza metodom termografije provodi se snimanjem velikog broja termograma te se detaljnije radi analiza na termogramima od posebnog značaja, npr. tijekom formiranja i propagacije Lüdersovih linija. Prije početka snimanja termalnom kamerom i prije analize u kameru je potrebno unijeti prethodno navedene parametre iz poglavlja 6.3.2. Osim gore

navedenih parametara, vrlo važno je unijeti temperaturu okoline, temperaturu medija kroz koji se mjerenje provodi, iznos relativne vlažnosti zraka te udaljenost objektiva kamere od ispitnog uzorka. U svrhu kasnije usporedbe analiziranih rezultata važno je provoditi mjerenja u jednakim uvjetima.

U daljnjem istraživanju će, uz kvalitativna istraživanja u obliku termograma, biti provedena i kvantitativna istraživanja promjene temperature tijekom vremena kod procesa deformacije.

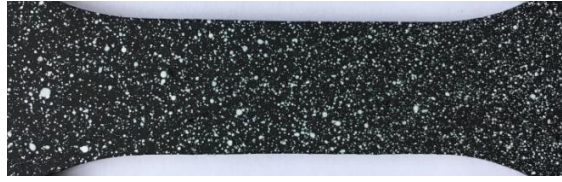
### **6.3.4 Priprema ispitnih uzoraka i izbor parametara kod ispitivanja metodom digitalne korelacije slike**

Metoda digitalne korelacije slike korištena je paralelno uz metode statičkog vlačnog ispitivanja i termografije. Ova metoda bazira se na snimanju slika optičkom kamerom prije i nakon određenog stupnja deformacije pri čemu se snimljene slike obrađuju u korelacijskom programskom paketu.

Priprema ispitnih uzoraka za ispitivanja i mjerenja metodom digitalne korelacije slike od velike je važnosti. Osigurava točnost i preciznost mjerenja. Potrebno je pravilno podesiti kameru za snimanje te osigurati dovoljan izvor svjetlosti da bi se osigurao dobar kontrast koji je važan za analizu izmjerenih rezultata.

Važno je da se prije ispitivanja metodom digitalne korelacije slike pravilno nanese premazi na ispitni uzorak. Kod metode digitalne korelacije slike potrebno je nanijeti bijele nasumične markere na crni mat premaz koji je nanesen za termografiju, slika 6-5. Pomicanje bijelih nasumično nanesenih markera prati se i analizira u programskom paketu iz čega je kasnije moguće odrediti iznose deformacije u bilo kojoj točki zone deformacije. Prethodna istraživanja potvrdila su da bijeli nasumično nanesen markeri nemaju utjecaj na rezultate dobivene metodom termografije [73].

Za sva daljnja ispitivanja metodom digitalne korelacije slike za nanošenje bijelih nasumičnih markera na prethodno nanesen crni mat premaz korišten je bijeli mat premaz u spreju Motip basic RAL 9010.



Slika 6-5. Pripremljeni ispitni uzorak za ispitivanje digitalnom korelacijom slike s nasumično nanesenim markerima.

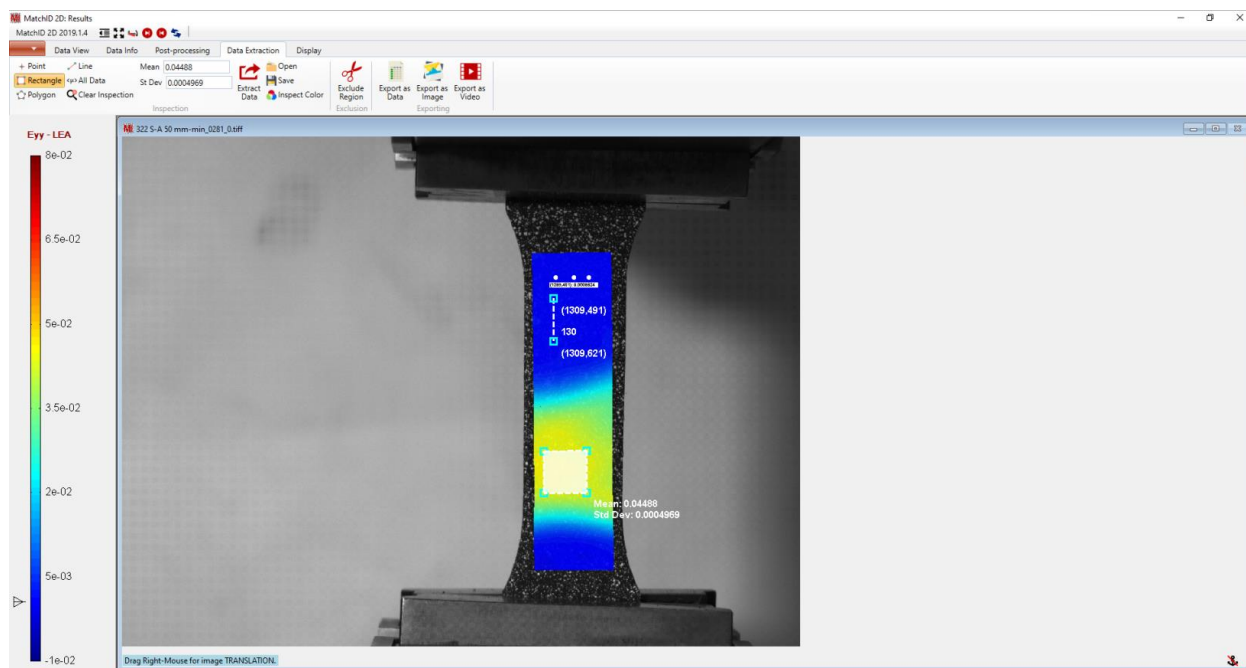
S obzirom da se analiza izmjerenih podataka provodi u programskom paketu s 2D ispitivanjima važno je bilo postaviti digitalnu kameru tijekom ispitivanja okomito u odnosu na ispitni uzorak. Za ispitivanje čelika dobivenih u poluindustrijskim uvjetima (s 0.035% i 0.060% Nb) korištena je digitalna kamera Panasonic HDC-SD9 rezolucije 2.1 Mpiksela. Čelici dobiveni u industrijskim uvjetima (0.048% Nb) ispitivani su digitalnom kamerom Blackfly S Color rezolucije 3.2 Mpiksela.

Ispitni uzorci su tijekom razvlačenja ispitivani s jedne strane istovremeno termalnom i digitalnom kamerom tijekom procesa deformacije. Pomaci nasumično nanesenih markera snimani su digitalnom kamerom, a promjena temperature termalnom kamerom.

### **6.3.5 Analiza ispitivanja metodom digitalne korelacije slike**

Eksperimentalnim ispitivanjem metodom digitalne korelacije slike se nakon provedenog ispitivanja dobiva veliki broj snimljenih slika koje se kasnije analiziraju u programskom paketu. U ovom istraživanju korišten je programski paket MatchID 2D za analizu pomaka nasumično nanesenih bijelih markera tijekom deformacije. Provedenom analizom moguće je dobiti kvalitativni i kvantitativni prikaz rezultata.

Kvalitativni prikaz rezultata iznosa deformacija moguće je dobiti u obliku deformacijskih mapa koje daju jasnu raspodjelu iznosa deformacije u zoni deformacije u obliku različitih obojenja. Kvantitativni prikaz rezultata moguće je odrediti na način da se može provesti analiza u bilo kojoj točki zone deformacije, linijska analiza te analiza određenog područja interesa u zoni deformacije tijekom cijelog procesa deformacije, slika 6-6. Nakon provedene analize može se u bilo kojoj nasumično određenoj točki zone deformacije odrediti iznos deformacije.



Slika 6-6. Sučelje programskog paketa MatchID 2D s mogućnostima ispitivanja linijske, točkaste analize i analize u određenom području.

Frekvencija uzimanja slika digitalnom kamerom Panasonic HDC-SD9 bila je dvije slike po sekundi, dok je s kamerom Blackfly S bila pet slika po sekundi za daljnju analizu.

Da bi se osigurala točna i pravilna analiza, potrebno je napraviti pripreme prije postupka korelacije snimljenih slika. Najprije se u programski paket unosi referentna slika prije deformacije, a nakon nje ostale slike nakon početka deformacije. Sljedeći korak je provedba kalibracije digitalne kamere, nakon čega se određuje područje interesa u kojemu će se provesti odgovarajuća korelacija.

Daljnja priprema za provedbu točne korelacije podrazumijeva određivanje glavnih komponenata programskog paketa MatchID 2D kao što su određivanje korelacijske funkcije, interpolacija i funkcija oblika mjernog polja (*eng. subset*) te veličina koraka (*eng. step size*), slika 6-7. Kriterij korelacije koristi se da bi se pronašla odgovarajuća mjerna polja referentne slike na slikama nakon određene deformacije, odnosno da bi se odredila promjena položaja markera. Nakon toga se odabire vrsta interpolacije da bi se osigurao kontinuirani signal iz diskretnih lokacija piksela. Komponenta funkcije oblika odnosi se na oblik određenog mjernog polja tijekom deformacije.

Odabrani parametri podešeni su u suradnji s autorom programskog paketa MatchID 2D, a navedeni su u nastavku:

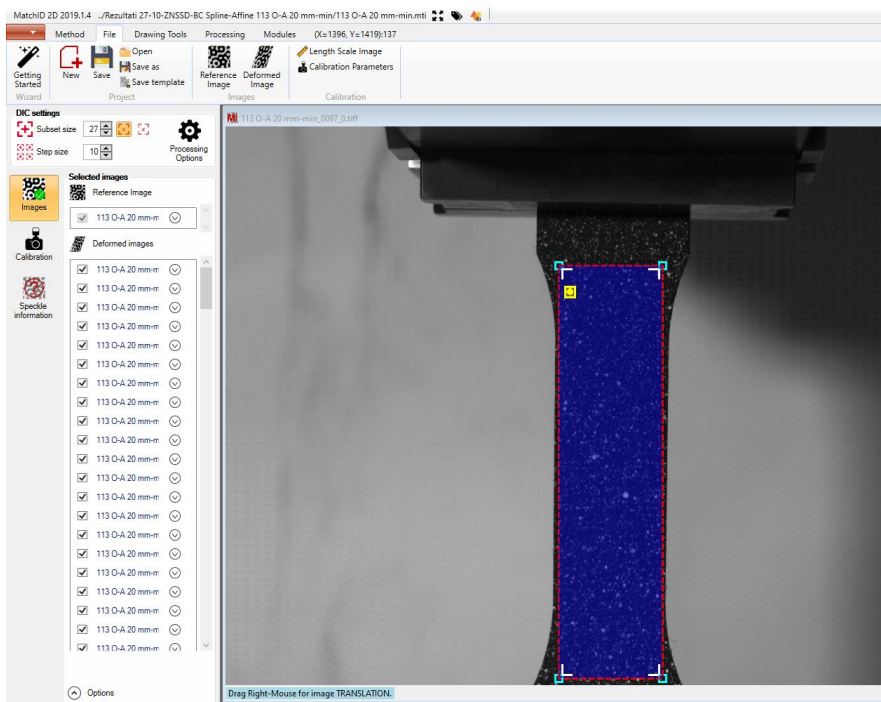
Korelacijska funkcija: (engl. *ZNSSD*) - nulta normalizirana suma razlike kvadrata

Interpolacija: (engl. *BC Spline*) - spline interpolacija

Funkcija oblika mjernog polja: (engl. *Affine*) - glatka

Veličina mjernog polja (engl. *Subset*): 27

Veličina koraka (engl. *Stepsize*): 10



Slika 6-7. Podešavanje parametara u programskom paketu MatchID 2D.

### 6.3.6 Raspored opreme tijekom ispitivanja

Ispitivanja su provedena razvlačenjem ispitnih uzoraka odabranih čelika tijekom statičkog vlačnog ispitivanja. Istovremeno su ispitni uzorci tijekom razvlačenja snimani termalnom i digitalnom kamerom s jedne strane površine ispitnog uzorka. Prije svakog ispitivanja korišten je kontaktni termometar P410 sa sondom tipa K da bi se izmjerila temperatura ispitnog uzorka prije početka deformacije.

Oprema za ispitivanje je postavljena na način da su termalna i digitalna kamera bile postavljene ispred kidalice. Digitalna kamera je učvršćena da ne bi došlo do pomicanja tijekom snimanja i postavljena je okomito u odnosu na ispitni uzorak. Termalna kamera postavljena je iza digitalne kamera te je nagnuta pod kutom od  $15^\circ$ , slika 6-8.

Ispitivanje svakog ispitnog uzorka provedeno je istovremenim pokretanjem statičkog vlačnog pokusa, odnosno kidalice, i snimanja digitalnom i termalnom kamerom da bi se ostvarila sinkronizacija dobivenih rezultata mjerenja. Sinkronizacija rezultata mjerenja važna je da bi se mogli uspoređivati dobiveni rezultati. Ispitni uzorci su ispitivani pri brzinama razvlačenja  $5 (v_1)$ ,  $20 (v_2)$  i  $50 (v_3)$  mm/min.

Analiza dobivenih rezultata mjerenja provedena je programskim paketima IRBIS3 professional i MatchID 2D.



Slika 6-8. Raspored korištene opreme tijekom ispitivanja.

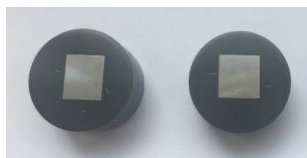
#### 6.4 Mikrostrukturalna ispitivanja

Mikrostruktura odabranih čelika ispitivana je da bi se utvrdila povezanost početne mikrostrukture i mikrostrukture nakon određenog stupnja deformacije s pojavom i propagacijom Lüdersovih linija. Promjene u mikrostrukturi ispitane su optičkim mikroskopom, pretražnim elektronskim mikroskopom i transmisijskim elektronskim mikroskopom.



### 6.4.1 Metalografska priprema uzoraka

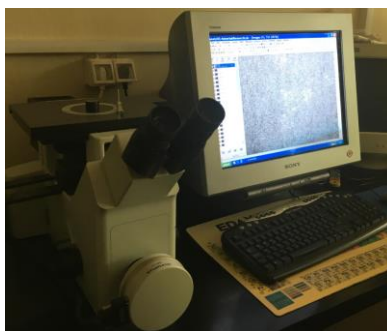
Priprema uzoraka za metalografska ispitivanja provedena je rezanjem uzoraka na rezalici ABRASIMET 2 Buehler na odgovarajuće dimenzije. Uzorci su ulagani u vodljivu masu Conductive Phenolic Resin Presi te su vrućim prešanjem pripremljeni na uređaju SimpliMet® 1000 proizvođača Buehler. Brušenje je provedeno na uređaju PHOENIX BETA GRINDING/POLISHER s glavom Vector LC na brusnim papirima različitih gradacija 120, 400, 600, 800 i 1200 uz konstantno hlađenje vodom. Izbrušeni uzorci su zatim polirani na istom uređaju kao i kod brušenja, na tkanini, odnosno filcu, uz povremeni dodatak vodene otopine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $0.3 \mu\text{m}$ ) u vremenskom periodu od 5 minuta. Nakon poliranja uzorci su nagrizeni 5% otopinom dušične kiseline u etanolu (nital) u trajanju od 5 sekundi, slika 6-9.



Slika 6-9. Pripremljeni uzorci za metalografska ispitivanja i ispitivanja na pretražnom elektronskom mikroskopu.

### 6.4.2 Ispitivanje optičkim mikroskopom

Metalografska ispitivanja provedena su, nakon pravilne pripreme uzoraka, na uređaju Olympus GX 71, slika 6-10. Optički mikroskop (OM) opremljen je digitalnom kamerom DP70.



Slika 6-10. Optički mikroskop Olympus GX 71.

Ispitivanjem optičkim mikroskopom dobivene su slike na čelicima prije i nakon određenog stupnja deformacije. Tijekom ispitivanja odabrane su različite pozicije snimanja

početne mikrostrukture te mikrostrukture tijekom formiranja i propagacije Lüdersovih linija. Na optičkom mikroskopu provedena su ispitivanja pri povećanju 200x.

### 6.4.3 Ispitivanje pretražnim elektronskim mikroskopom

S obzirom da je planiranim istraživanjima bilo potrebno provesti ispitivanja mikrostrukture odabranih čelika pri većim povećanjima, korišten je pretražni elektronski mikroskop Tescan VEGA 5136 MM, slika 6-11. Pretražni elektronski mikroskop opremljen je detektorom za energetske disperzijske spektroskopije (EDS) za analizu kemijskog sastava linijskom i mapping analizom te analizom u točki. Ispitivanja su provedena pri različitim povećanjima od 1500x i 2000x. Uz Tescan VEGA 5136 MM korišten je i pretražni elektronski mikroskop FE-SEM JEOL, JSM 7000F. Ovim mikroskopom provedena su ispitivanja pri povećanjima 25x, 500x i 1000x.



Slika 6-11. Pretražni elektronski mikroskop Tescan VEGA 5136 MM.

#### 6.4.3.4 EBSD ispitivanja i analiza

Uz ispitivanje pretražnim elektronskim mikroskopom provedena su ispitivanja korištenjem EBSD detektora. Istraživanje EBSD detektorom važno je provesti u ovom istraživanju da bi se dobio jasan prikaz utjecaja orijentacije kristalne rešetke i veličine zrna tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije. Analiza je provedena u području bez Lüdersove linije te u području na i neposredno uz Lüdersovu frontu da bi se odredio utjecaj različite orijentacije zrna kod formiranja i propagacije Lüdersove linije.

Pravilna priprema uzoraka za EBSD ispitivanje jedna je od važnijih stvari za dobivanje kvalitetnih i točnih rezultata. Brušenje ispitivanih uzoraka provedeno je brusnim papirima



različitih gradacija 500, 800, 1200 te završnim brušenjem gradacijom 2400 gdje trajanje brušenja po jednom brusnom papiru iznosi 2 minute. Mehaničko poliranje u vremenu od 5 minuta provedeno je na tkanini nanošenjem dijamantne paste (engl. *diamond spray*) (0.25  $\mu\text{m}$ ). Završno poliranje koloidnom otopinom silicija (engl. *colloid silicon suspension*) (0.04  $\mu\text{m}$ ) provedeno je u trajanju od 3 minute da bi se dobila površina bez deformacija.

Uzorci su nakon poliranja analizirani pod kutom od  $70^\circ$  u odnosu na EBSD detektor na pretražnom elektronskom mikroskopu JEOL JSM-7000F. Napon ubrzavanja snopa elektrona podešen je na 20 kV, struja sonde (engl. *probe current*) na 10  $\mu\text{A}$  te radni razmak (engl. *working distance*) na 22 mm. Korak skeniranja kod povećanja 250x je 4  $\mu\text{m}$ , a kod povećanja 2000x 0.7  $\mu\text{m}$ .

#### **6.4.4 Ispitivanja transmisijskim elektronskim mikroskopom**

Jedan od ciljeva ovog istraživanja bio je istražiti razliku u mikrostrukturi, gustoći dislokacija i interakciji dislokacija i sitnih deformacijom induciranih precipitata (karbida, nitrida i karbonitrida) kod niobijem mikrolegiranoga čelika, te su stoga provedena ispitivanja na transmisijskom elektronskom mikroskopu na uzorcima ispred Lüdersove fronte, na Lüdersovoj fronti te iza Lüdersove fronte.

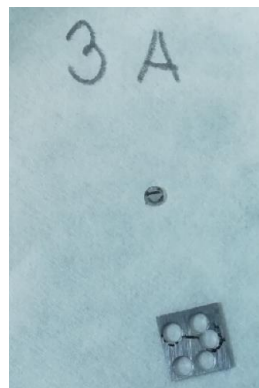
Priprema uzoraka za ispitivanje na transmisijskom elektronskom mikroskopu sastojala se od više koraka. Odabrani uzorci izrezani su u obliku pločica 10 x 10 mm. Daljnja priprema uzoraka sastojala se od grubog brušenja uzoraka na brusnom papiru gradacije 120. Grubim brušenjem postignuta je odgovarajuća debljina uzorka s 3 mm na 0.5 mm prethodno izrezanog na dimenzije 10 x 10 mm. Nakon dobivanja uzoraka odgovarajuće debljine od 0.5 mm izrezani su uzorci okruglog presjeka, slike 6-12 a i c koji su brušeni finijom gradacijom brusnog papira od 1200. Finim brušenjem korištenjem specijalnog držača dobivena je debljina folije ispod 50  $\mu\text{m}$ , slika 6-12 b, uz konstantno zalijevanje vodom.



a)



b)



c)

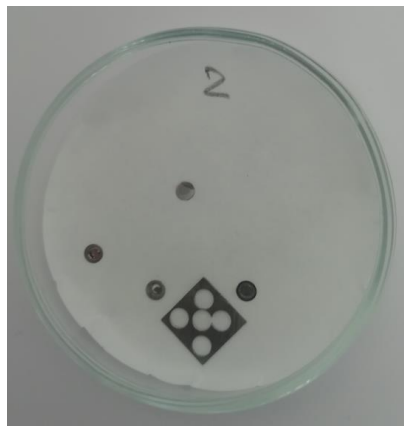
Slika 6-12. Priprema uzoraka za ispitivanje transmisijskim elektronskim mikroskopom: a) izrezivanje uzoraka okruglog presjeka na uređaju Agar Scientific Ltd., b) brušenje korištenjem specijalnog držača za uzorke i c) dobiveni izrezani uzorak okruglog presjeka.

Folije debljine ispod 50  $\mu\text{m}$  podvrgnute su elektropoliranju nakon finog brušenja, slika 6-13 a. Korak elektropoliranja je najzahtjevniji i najvažniji korak tijekom pripreme uzoraka. Podešavanjem parametara, prvenstveno temperature i električnog napona (V) tijekom elektropoliranja uzoraka, nastojala se dobiti transparentna prozirna folija za promatranje na transmisijskom elektronskom mikroskopu, slika 6-13 b. Najbolji rezultati dobiveni su pri

temperaturi od 20 °C i naponu od 25 V. Postupak elektropoliranja poliranja proveden je u elektrolitu koji se sastojao od 900 ml  $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$  i 100 ml  $\text{HClO}_4$  na sobnoj temperaturi.



a)



b)

Slika 6-13. a) Uređaj za elektropoliranje i b) Transparentna prozirna folija za promatranje na transmisijskom elektronskom mikroskopu.

Uzorci pripremljeni prethodno navedenim postupkom ispitivani su na transmisijskom elektronskom mikroskopu JEOL JEM-2000-FX, slika 6-14. Provedena ispitivanja omogućila su vidljivost dislokacija i precipitata te njihovu interakciju u različitim pozicijama ispitivanih uzoraka. Osim interakcije dislokacija i precipitata, ovim ispitivanjem određena je veličina i raspored niobijevih precipitata.



Slika 6-14. Transmisijski elektronski mikroskop JEOL JEM-2000-FX.

#### 6.4.5 Ispitivanja metodom rendgenske difrakcije (XRD)

Prema dostupnoj literaturi smatra se da distorzija kristalne rešetke, odnosno povećana gustoća dislokacija, predstavlja jedan od značajnijih parametara tijekom promatranja uzroka pojave i propagacije Lüdersovih linija. Prema planu ispitivanja provedeno je ispitivanje metodom rendgenske difrakcije kojom je moguće odrediti distorziju kristalne rešetke. Ispitivanja su provedena u području ispred Lüdersove fronte gdje nije ispropagirala Lüdersova linija i području iza Lüdersove fronte gdje je ispropagirala Lüdersova linija.

Analiza metodom rendgenske difrakcije provedena je na rendgenskom difrakcijskom uređaju Italstructures APD 2000 u  $2\theta$  Bragg-Brentano geometriji s fiksnim izvorom rendgenskih zraka. Izvor rendgenskih zraka je vodom hlađena bakrena katoda uz  $K\alpha$  monokromator, podešena za spektralnu liniju  $\text{Cu } K\alpha$  ( $1.5418740 \text{ \AA}$ ) pri čemu su podešeni radni uvjeti katode: 40 kV i 30 mA.

Difraktogrami su snimljeni u području od  $15^\circ$  do  $120^\circ 2\theta$ , uz korak snimanja (rezoluciju) od  $0.025^\circ$  i analizirani programom Crystal Impact Match. Sherrerova konstanta  $K = 0.94$  korištena je prilikom određivanja veličine kristalita, a instrumentalno proširenje korigirano na

osnovi snimljenog standarda. Iz dobivenih difrakcijskih podataka određene su veličine kristalita na temelju Braggovog proširenja za pet najintenzivnijih difrakcijskih linija. Postupkom Rietveldovog utočnjavanja napravljene su dodatne korekcije geometrije rendgenske zrake na snimljenim difraktogramima uzoraka. Da bi se utvrdio utjecaj jednolikog napreznja na deformaciju kristalne rešetke, određeni su i parametri jedinične ćelije. Na kraju je provedena analiza proširenja difrakcijskih linija te određivanje nelinearne deformacije.

## 6.5 Mjerenje tvrdoće metodom po Vickersu

Kod istraživanja nastajanja i formiranja Lüdersove linije krenulo se od realne pretpostavke da različita gustoća dislokacija ima utjecaj na promjene napreznja u pojedinim područjima. Povećana gustoća dislokacija, koje su u interakciji s precipitatima, dovodi do lokalnog očvršćavanja i zato je bilo zanimljivo odrediti tvrdoće ispitivanog čelika kod Lüdersove linije.

Iz tog su razloga provedena istraživanja mjerenja tvrdoće niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb. Ispitivanja su provedena metodom po Vickersu u područjima na Lüdersovoj fronti te ispred i iza Lüdersove fronte. Tvrdoće se mogu povezati s promjenom napreznja koja se odvija u ispitivanom materijalu. Mjerenja metodom po Vickersu provedena su mjernom metodom HV10 što odgovara primijenjenom opterećenju u iznosu od 98.07 N na uređaju Mitutoyo HV-100. Mjerenje tvrdoće provedeno je pri temperaturi 20 °C, brzini opterećivanja 0.15 mm/s i vremenu primjene opterećenja u trajanju od 10 sekundi.

## 6.6 Matematički model

U svrhu dobivanja matematičkih modela za opisivanje nehomogenih deformacija, odnosno utjecaja analiziranih parametara na pojavu i propagaciju Lüdersove linije, za očitavanje eksperimentalnih rezultata odabran je čelik s 0.048% Nb. Očitavanje rezultata mjerenja provedeno je različitim metodama. Očitavani su parametri maksimalne lokalizirane promjene temperature ( $\Delta T_{max}$ ) metodom termografije, maksimalna deformacija ( $\epsilon_{max}$ ) metodom digitalne korelacije slike, a iznosi napreznja ( $\sigma$ ) očitani su iz rezultata statičkog vlačnog ispitivanja. Ispitivanja statičkog vlačnog pokusa provedena su na kidalici pri različitim brzinama razvlačenja, odnosno brzinama deformacije ( $v$ ), koji je ujedno i zadnji analizirani parametar.

Potrebno je istaknuti da su parametri  $\Delta T_{max}$  i  $\varepsilon_{max}$  određivani u području iza Lüdersove fronte s obzirom da su u tom području dobivene najveće promjene analiziranih parametara ( $\Delta T_{max}$ ,  $\varepsilon_{max}$ ) tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije.

Sve ostale parametre koji bi mogli utjecati na točnost matematičkog modela, držalo se konstantnima tijekom trajanja eksperimenta statičkog vlačnog ispitivanja. U slučaju da ostali parametri, koji mogu utjecati na izlazne parametre, nisu konstantni, može doći do manje točnosti dobivenog modela pri čemu model neće najbolje opisati parametre čiji se utjecaj opisuje. Ukoliko dođe do pojave ove vrste problema, jedino rješenje je ponavljanje eksperimenta što iziskuje nove troškove [122].

U prvom dijelu poglavlja matematičkog modeliranja 7.4.1 *Matematički model za  $\sigma$  kod formiranja Lüdersove linije* i 7.4.2 *Matematički model za  $\sigma$  kod propagacije Lüdersove linije* vrijednosti parametara dobivenih provedenim eksperimentalnim ispitivanjima podijeljeni su na ulazne parametre  $\Delta T_{max}$  i  $\varepsilon_{max}$  te izlazni parametar  $\sigma$ . S obzirom da se kroz doktorsku disertaciju  $\Delta T_{max}$  odnosi na promjenu  $\sigma$ , dobit će se jednostavan matematički model koji će pokazati ovisnost  $\sigma$  o  $\Delta T_{max}$  i  $\varepsilon_{max}$  prema sljedećem izrazu kod formiranja i propagacije Lüdersove linije:

$$\sigma = f(\Delta T_{max}, \varepsilon_{max}) \quad (6-1)$$

Ispitivanja su provedena kod brzine deformacije od  $0.007 \text{ s}^{-1}$  ( $v_2$ ) s obzirom da su kod iste brzine, uz termografiju i digitalnu korelaciju slike, provedena i opsežna ispitivanja mikrostrukture. Cilj je bio matematičkim modelom potvrditi da pri ispitivanoj brzini postoji ovisnost  $\sigma$  o  $\Delta T_{max}$  uz  $\varepsilon_{max}$ .

Drugi dio poglavlja matematičkog modeliranja 7.4.3 *Matematički model za  $\varepsilon_{max}$  kod formiranja Lüdersove linije* i 7.4.4 *Matematički model za  $\varepsilon_{max}$  i  $\Delta T_{max}$  kod propagacije Lüdersove linije* odnosi se na opisivanje preostalih parametara tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije. Rezultati dobiveni provedenim eksperimentalnim ispitivanjem podijeljeni su na ulazne parametre i izlazne parametre kod formiranja Lüdersove linije. U području propagacije Lüdersove linije, gdje je bilo moguće očitati veći broj eksperimentalnih točaka ispitivanih parametara, nastojalo se dobiti dva različita matematička modela:

1) ulazni parametri:  $\Delta T_{max}$ ,  $\sigma$ ,  $\nu$  te izlazni parametar  $\varepsilon_{max}$  pri čemu vrijedi funkcija ovisnosti  $\varepsilon_{max} = f(\Delta T_{max}, \sigma, \nu)$

2) ulazni parametri:  $\varepsilon_{max}$ ,  $\sigma$ ,  $\nu$  te izlazni parametar  $\Delta T_{max}$  pri čemu vrijedi funkcija ovisnosti  $\Delta T_{max} = f(\varepsilon_{max}, \sigma, \nu)$

Nakon provedenih eksperimentalnih mjerenja utvrđene su granice minimalnih i maksimalnih vrijednosti ulaznih parametara kod formiranja i propagacije Lüdersove linije kod određivanja  $\sigma$  kao izlaznog parametra, tablica 6-2.

Tablica 6-2. Fizikalne vrijednosti ulaznih parametara tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije pri brzini deformacije  $\nu_2$  kod određivanja izlaznog parametra  $\sigma$ .

	Parametri	Minimalna vrijednost	Srednja vrijednost	Maksimalna vrijednost
Formiranje Lüdersove linije	$\Delta T_{max}$ (°C)	-0.47	1.26	2.05
	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	0.0072	0.0204	0.0336
Propagacija Lüdersove linije	$\Delta T_{max}$ (°C)	1.37	2.64	3.91
	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	0.0300	0.0396	0.0492

Granice minimalnih i maksimalnih vrijednosti ulaznih parametara kod pojave i formiranja Lüdersove linije kod određivanja  $\varepsilon_{max}$  kao izlaznog parametra prikazane su u tablici 6-3. Osim kod formiranja Lüdersove linije, utvrđene su granice minimalnih i maksimalnih vrijednosti ulaznih parametara kod propagacije Lüdersove linije kod određivanja  $\varepsilon_{max}$  i  $\Delta T_{max}$  kao izlaznih parametara, tablice 6-3 i 6-4.

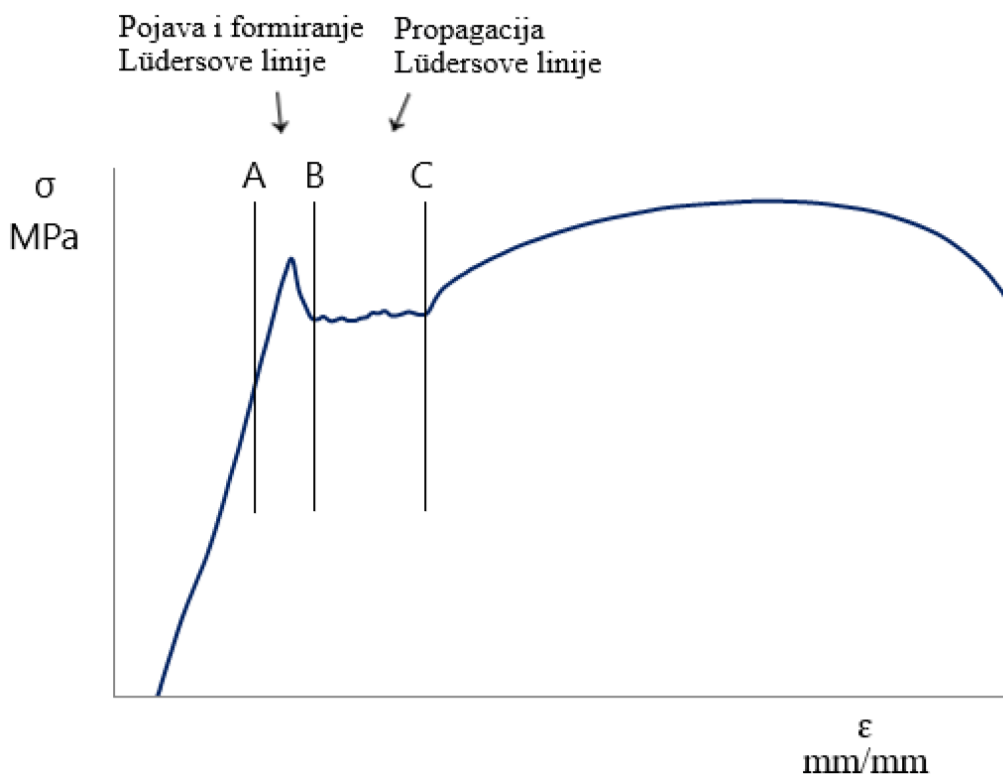
Tablica 6-3. Fizikalne vrijednosti ulaznih parametara tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije za izlazni parametar  $\varepsilon_{max}$ .

	Parametri	Minimalna vrijednost	Srednja vrijednost	Maksimalna vrijednost
Formiranje Lüdersove linije	$\Delta T_{max}$ (°C)	-0.59	0.98	2.55
	$\sigma$ (MPa)	484.70	524.60	564.50
	$\nu$ (s <sup>-1</sup> )	0.00180	0.01015	0.01850
Propagacija Lüdersove linije	$\Delta T_{max}$ (°C)	0.350	2.285	4.220
	$\sigma$ (MPa)	498.30	529.95	561.60
	$\nu$ (s <sup>-1</sup> )	0.00180	0.01015	0.01850

Tablica 6-4. Fizikalne vrijednosti ulaznih parametara tijekom propagacije Lüdersove linije za izlazni parametar  $\Delta T_{max}$ .

	Parametri	Minimalna vrijednost	Srednja vrijednost	Maksimalna vrijednost
Propagacija Lüdersove linije	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	0.02790	0.03855	0.04920
	$\sigma$ (MPa)	498.30	529.95	561.60
	$v$ (s <sup>-1</sup> )	0.00180	0.01015	0.01850

Način očitavanja rezultata ulaznih i izlaznih parametara proveden je tako da su se za matematički model za opisivanje ponašanja analiziranih parametara na formiranje Lüdersove linije uzimale vrijednosti koje odgovaraju području A-B ovisnosti naprezanje-deformacija, slika 6-15. Vrijednosti su dobivene statičkim vlačnim ispitivanjem uz istovremeno korištenje metoda termografije i digitalne korelacije slike. Rezultati analiziranih parametara za opisivanje propagacije Lüdersove linije uzimani su u području B-C, slika 6-15.



Slika 6-15. Područje očitavanja eksperimentalnih vrijednosti za matematičko modeliranje.



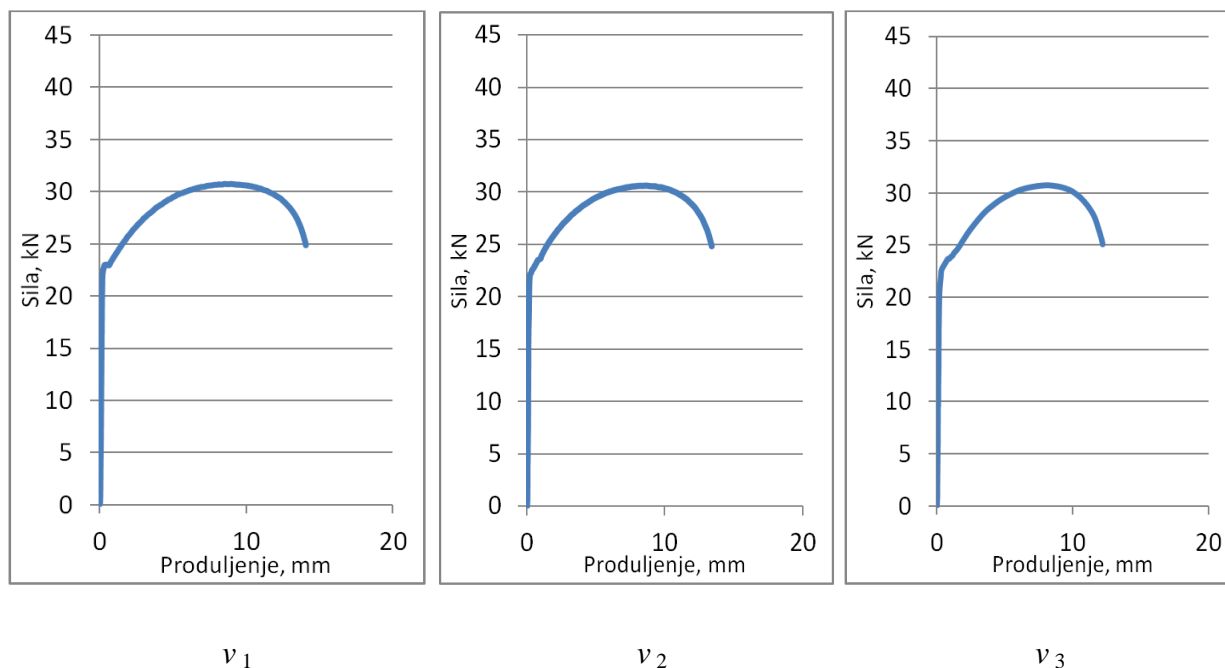
## 7. REZULTATI ISPITIVANJA

Sukladno planu istraživanja provedena su istraživanja na čeliku mikrolegiranom s različitim sadržajem mikrolegirajućega elementa niobija i čeliku istog osnovnog kemijskog sastava bez dodatka mikrolegirajućega elementa niobija pri različitim brzinama deformacije. Na odabranim ispitnim uzorcima provedena su ispitivanja metodama statičkog vlačnog ispitivanja, termografije, digitalne korelacije slike, metalografije, pretražne i transmisijske elektronske mikroskopije, rendgenske difrakcije i tvrdoće.

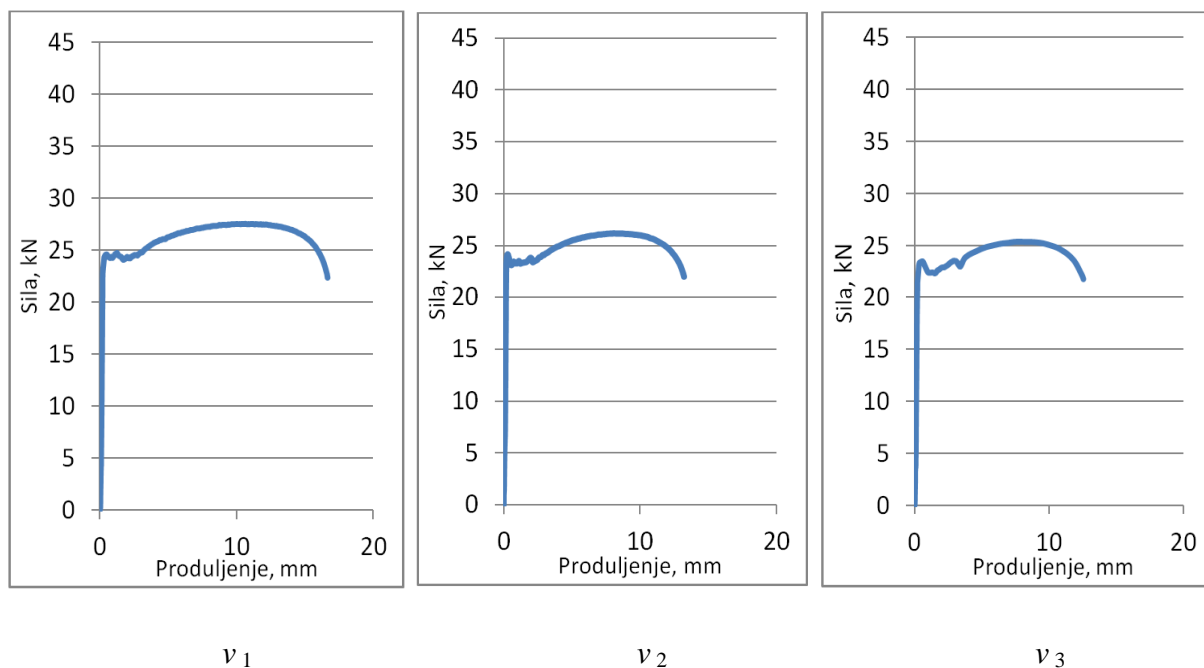
### 7.1 Rezultati statičkog vlačnog ispitivanja

Ispitivanja statičkim vlačnim pokusom provedena su kod niobijem mikrolegiranih čelika i čelika bez dodatka mikrolegirajućega elementa niobija istog baznog kemijskog sastava. Ispitivani su čelici s 0%, 0.035%, 0.048% i 0.060% Nb. Ispitivanja su provedena pri brzinama razvlačenja 5 mm/min, 20 mm/min i 50 mm/min, što odgovara brzinama deformacije  $0.0018 \text{ s}^{-1}$  ( $v_1$ ),  $0.007 \text{ s}^{-1}$  ( $v_2$ ) i  $0.0185 \text{ s}^{-1}$  ( $v_3$ ).

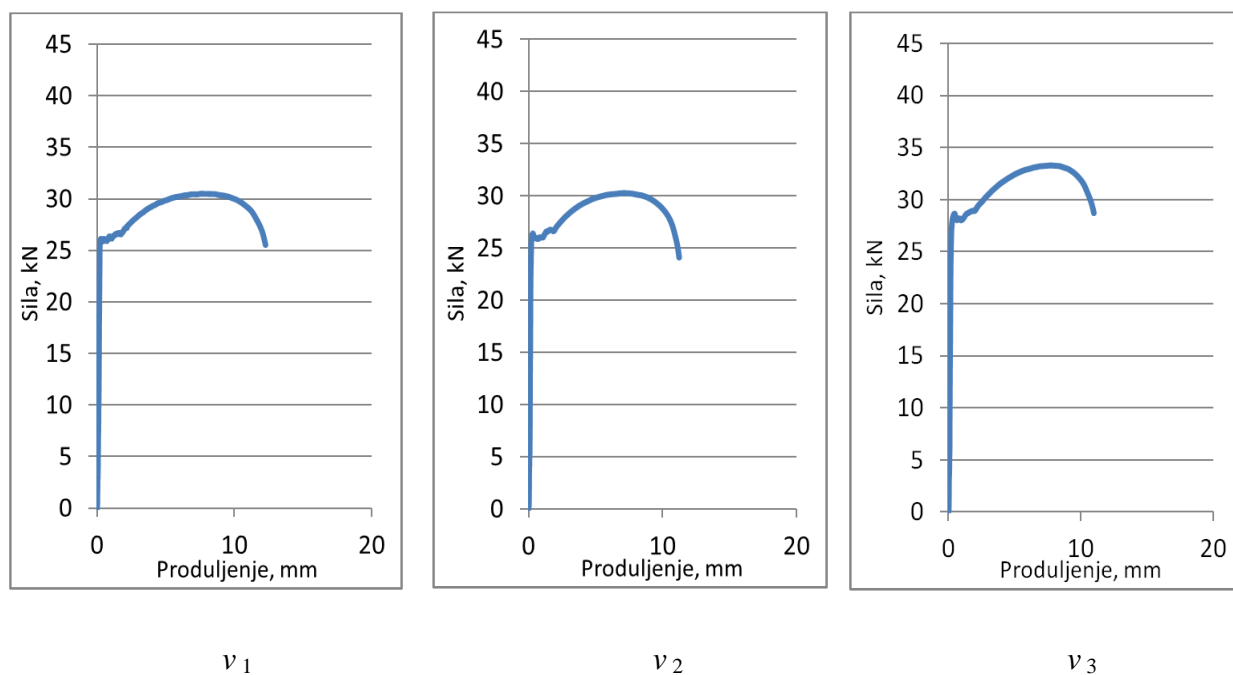
Dobiveni rezultati ispitivanja statičkim vlačnim pokusom za ovisnost sila-produljenje čelika s 0%, 0.035%, 0.048% i 0.060% Nb prikazani su na slikama 7-1 do 7-6.



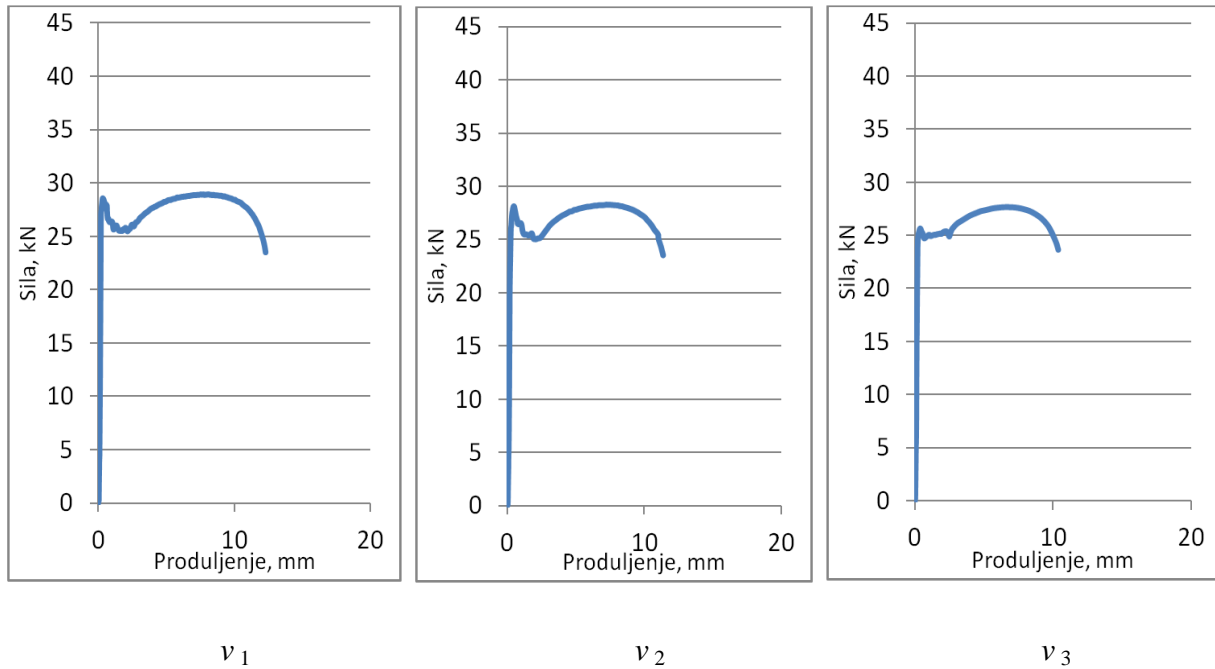
Slika 7-1. Ovisnost sila-produljenje kod ispitnih uzoraka s 0% Nb o brzini deformacije.



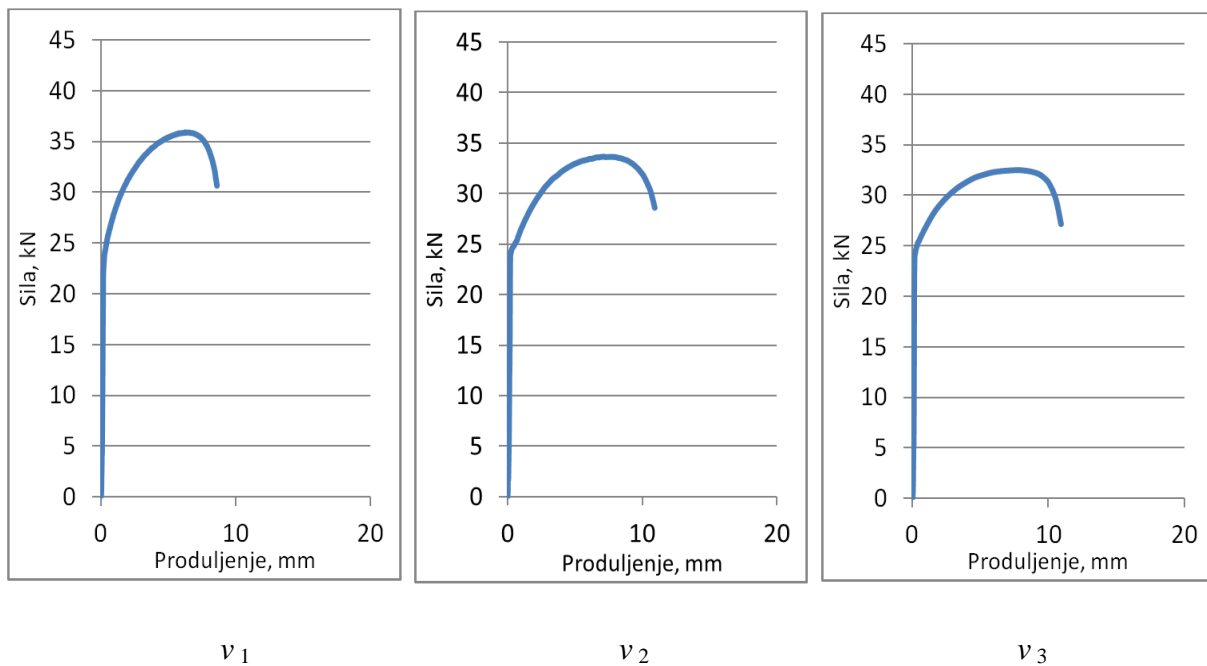
Slika 7-2. Ovisnost sila-produljenje kod ispitnih uzoraka s 0.035% Nb s pojavom Lüdersove linije o brzini deformacije.



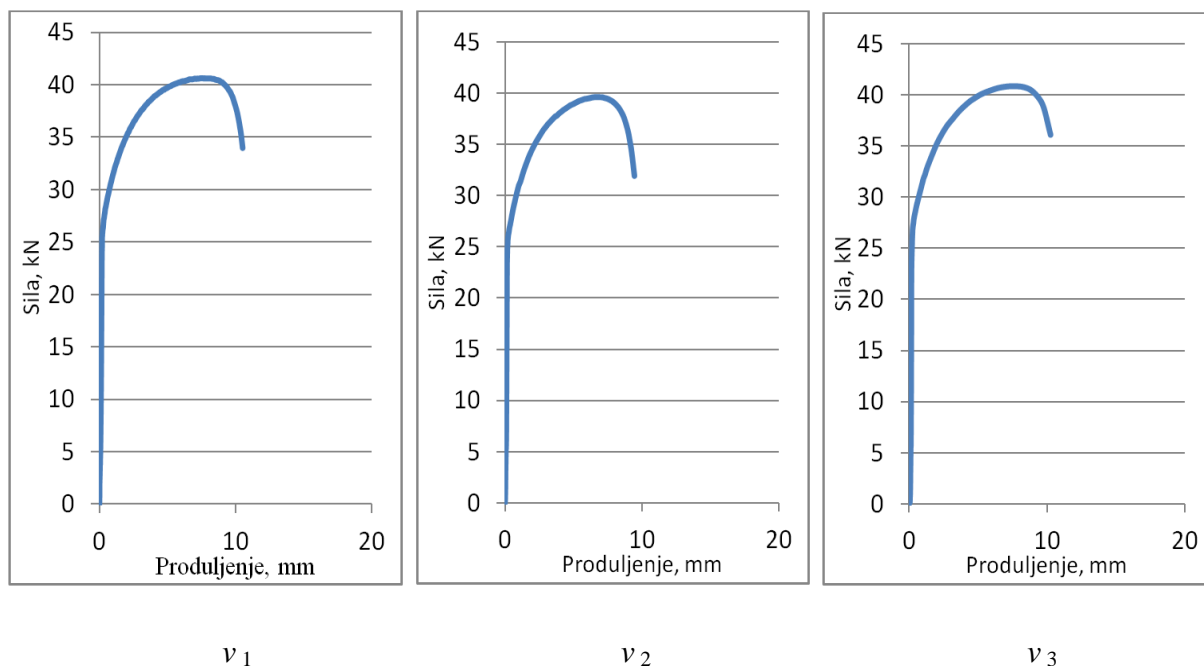
Slika 7-3. Ovisnost sila-produljenje kod ispitnih uzoraka s 0.048% Nb s pojavom Lüdersove linije o brzini deformacije.



Slika 7-4. Ovisnost sila-produljenje kod ispitnih uzoraka s 0.060% Nb s pojavom Lüdersove linije o brzini deformacije.



Slika 7-5. Ovisnost sila-produljenje kod većom brzinom hlađenih ispitnih uzoraka s 0.035% Nb bez pojave Lüdersove linije o brzini deformacije.



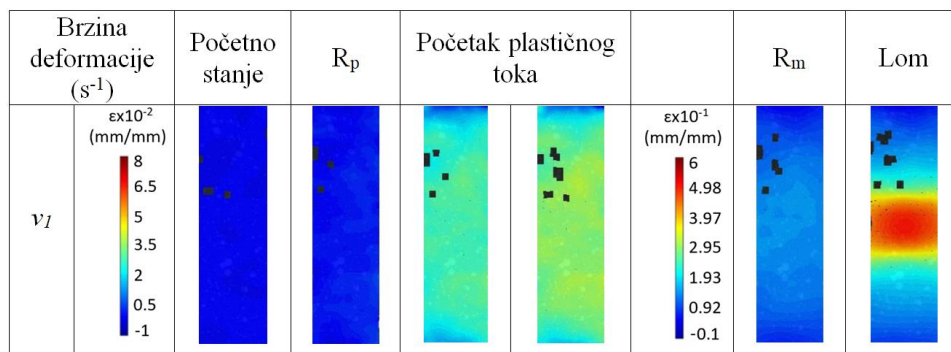
Slika 7-6. Ovisnost sila-produljenje kod većom brzinom hlađenih ispitnih uzoraka s 0.060% Nb bez pojave Lüdersove linije o brzini deformacije.

## 7.2 Rezultati ispitivanja metodama termografije i digitalne korelacije slike

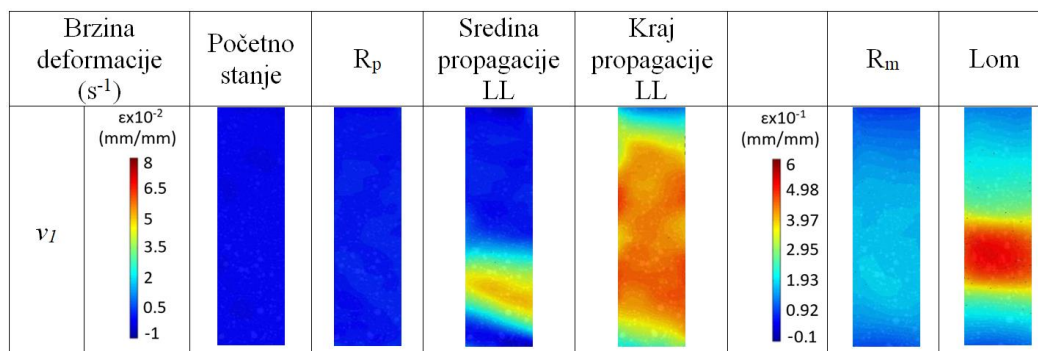
Sukladno planu ispitivanja na svim ispitnim uzorcima provedena su ispitivanja metodama termografije i digitalne korelacije slike. Kvalitativna i kvantitativna analiza provedene su na više načina.

### 7.2.1 Rezultati ispitivanja ponašanja čelika do loma metodom digitalne korelacije slike

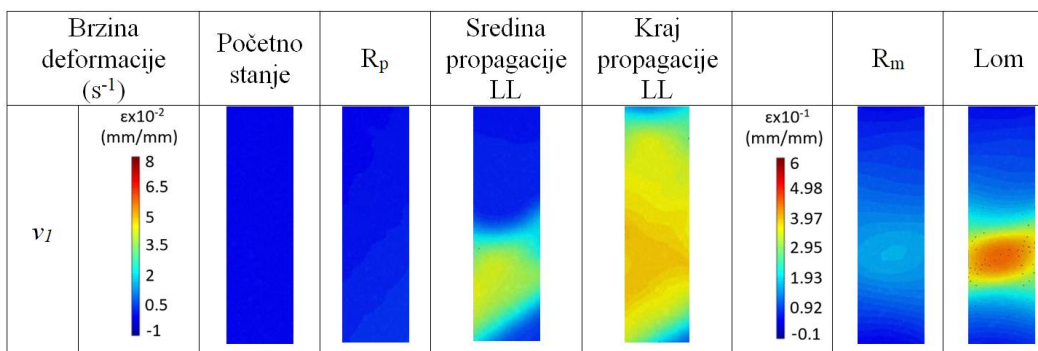
Na početku je provedena kvalitativna analiza ponašanja čelika metodom digitalne korelacije slike tijekom razvlačenja do loma ispitnog uzorka pri brzini deformacije  $v_l$ . Dobiveni rezultati prikazani su na slikama 7-7 do 7-12.



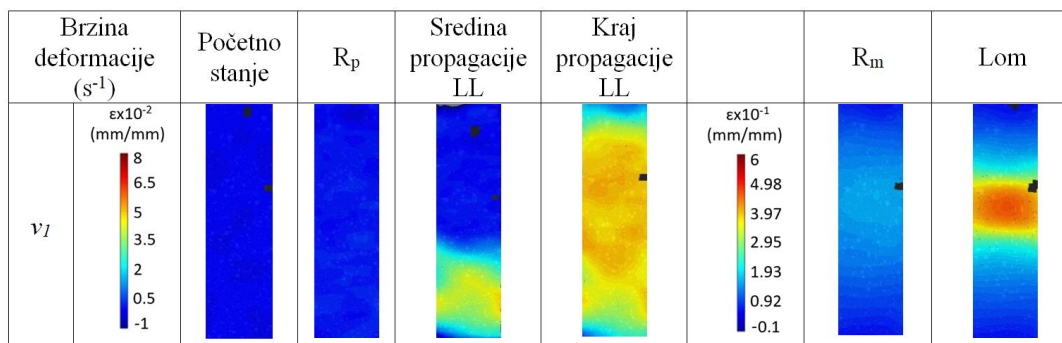
Slika 7-7. Ponašanje čelika s 0% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom digitalne korelacije slike.



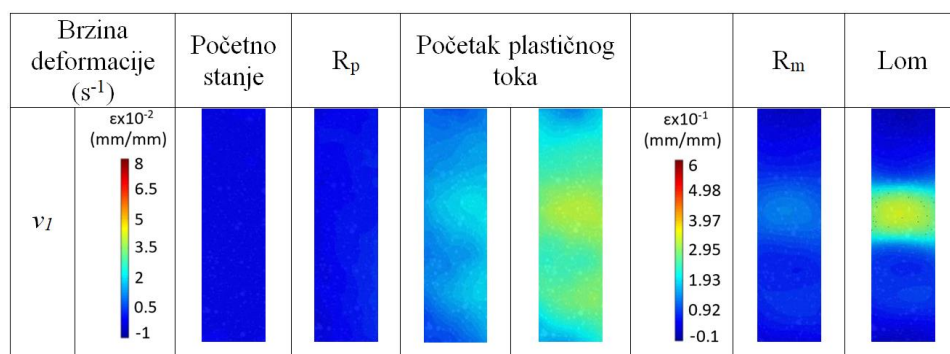
Slika 7-8. Ponašanje čelika s 0.035% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom digitalne korelacije slike.



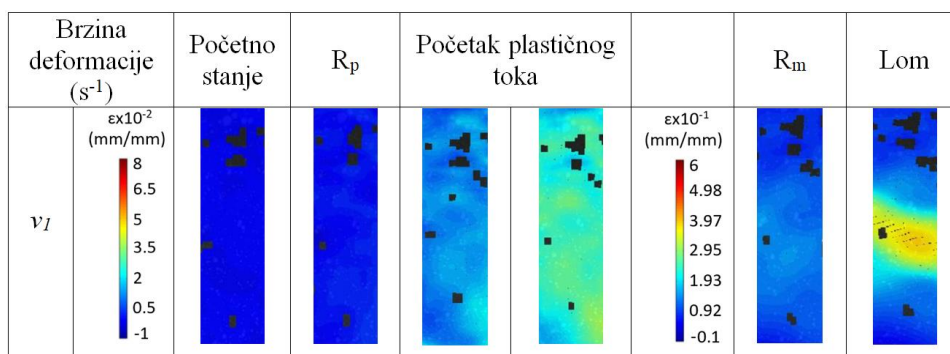
Slika 7-9. Ponašanje čelika s 0.048% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom digitalne korelacije slike.



Slika 7-10. Ponašanje čelika s 0.060% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom digitalne korelacije slike.



Slika 7-11. Ponašanje većom brzinom hlađenih čelika s 0.035% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom digitalne korelacije slike.

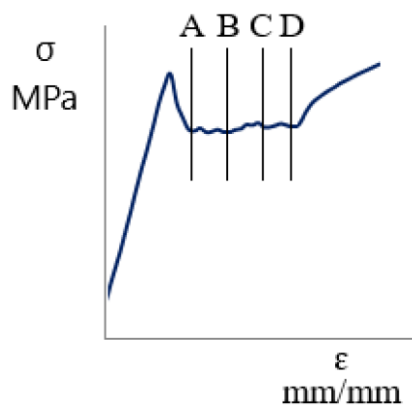


Slika 7-12. Ponašanje većom brzinom hlađenih čelika s 0.060% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom digitalne korelacije slike.

## 7.2.2 Utjecaj brzine deformacije i mikrolegirajućega elementa niobija na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija metodom digitalne korelacije slike

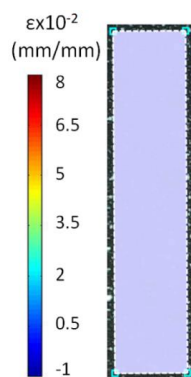
Utjecaj brzine deformacije i sadržaja mikrolegirajućega elementa niobija na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija metodom digitalne korelacije slike ispitan je na ispitnim uzorcima sva četiri ispitivana čelika. Shematski prikaz ovisnosti naprežanje-deformacija kod ispitivanog čelika prikazan je na slici 7-13. Iznosi ukupne deformacije u točkama A-D određivani su metodom digitalne korelacije slike da bi se dobile točke s jednakim prosječnim iznosima deformacija po cijelom ispitnom dijelu uzorka, slika 7-14.

Rezultati kvalitativne analize kod čelika mikrolegiranih niobijem uzimani su u četiri točke A, B, C i D koji odgovaraju ukupnim iznosima deformacije 0.005 mm/mm, 0.013 mm/mm, 0.026 mm/mm i 0.032 mm/mm preko cijelog ispitnog dijela uzorka. Uz prethodno navedene 4 točke, kod čelika s pojavom Lüdersove linije, uzimani su i rezultati kvalitativne analize u trenutku kraja propagacije Lüdersove linije. Uzimala se prosječna ukupna deformacija preko cijelog mjernog područja ispitnog uzorka prema slici 7-14.



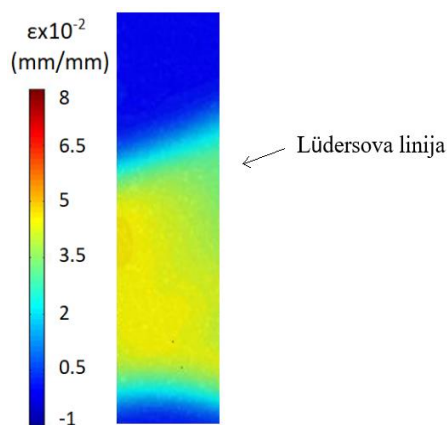
Slika 7-13. Shematski prikaz točaka A-D kod ispitnog uzorka s pojavom Lüdersovih linija.

Kvalitativna i kvantitativna analiza rezultata dobivenih metodom digitalne korelacije slike provedena je kod niobijem mikrolegiranih čelika od točke A do kraja propagacije Lüdersove linije. Metoda digitalne korelacije slike kao kvalitativni prikaz rezultata ima deformacijske mape koje prikazuju iznose i raspodjelu deformacija u zoni deformacije. Deformacijskim mapama kvalitativno su prikazane raspodjele deformacija u zoni deformacije tijekom početka plastičnog toka, slika 7-15.



Slika 7-14. Određivanje iznosa ukupne deformacije u točkama A-D u području ispitivanja metodom digitalne korelacije slike.

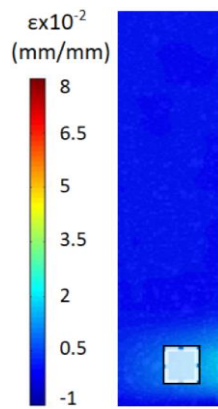
Provedena je kvalitativna i kvantitativna analiza ponašanja čelika na početku plastičnog toka metodom digitalne korelacije slike na ispitnim uzorcima kod svih brzina deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ . Dobivene rezultate prikazuju slike od 7-16 do 7-28.



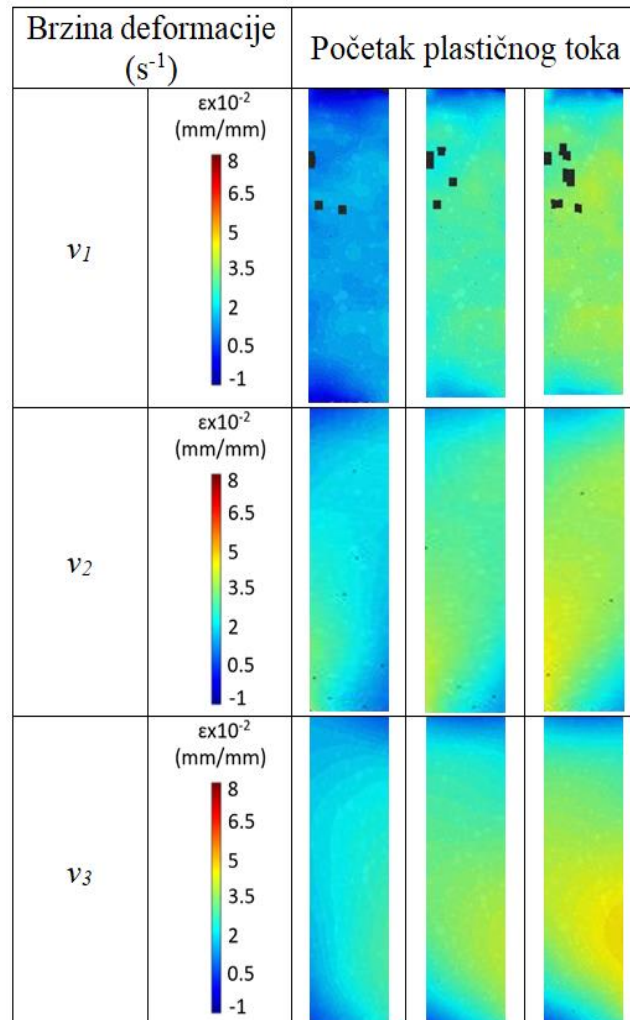
Slika 7-15. Kvalitativni prikaz pojave Lüdersove linije metodom digitalne korelacije slike.

Točnije dobivanje slike ponašanja ispitivanih čelika na početku plastičnog toka metodom digitalne korelacije slike provedeno je kvantitativnom analizom. Kvantificirano je lokalno malo područje (bijeli kvadrat) na mjestu pojave Lüdersove linije, slika 7-16. Uzimanje lokalnih iznosa deformacije kod čelika bez dodatka niobija (0% Nb), odnosno bez Lüdersove linije, provedena su u području zone deformacije gdje dolazi do prvog znatnijeg povećanja deformacije na početku plastičnog toka. Rezultati kvantitativne analize lokalnih deformacija u označenom području kod čelika s 0% Nb, 0.035% Nb, 0.048% Nb i 0.060% Nb prikazani su na slikama 7-21 do 7-24.

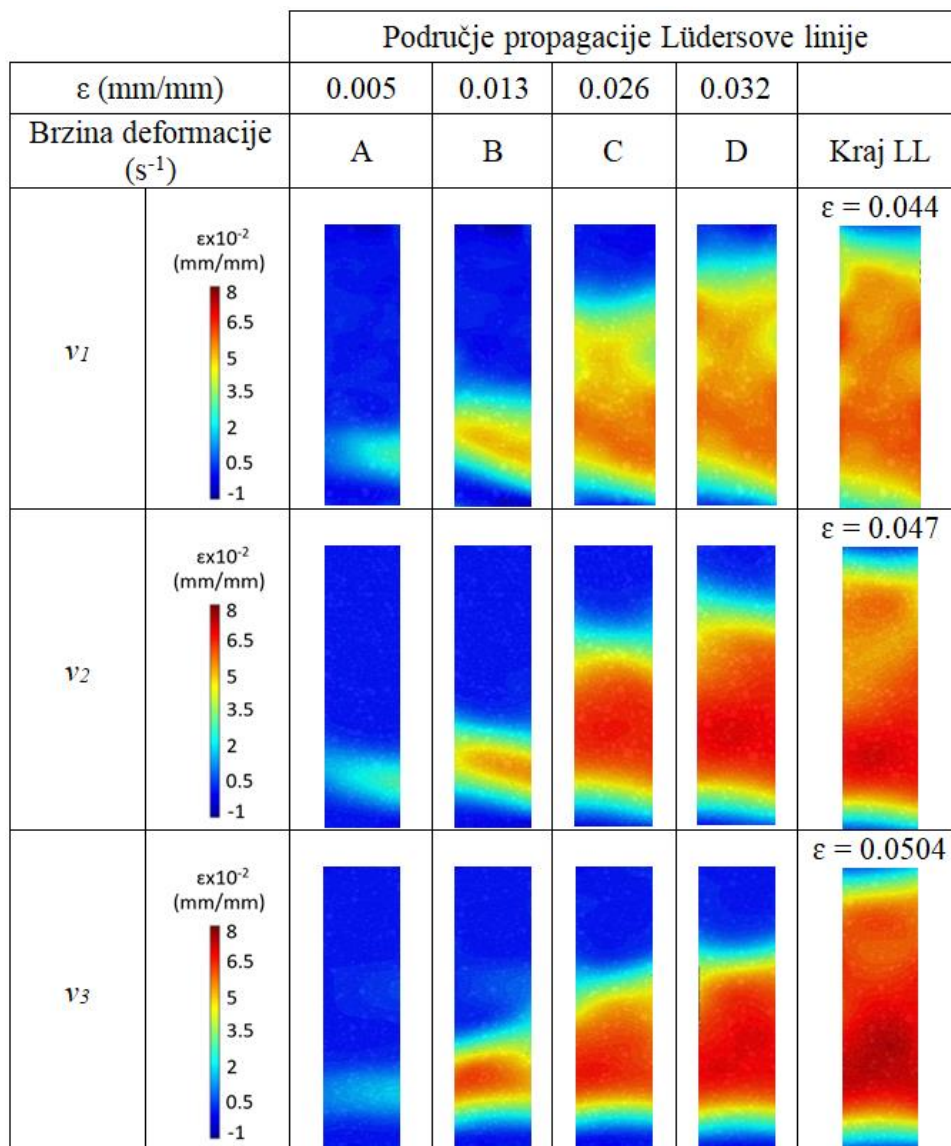




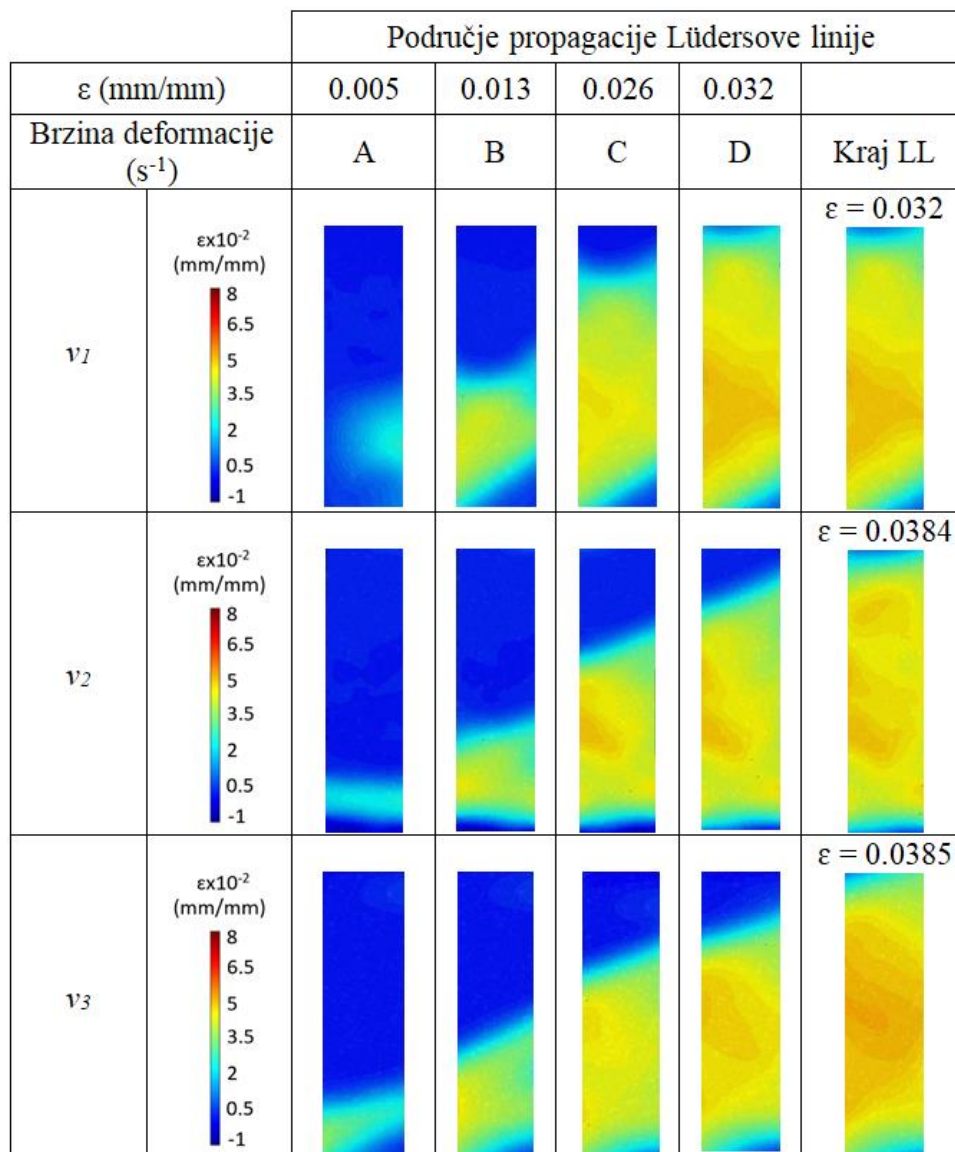
Slika 7-16. Područje kvantitativne analize promjene iznosa deformacije tijekom vremena.



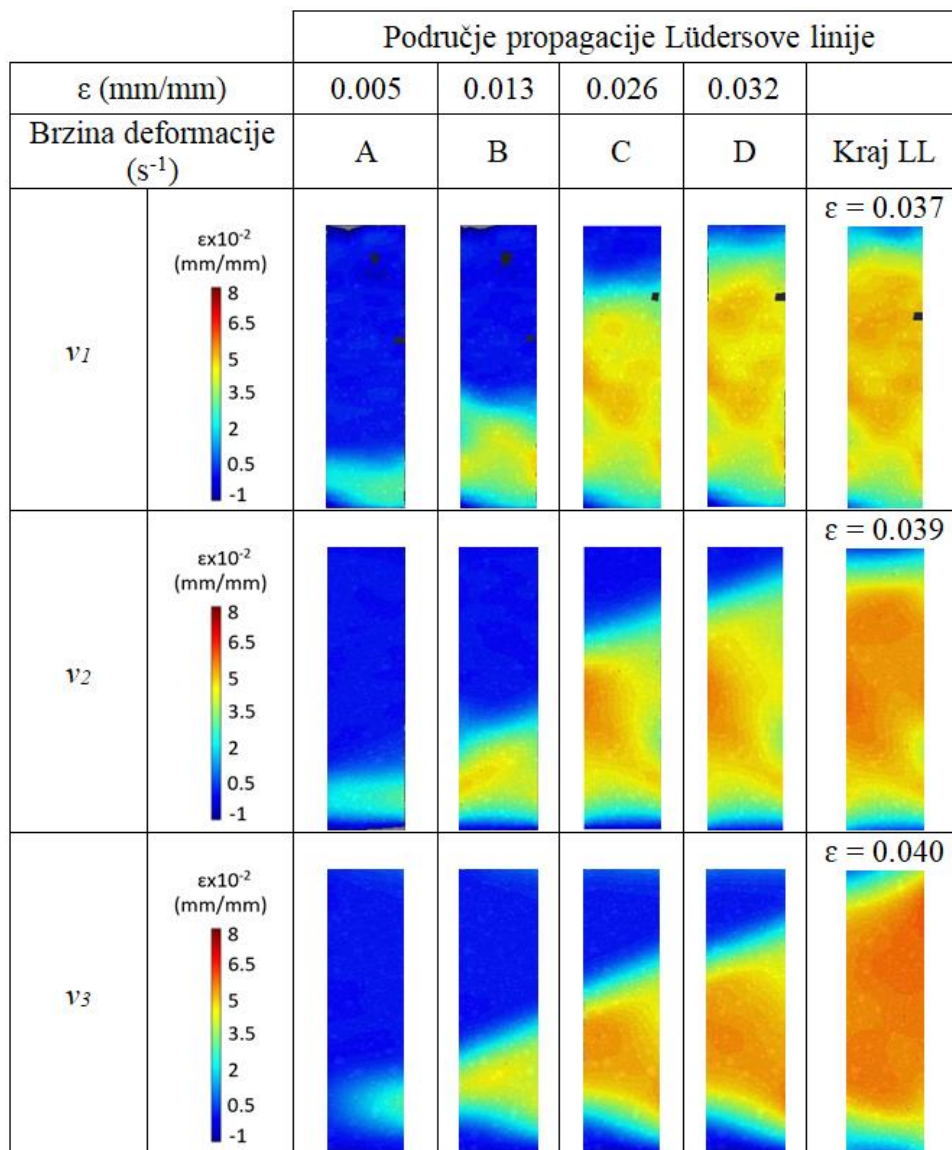
Slika 7-17. Kvalitativni prikaz rezultata metodom digitalne korelacije slike čelika s 0% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .



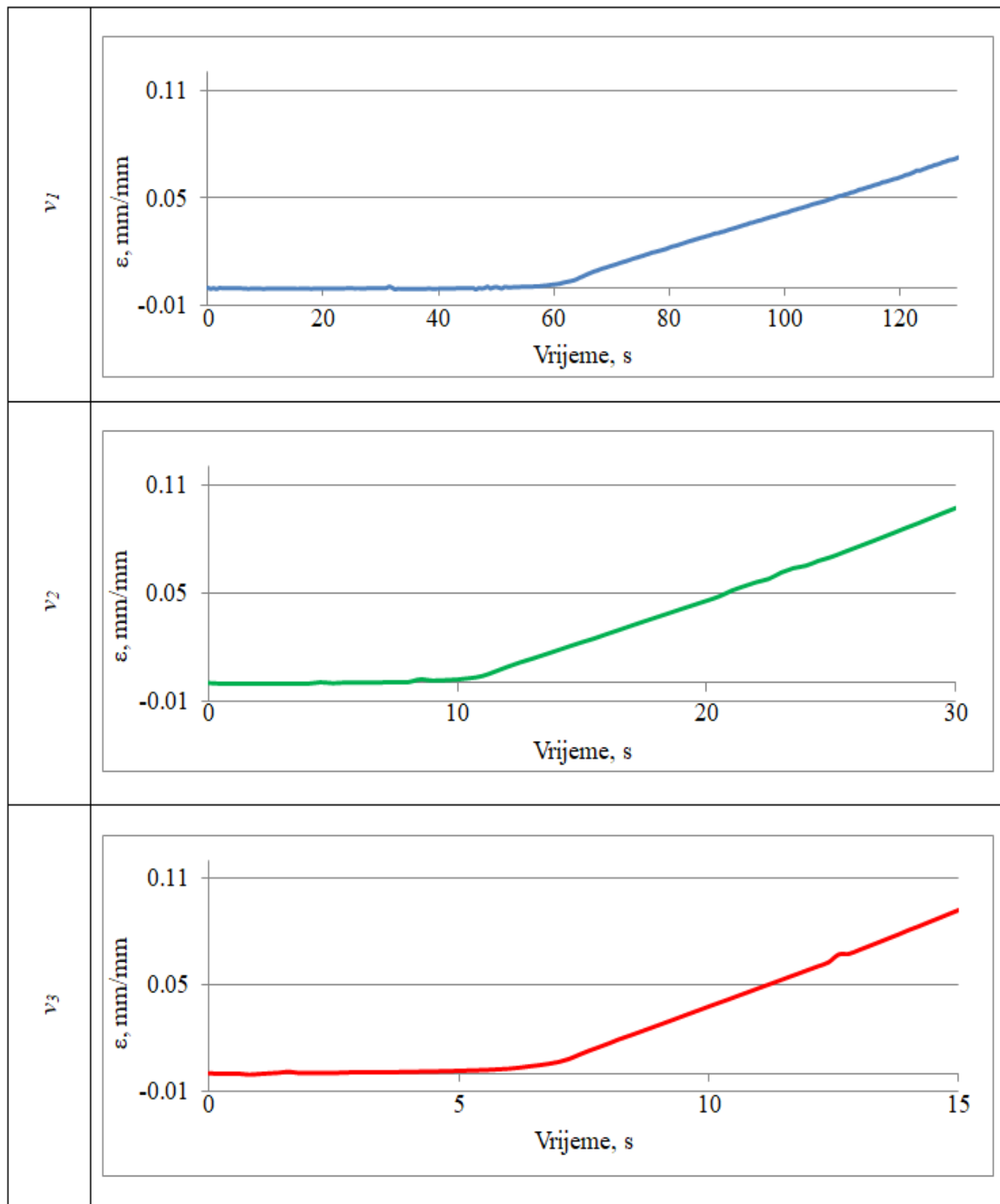
Slika 7-18. Kvalitativni prikaz rezultata metodom digitalne korelacije slike čelika s 0.035% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  od točke A do kraja propagacije Lüdersove linije.



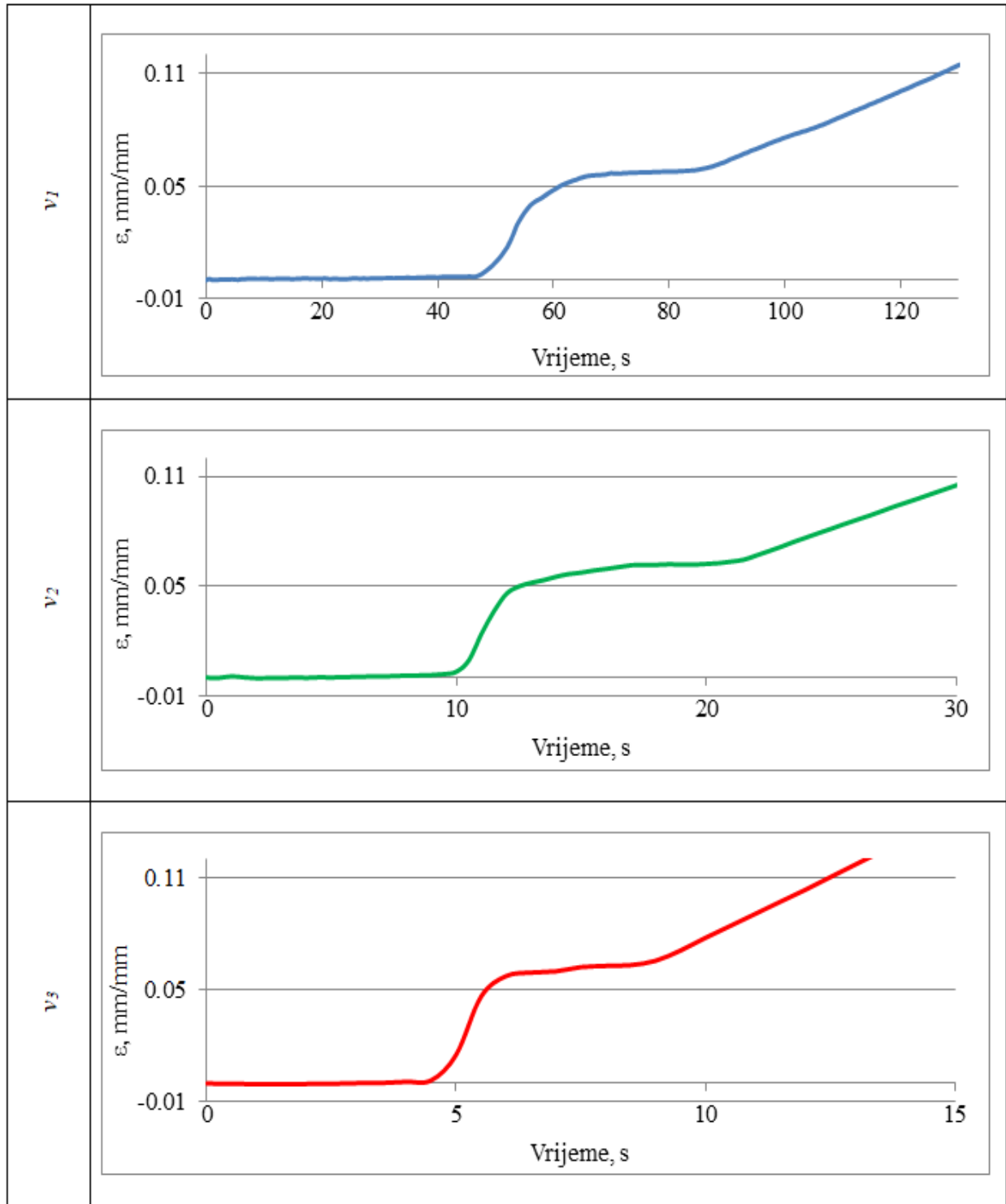
Slika 7-19. Kvalitativni prikaz rezultata metodom digitalne korelacije slike čelika s 0.048% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  od točke A do kraja propagacije Lüdersove linije.



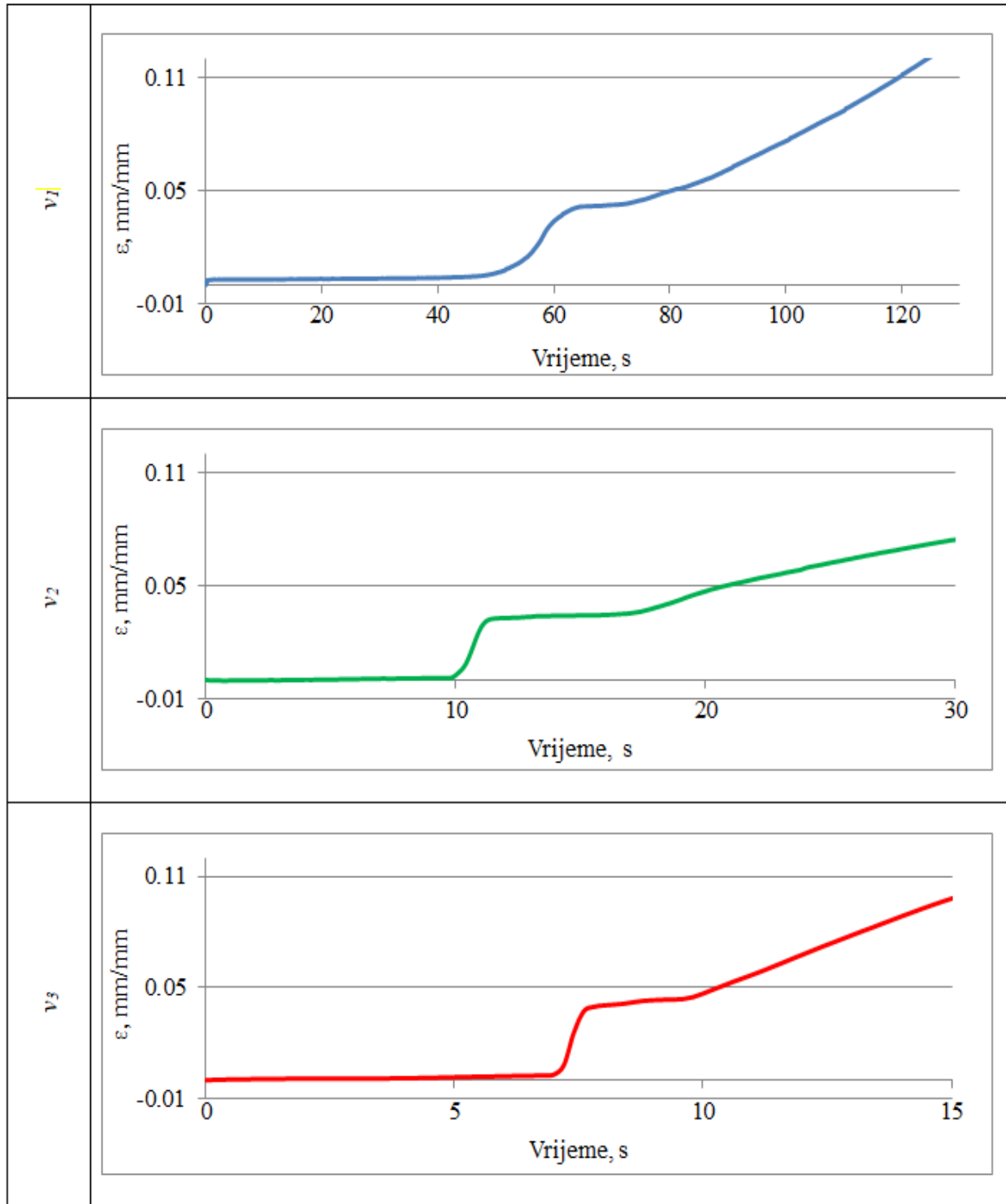
Slika 7-20. Kvalitativni prikaz rezultata metodom digitalne korelacije slike čelika s 0.060% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  od točke A do kraja propagacije Lüdersove linije.



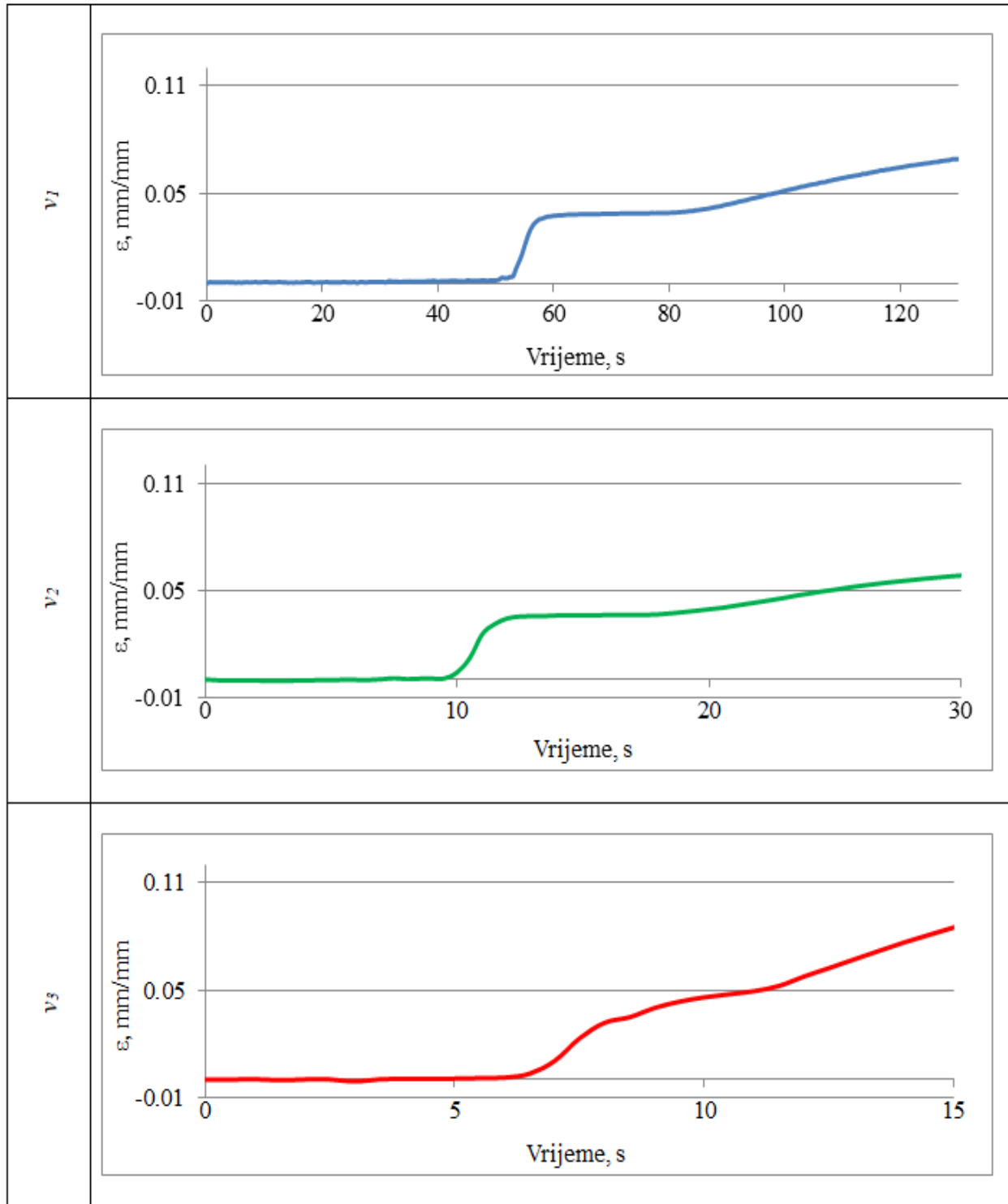
Slika 7-21. Kvantitativna analiza promjene iznosa deformacije tijekom vremena kod čelika s 0% Nb metodom digitalne korelacije slike.



Slika 7-22. Kvantitativna analiza promjene iznosa deformacije tijekom vremena kod čelika s 0.035% Nb metodom digitalne korelacije slike.



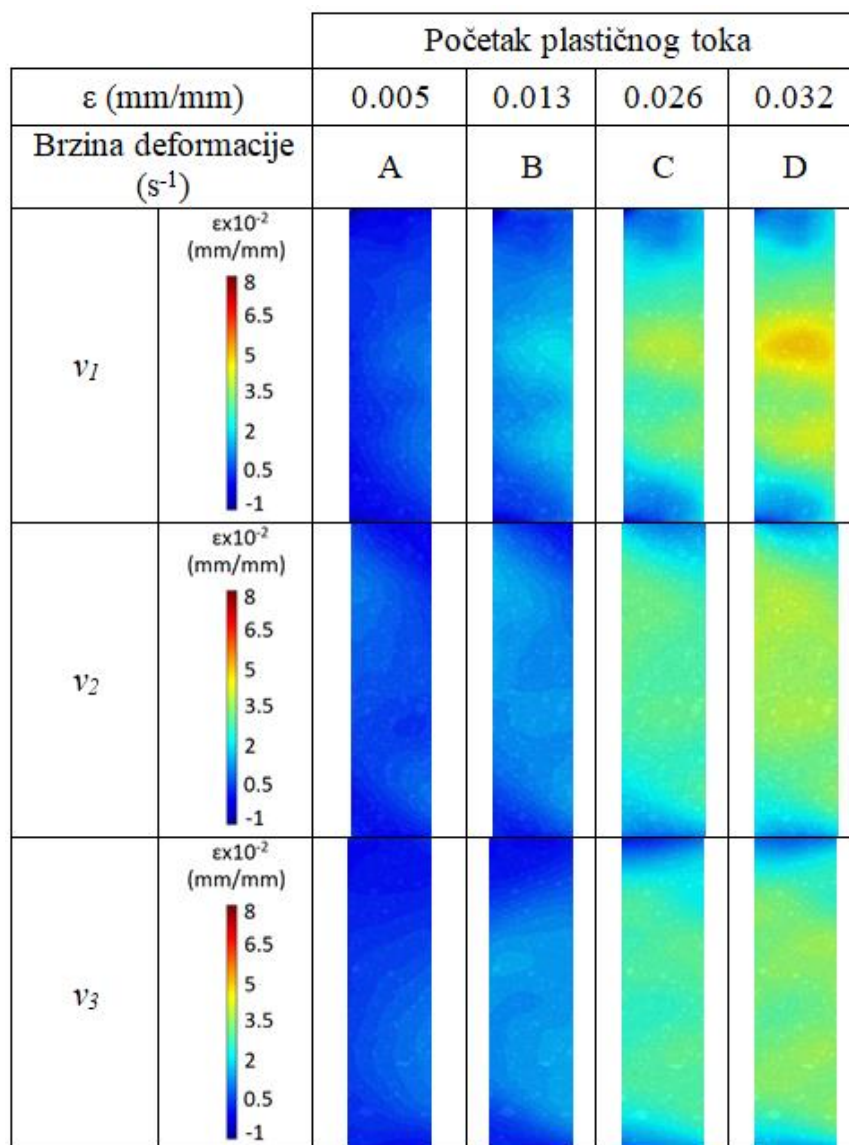
Slika 7-23. Kvantitativna analiza promjene iznosa deformacije tijekom vremena kod čelika s 0.048% Nb metodom digitalne korelacije slike.



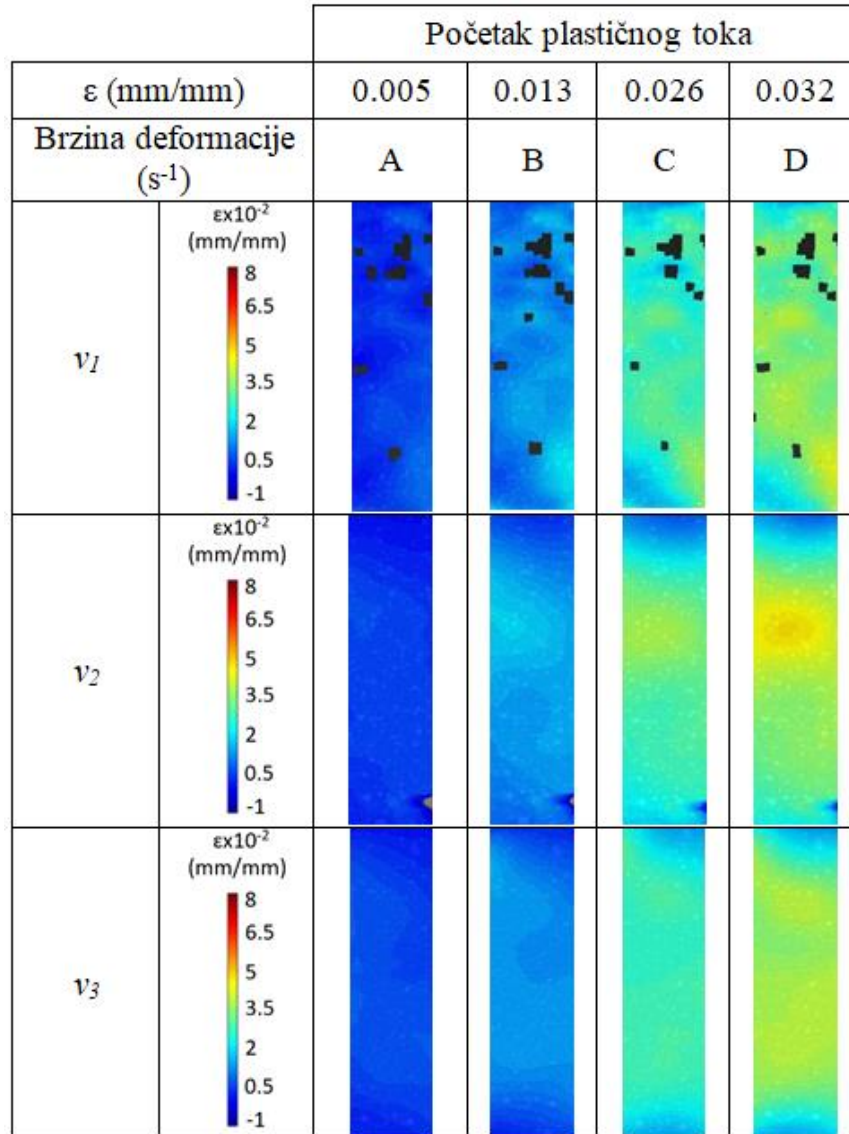
Slika 7-24. Kvantitativna analiza promjene iznosa deformacija tijekom vremena kod čelika s 0.060% Nb metodom digitalne korelacije slike.



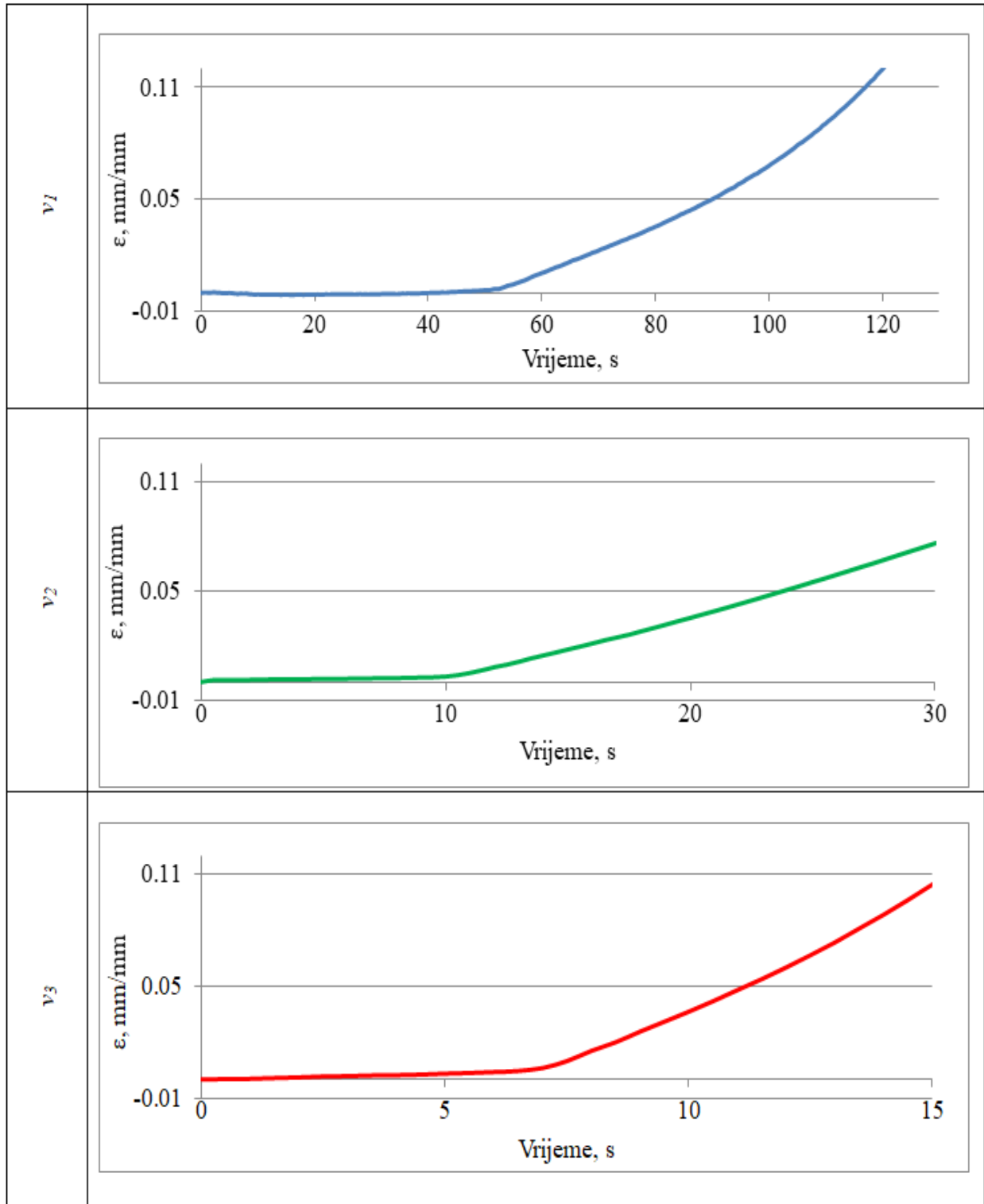
Na ispitnim uzorcima mikrolegiranih čelika koji su hlađeni većom brzinom od 12.4 °C/s provedene su kvalitativna i kvantitativna analiza metodom digitalne korelacije slike. Kvalitativni i kvantitativni rezultati dobiveni digitalnom korelacijom slike kod čelika s 0.035% Nb i 0.060% Nb koji su hlađeni većom brzinom prikazani su na slikama 7-25 do 7-28.



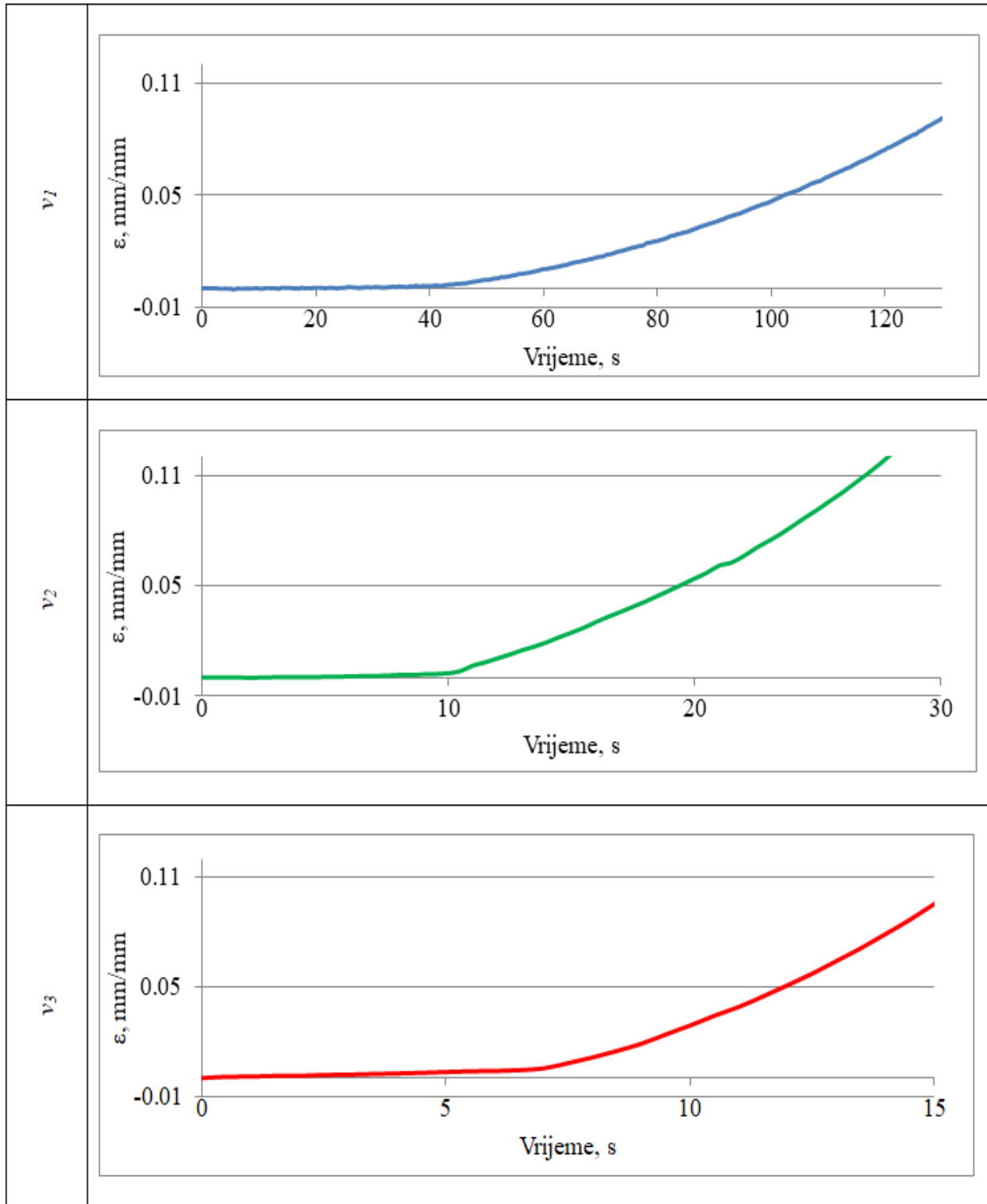
Slika 7-25. Kvalitativni prikaz rezultata u točkama A-D metodom digitalne korelacije slike većom brzinom hlađenih čelika s 0.035% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .



Slika 7-26. Kvalitativni prikaz rezultata u točkama A-D metodom digitalne korelacije slike većom brzinom hlađenih čelika s 0.060% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .



Slika 7-27. Kvantitativna analiza promjene iznosa deformacija tijekom vremena većom brzinom hlađenih čelika s 0.035% Nb metodom digitalne korelacije slike.

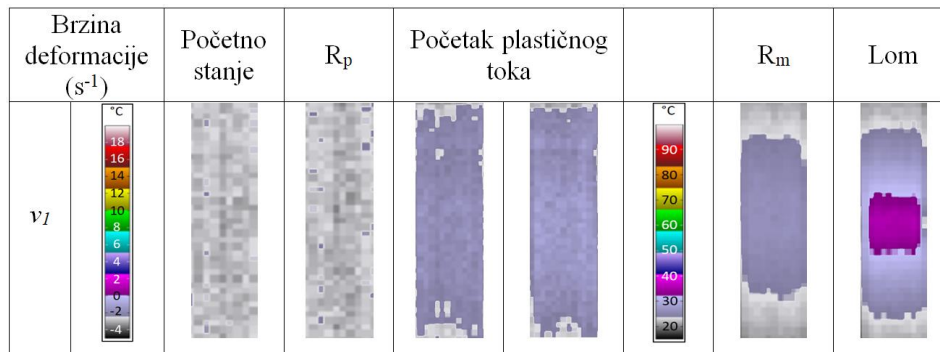


Slika 7-28. Kvantitativna analiza promjene iznosa deformacija tijekom vremena većom brzinom hlađenih čelika s 0.060% Nb metodom digitalne korelacije slike.

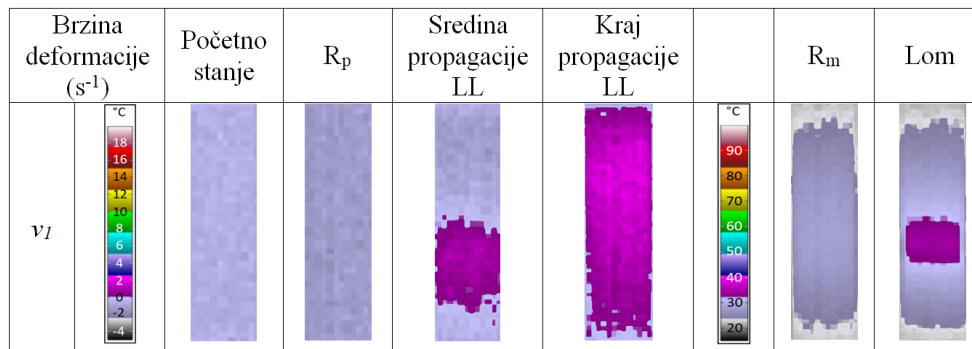
### 7.2.3 Rezultati ispitivanja ponašanja čelika do loma metodom termografije

Uz ispitivanja metodom digitalne korelacije slike, sukladno planu ispitivanja, na svim ispitnim uzorcima čelika provedena su i ispitivanja metodom termografije.

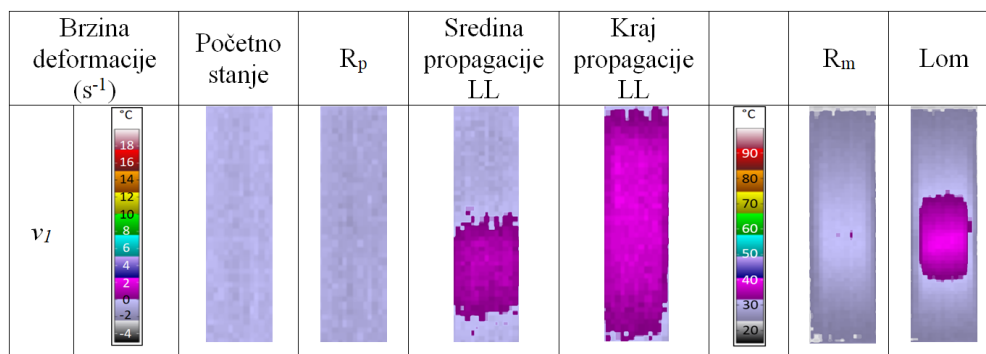
Kvalitativna analiza ponašanja čelika metodom termografije tijekom razvlačenja provedena su na isti način kao i kod digitalne korelacije slike. Analizirani su ispitni uzorci pri brzini deformacije  $v_I$ . Dobiveni rezultati prikazani su na slikama 7-29 do 7-34.



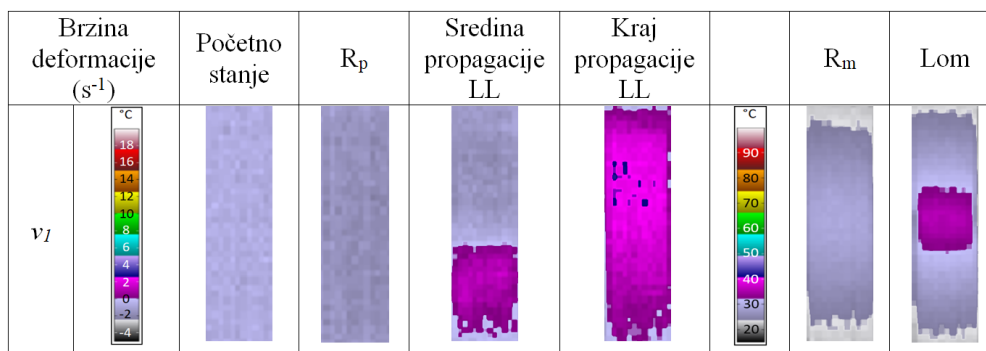
Slika 7-29. Ponašanje čelika s 0% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom termografije.



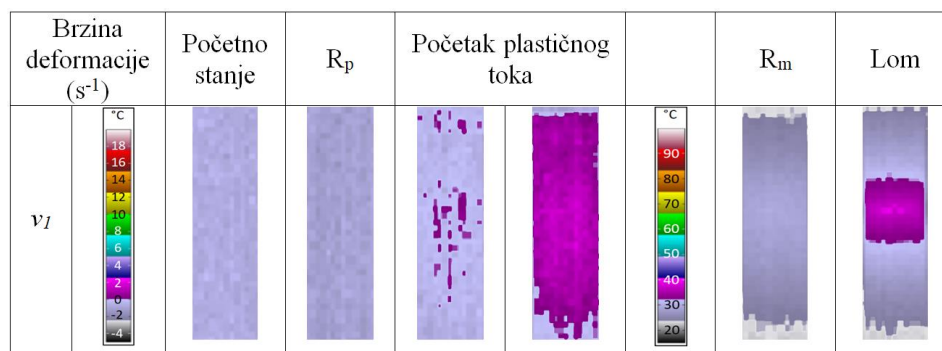
Slika 7-30. Ponašanje čelika s 0.035% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom termografije.



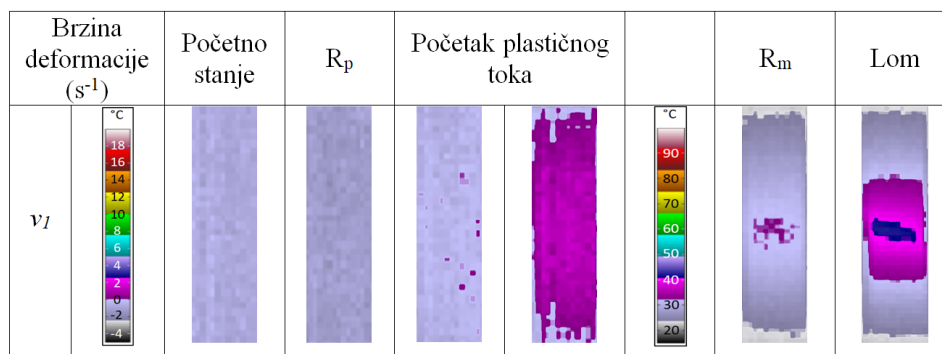
Slika 7-31. Ponašanje čelika s 0.048% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom termografije.



Slika 7-32. Ponašanje čelika s 0.060% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom termografije.



Slika 7-33. Ponašanje većom brzinom hlađenih čelika s 0.035% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom termografije.



Slika 7-34. Ponašanje većom brzinom hlađenih čelika s 0.060% Nb tijekom statičkog vlačnog pokusa dobiveno metodom termografije.

#### 7.2.4 Utjecaj brzine deformacije i mikrolegirajućega elementa niobija na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija metodom termografije

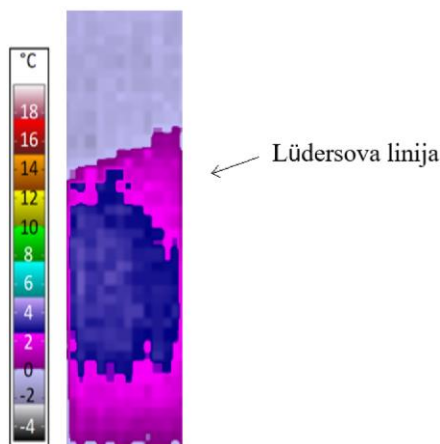
Mjerenja rezultata metodom termografije provedena su prema istom principu kao i metodom digitalne korelacije slike.

Termografija je korištena istovremeno s metodom digitalne korelacije slike uz jednoosno razvlačenje čelika statičkim vlačnim pokusom. Kvalitativna i kvantitativna analiza rezultata dobivenih metodom termografije provedena je kod niobijem mikrolegiranih čelika od točke A do kraja propagacije Lüdersove linije.

Analiza dobivenih rezultata mjerenja provedena je u istim točkama kao i metoda digitalne korelacije slike da bi se usporedile lokalne promjene iznosa deformacija s promjenama temperature, odnosno naprezanja, u zoni deformacije.

Termogrami kvalitativno prikazuju promjenu temperature i njenu raspodjelu u zoni deformacije što se promatra kao promjena naprezanja tijekom formiranja i propagacije Lüdersovih linija, slika 7-35.

Četiri točke (A-D) određene metodom digitalne korelacije slike koje označavaju ukupne iznose deformacija uzete su da bi se mogla pratiti promjena naprezanja preko izmjerene promjene temperature u istim točkama. U navedenim točkama napravljena je usporedba dolazi li do pojave i propagacije Lüdersovih linija.



Slika 7-35. Kvalitativni prikaz pojave Lüdersove linije metodom termografije.

Radi usporedbe rezultata, princip analize kvalitativnih i kvantitativnih rezultata metodom termografije isti je kao i kod analize metodom digitalne korelacije slike. Rezultati su kod čelika mikrolegiranih niobijem uzimani u četiri točke A, B, C i D koji odgovaraju ukupnim iznosima deformacija 0.005 mm/mm, 0.013 mm/mm, 0.026 mm/mm i 0.032 mm/mm. Uz prethodno navedene četiri točke, kod čelika s pojavom Lüdersove linije, uzimani su i rezultati kvalitativne analize u trenutku kraja propagacije Lüdersove linije.

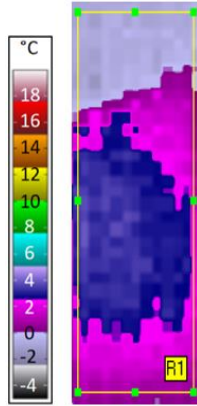
Prema planu ispitivanja, termografijom su provedene kvalitativna i kvantitativna analiza ponašanja čelika na početku plastičnog toka s obzirom na brzinu deformacije, brzinu hlađenja i dodatak niobija u čelik. Ispitivanja su provedena kod svih brzina deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ . Dobivene rezultate prikazuju slike od 7-36 do 7-48.

Slike 7-37 do 7-40 prikazuju kvalitativne rezultate dobivene metodom termografije za čelike s 0% Nb, 0.035% Nb i 0.048% Nb i 0.060% Nb.

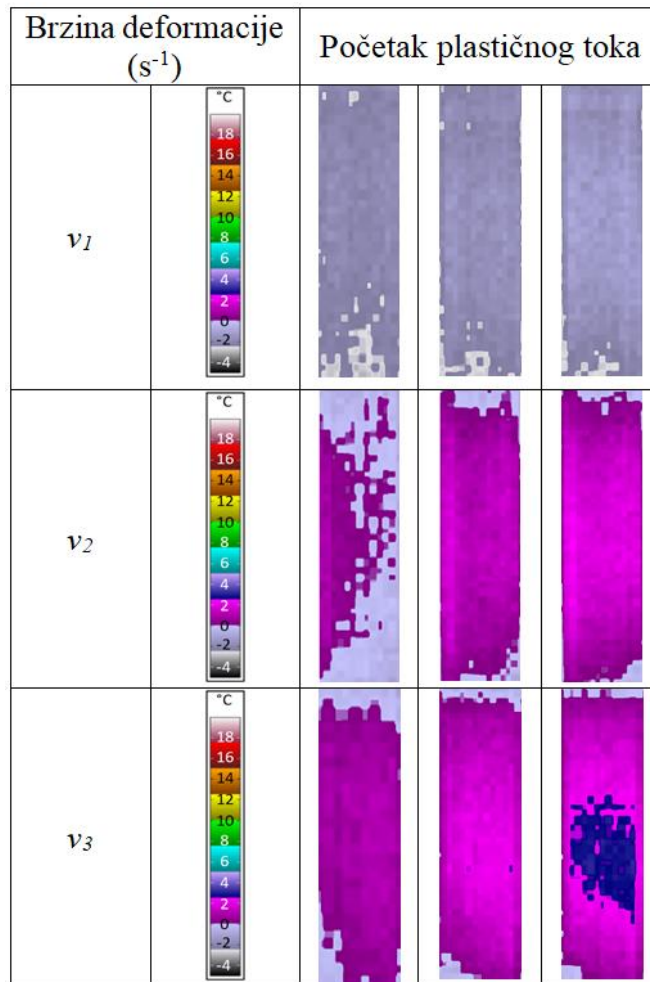
Za detaljnu analizu promjena u zoni deformacije provedena je analiza promjene maksimalne temperature tijekom vremena, slika 7-36, ispitno područje (žuti pravokutnik).

Slike 7-41 do 7-44 prikazuju kvantitativne rezultate dobivene metodom termografije kod čelika s 0% Nb, 0.035% Nb i 0.048% Nb i 0.060% Nb gdje je uzimana maksimalna promjena temperature preko ispitnog dijela uzorka.

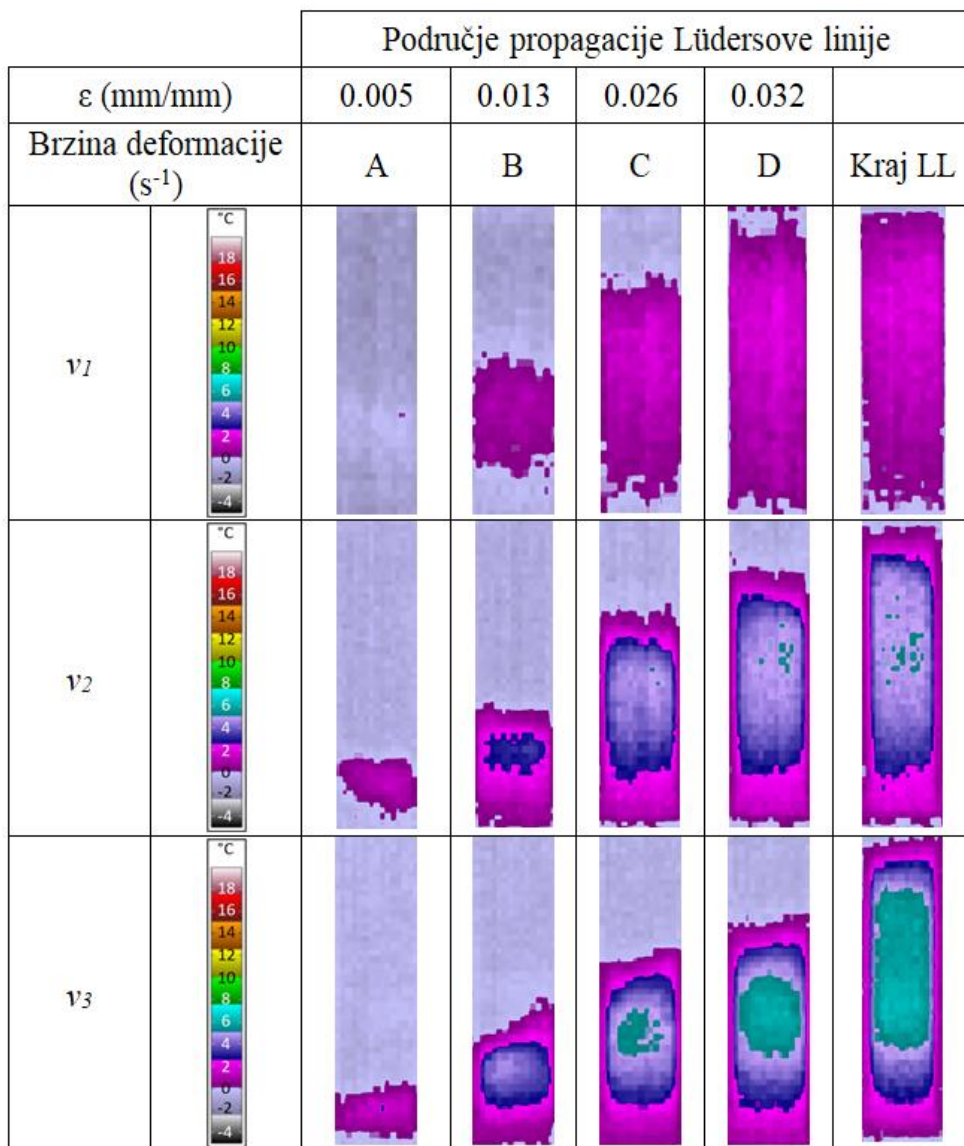




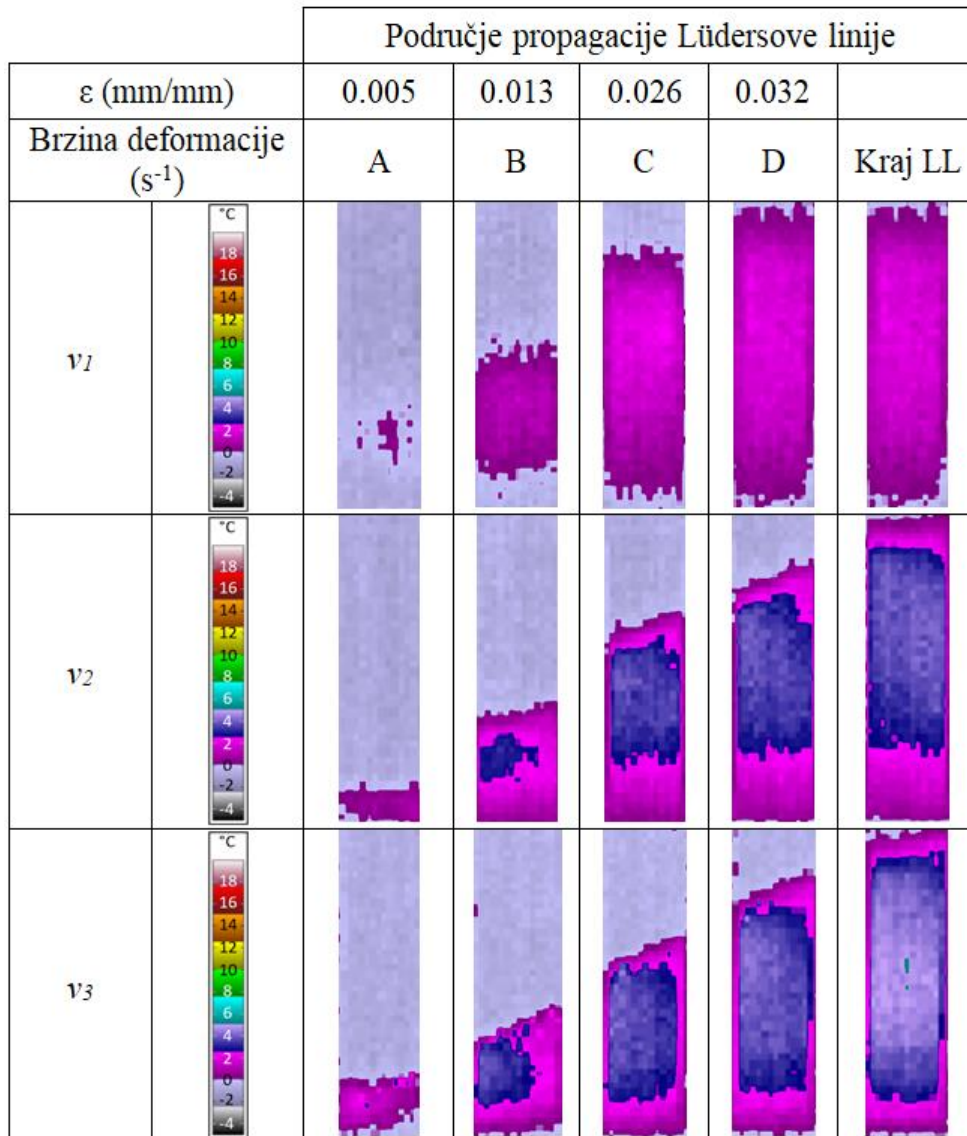
Slika 7-36. Područje kvantitativne analize promjene maksimalne temperature tijekom vremena.



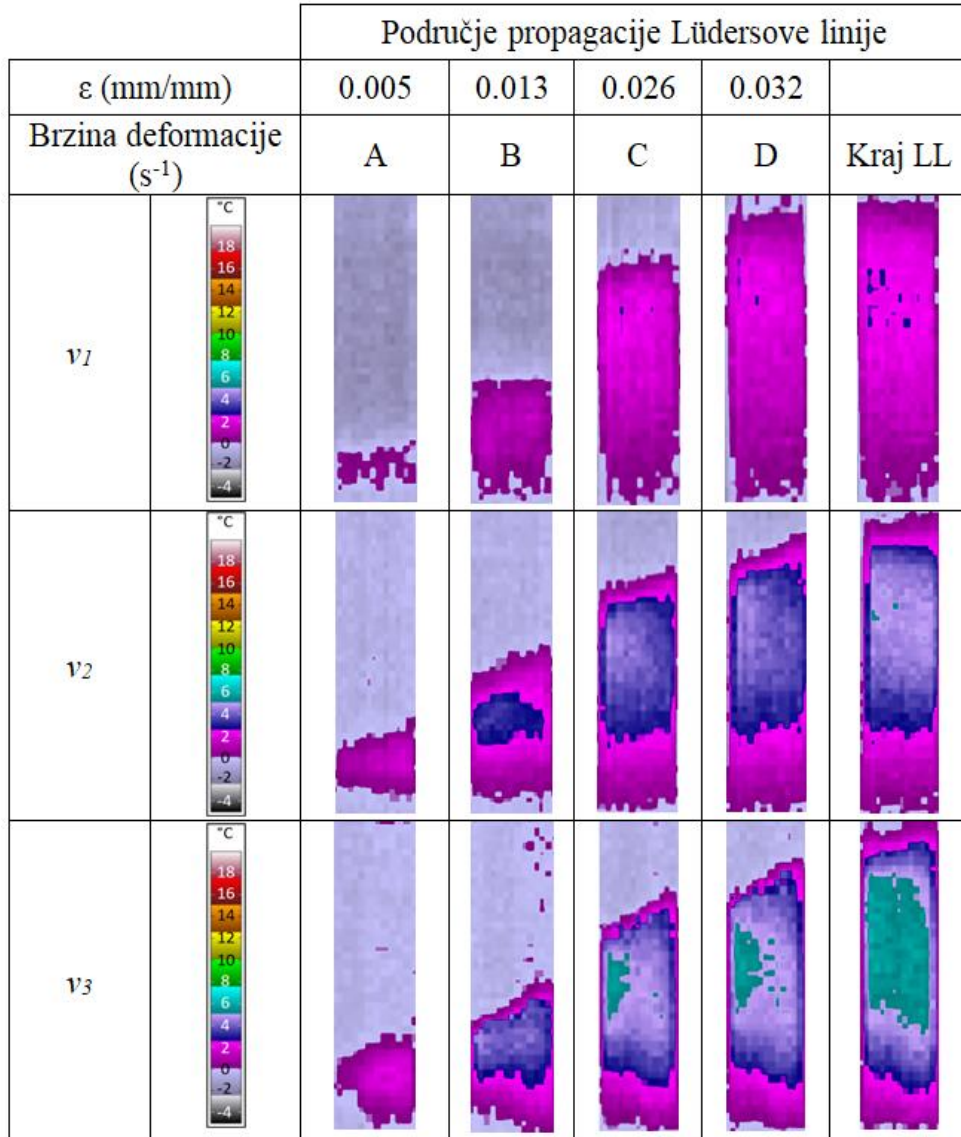
Slika 7-37. Kvalitativni prikaz rezultata metodom termografije čelika s 0% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .



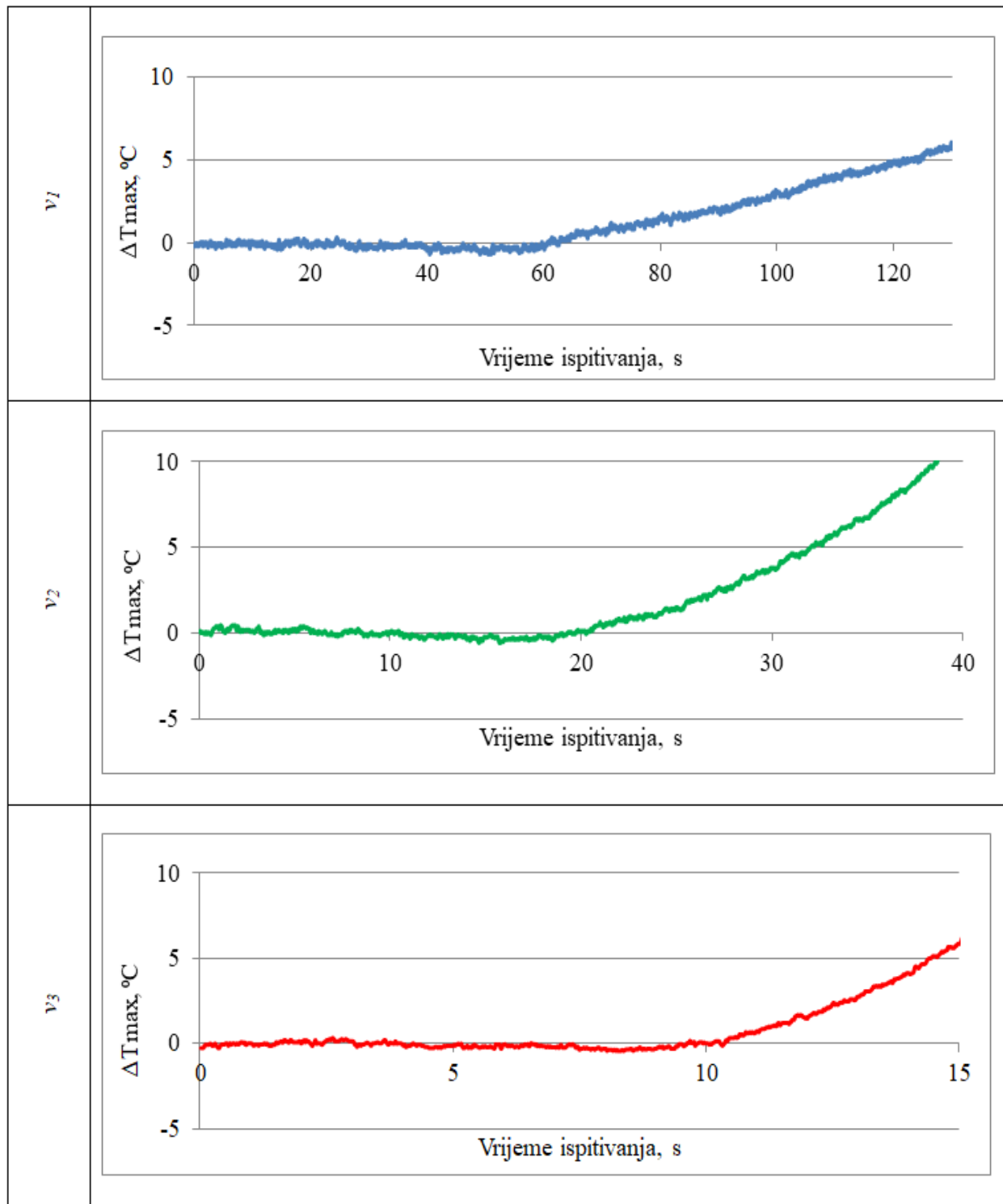
Slika 7-38. Kvalitativni prikaz rezultata metodom termografije čelika s 0.035% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  od točke A do kraja propagacije Lüdersove linije.



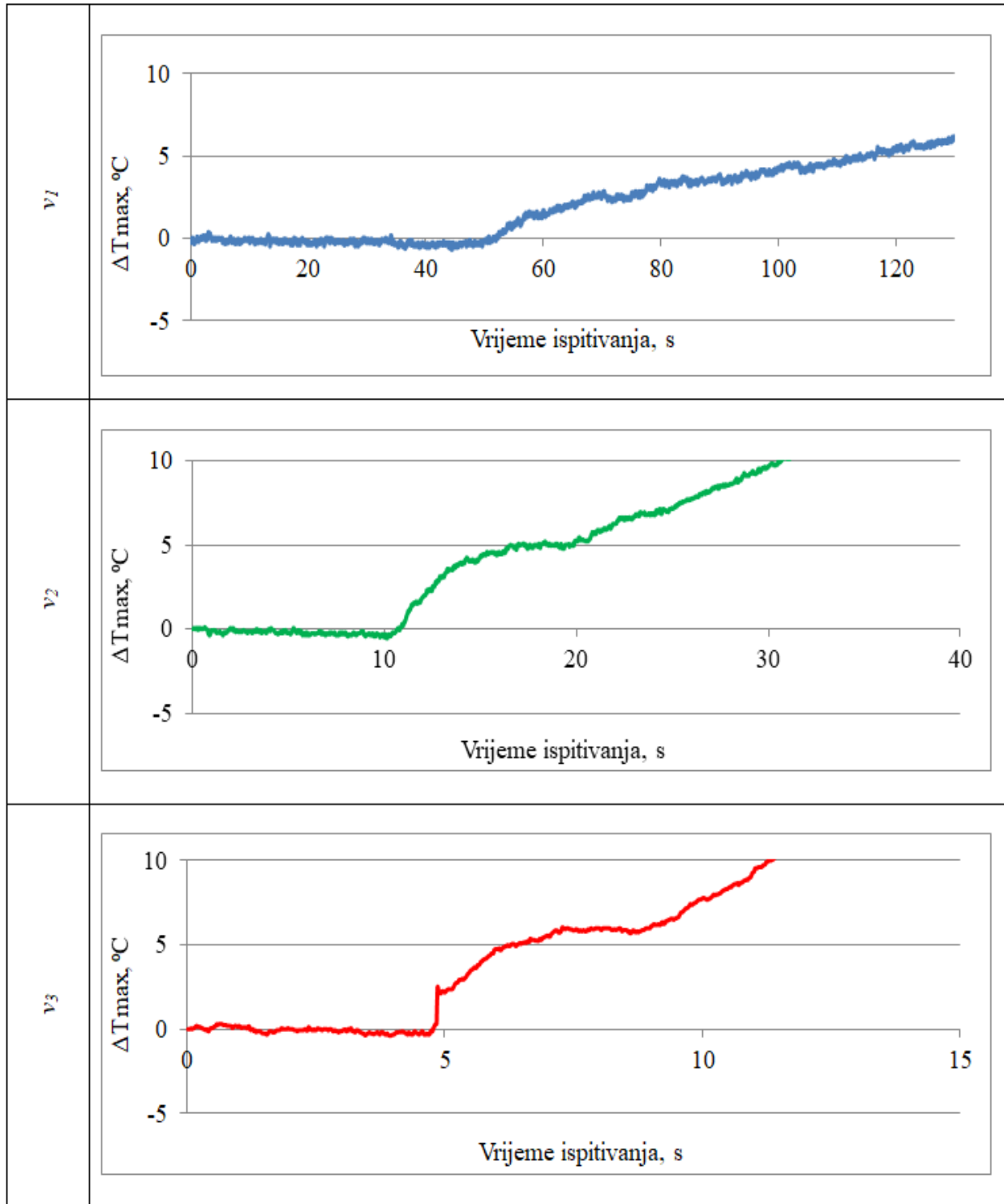
Slika 7-39. Kvalitativni prikaz rezultata metodom termografije čelika s 0.048% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  od točke A do kraja propagacije Lüdersove linije.



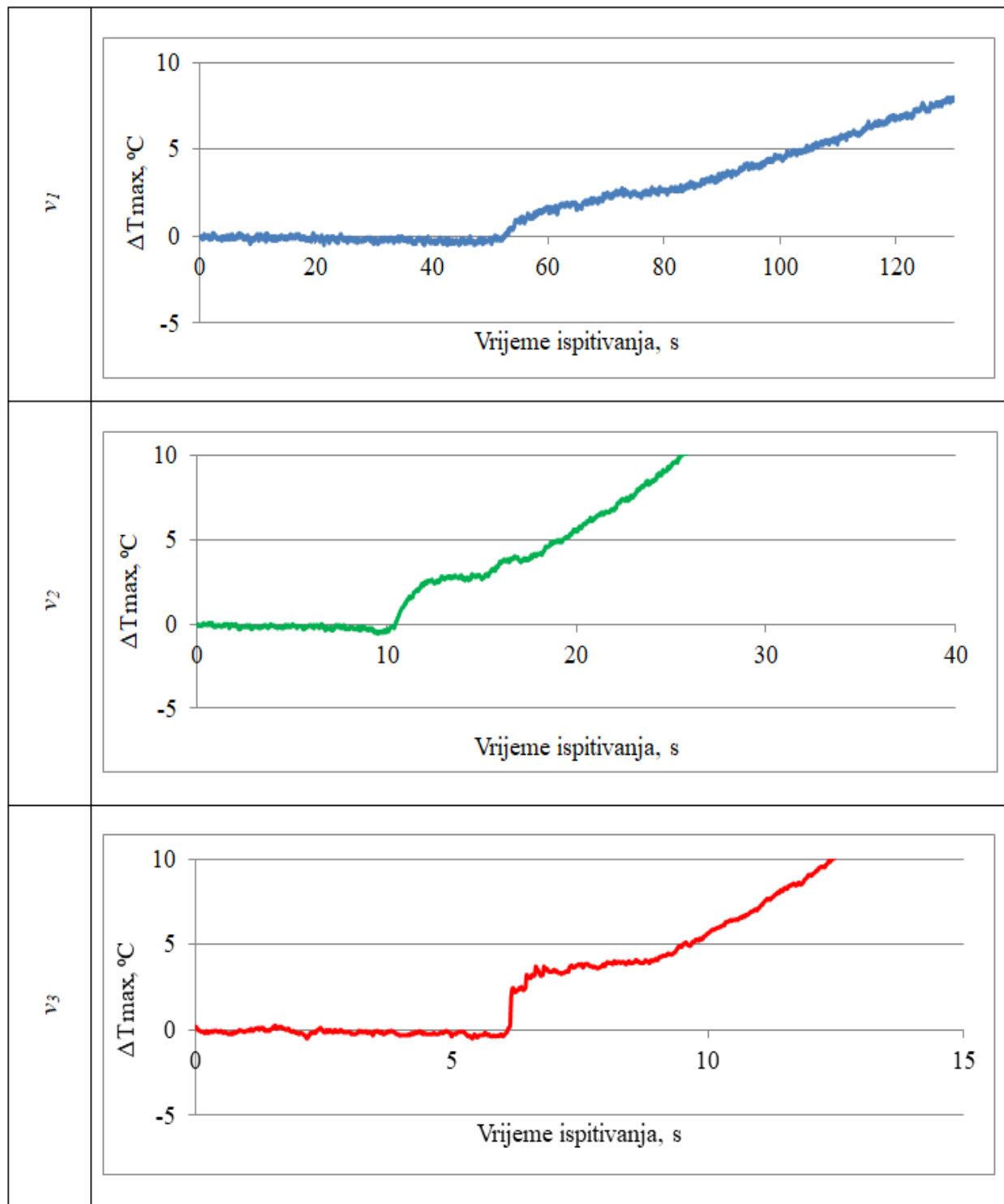
Slika 7-40. Kvalitativni prikaz rezultata metodom termografije čelika s 0.060% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  od točke A do kraja propagacije Lüdersove linije.



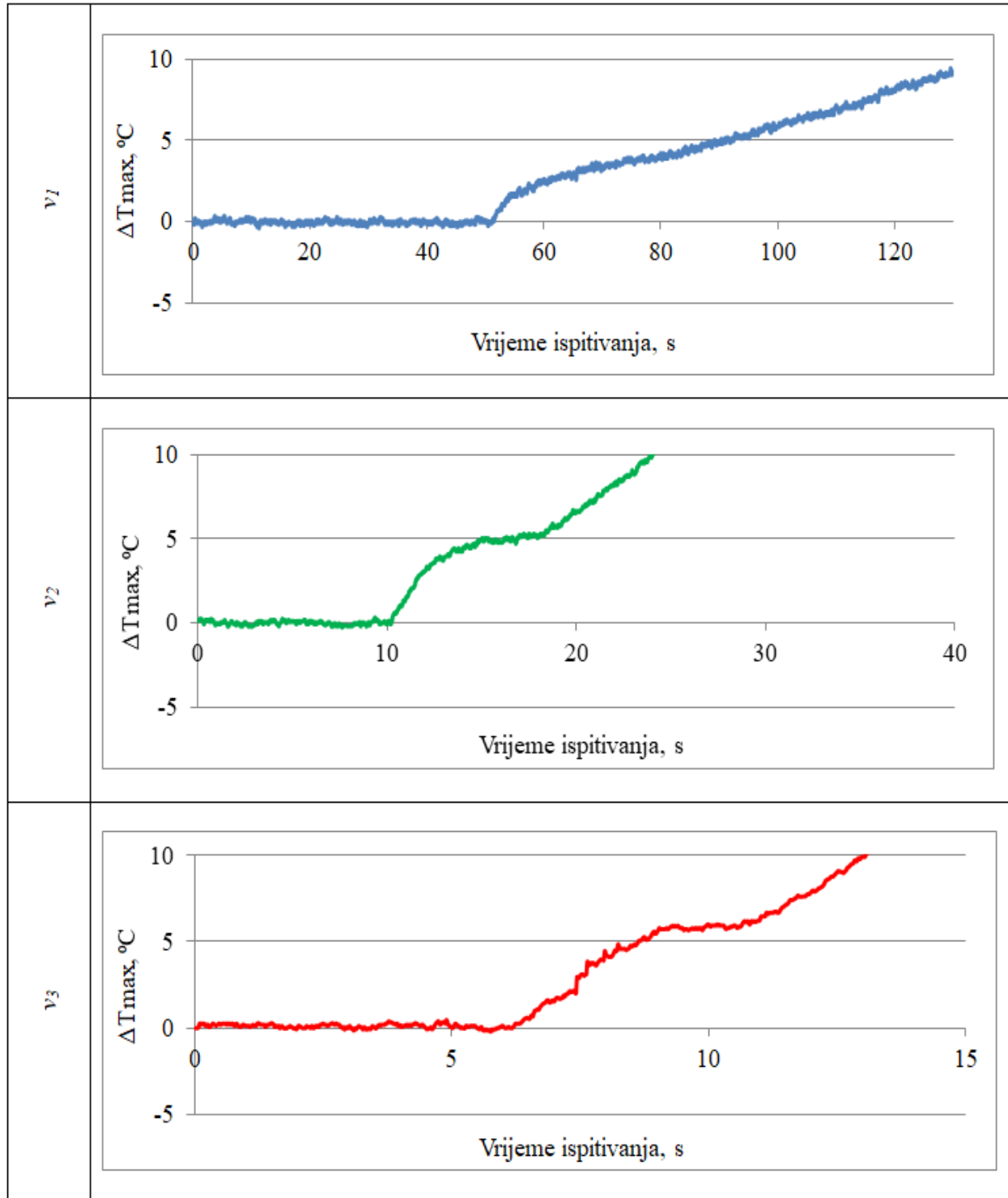
Slika 7-41. Kvantitativna analiza promjene maksimalne temperature tijekom vremena kod čelika s 0% Nb metodom termografije.



Slika 7-42. Kvantitativna analiza promjene maksimalne temperature tijekom vremena kod čelika s 0.035% Nb metodom termografije.



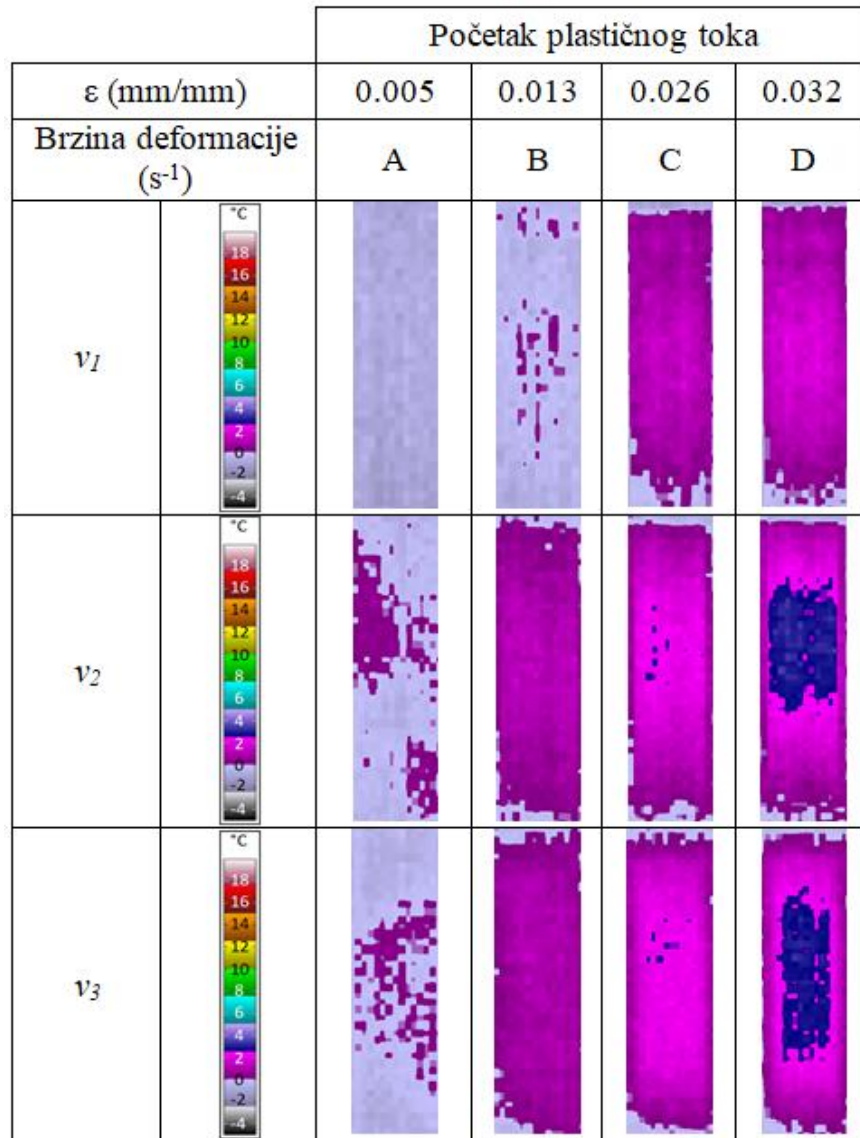
Slika 7-43. Kvantitativna analiza promjene maksimalne temperature tijekom vremena kod čelika s 0.048% Nb metodom termografije.



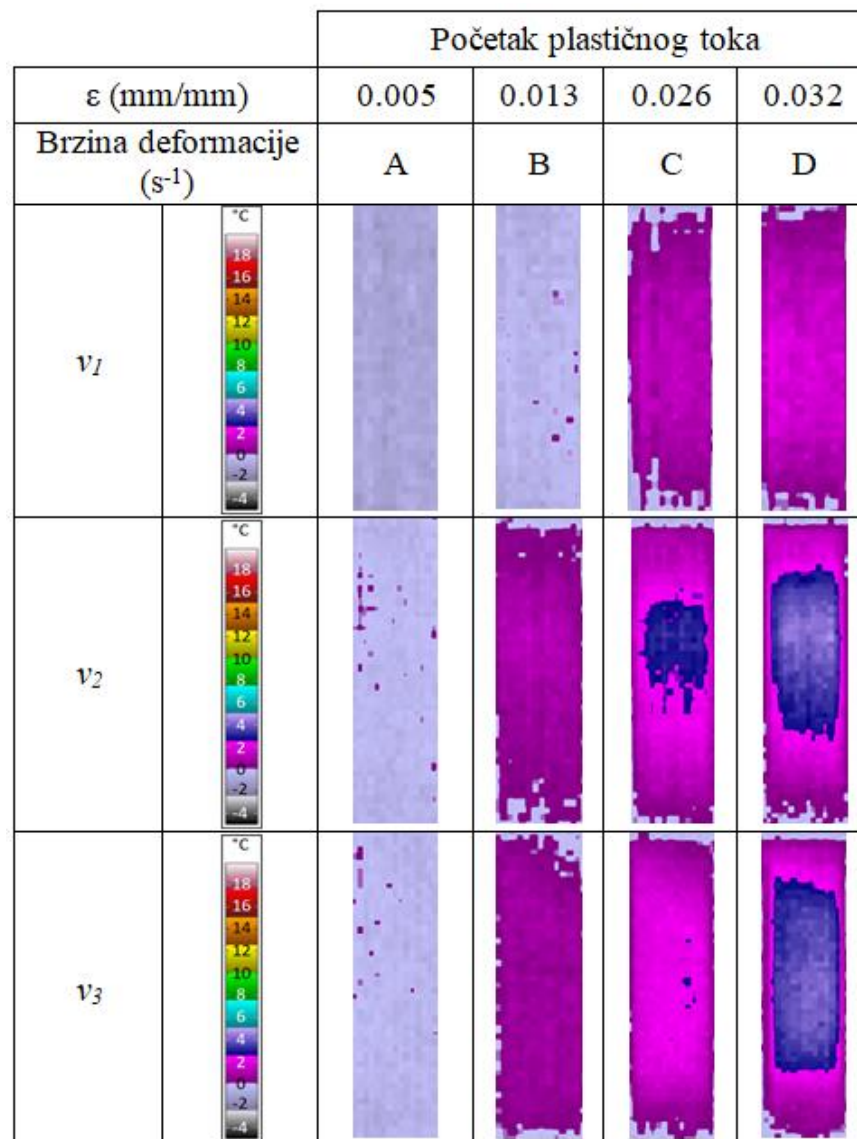
Slika 7-44. Kvantitativna analiza promjene maksimalne temperature tijekom vremena kod čelika s 0.060% Nb metodom termografije.



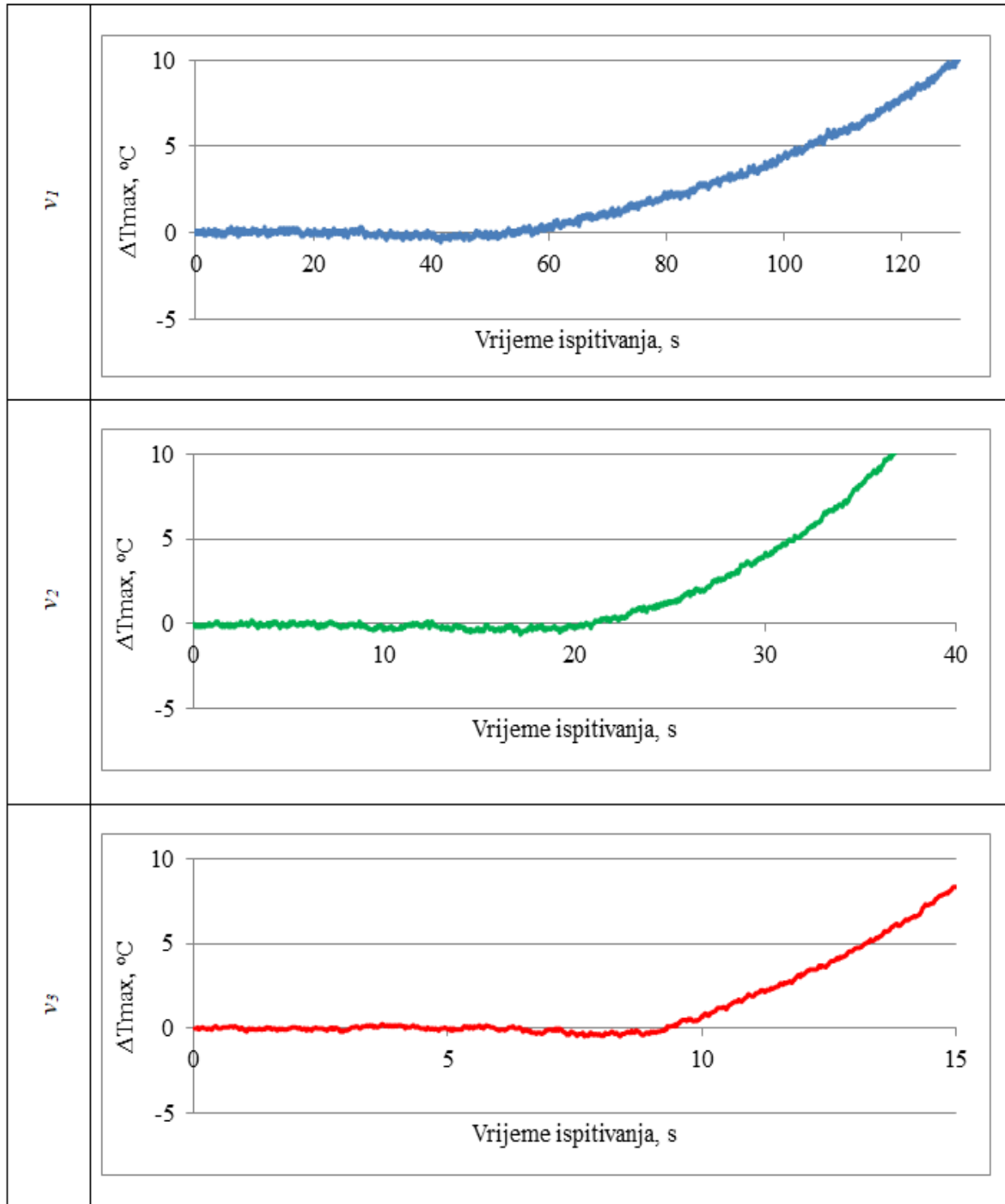
Daljnja kvalitativna i kvantitativna analiza provedena je metodom termografije na čelicima hlađenim većom brzinom od 12.4 °C/s koji prethodno nisu pokazali pojavu Lüdersove linije u odnosu na čelike hlađene manjom brzinom od 6 °C/s. Rezultati dobiveni kvalitativnom i kvantitativnom analizom promjene temperature, kod čelika s 0.035% Nb i 0.060% Nb hlađenih većom brzinom prikazani su na slikama 7-45 do 7-48.



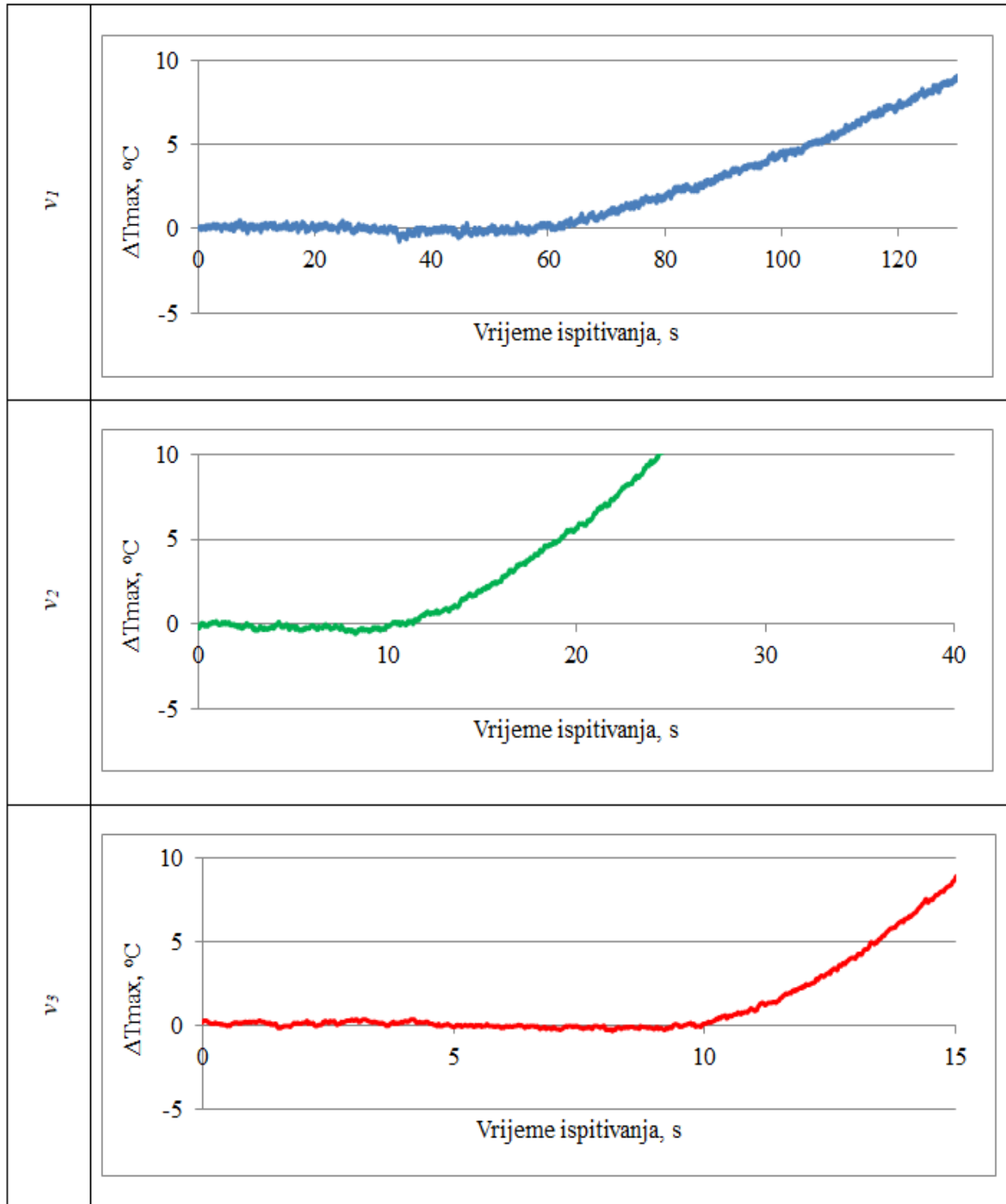
Slika 7-45. Kvalitativni prikaz rezultata u točkama A-D metodom termografije većom brzinom hlađenih čelika s 0.035% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .



Slika 7-46. Kvalitativni prikaz rezultata u točkama A-D metodom termografije većom brzinom hlađenih čelika s 0.060% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .



Slika 7-47. Kvantitativna analiza promjene maksimalne temperature tijekom vremena većom brzinom hlađenih čelika s 0.035% Nb metodom termografije.

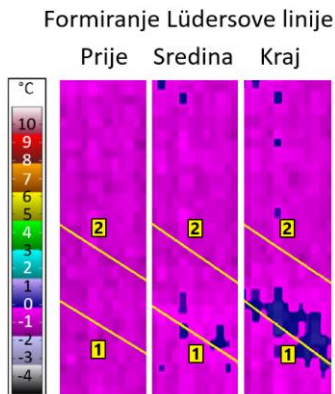


Slika 7-48. Kvantitativna analiza promjene maksimalne temperature tijekom vremena većom brzinom hlađenih čelika s 0.060% Nb metodom termografije.

## 7.2.5 Formiranje Lüdersove linije

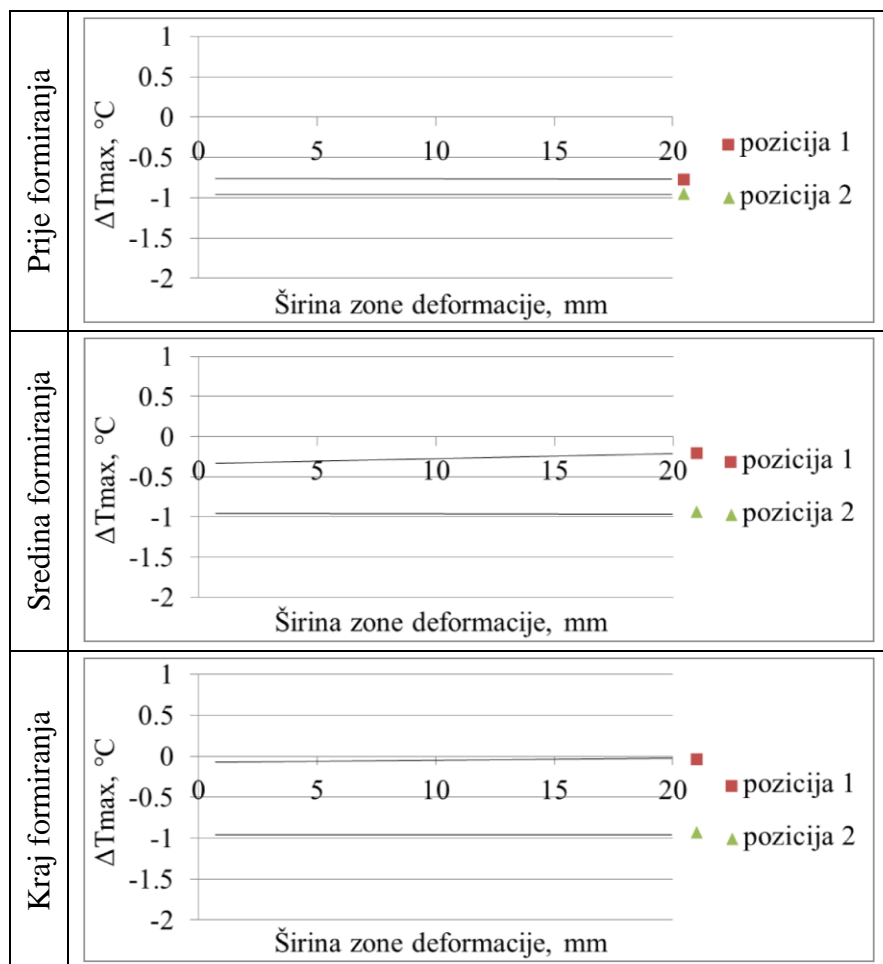
Detaljna kvalitativna i kvantitativna analiza metodama termografije i digitalne korelacije slike provedena je da bi se odredile promjene temperature, odnosno naprezanja, i deformacije u različitim fazama tijekom formiranja Lüdersove linije. Istraživanja su, prema planu ispitivanja, provedena na čeliku s 0.048% Nb pri brzini deformacije  $v_2$ .

Kvalitativnom analizom metodom termografije mjerene su promjene temperature, odnosno naprezanja, kod niobijem mikrolegiranoga čelika u različitim trenucima tijekom formiranja Lüdersove linije. Važno je bilo odrediti postoje li promjene naprezanja prije formiranja Lüdersove u području kroz koje će se kasnije formirati Lüdersova linija, odnosno zašto formiranje Lüdersove linije počinje na određenom dijelu zone deformacije. U nastavku su prikazani rezultati kvalitativne i kvantitativne analize dobivene metodom termografije. Rezultati su prikazani u trenutku prije početka formiranja Lüdersove linije, sredine formiranja Lüdersove linije te u trenutku kraja formiranja Lüdersove linije. Provedeno je ispitivanje područja pozicije 1 koje odgovara području kroz koje se formira Lüdersova linija te područja pozicije 2 koje odgovara području ispred Lüdersove linije gdje se nije formirala Lüdersova linija. Da bi se dobila jasna raspodjela promjene temperature, odnosno naprezanja, tijekom formiranja Lüdersove linije provedena je linijska analiza u prethodno navedenim područjima. Rezultati kvalitativne linijske analize dobivene metodom termografije u različitim trenucima formiranja Lüdersove linije prikazani su na slici 7-49.



Slika 7-49. Kvalitativna linijska analiza u smjeru formiranja Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb

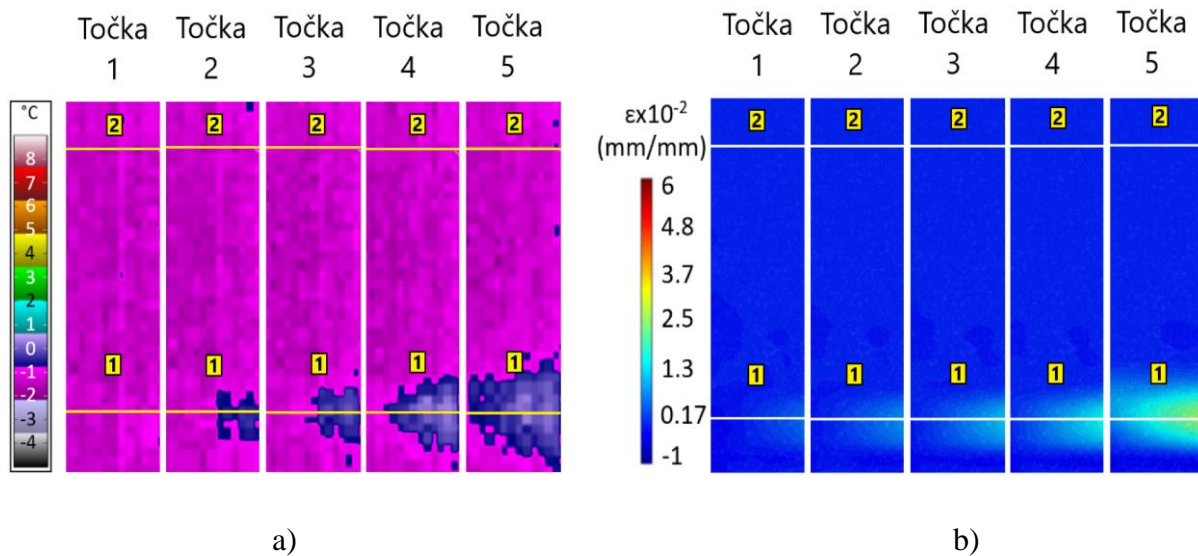
Kvantitativna linijska analiza metodom termografije provedena je u istim pozicijama kao i prethodno navedena kvalitativna linijska analiza. Srednje vrijednosti promjene temperature dobivene su linijskom analizom duž linija prema slici 7-49, u području gdje se formirala Lüdersova linija (pozicija 1) i u području ispred formiranja Lüdersove linije (pozicija 2). Dobiveni rezultati kvantitativne analize metodom termografije prikazani su na slici 7-50 prije početka te na sredini i kraju formiranja Lüdersove linije.



Slika 7-50. Kvantitativna linijska analiza kod niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb u trenucima prije početka formiranja te na sredini i kraju formiranja Lüdersove linije.

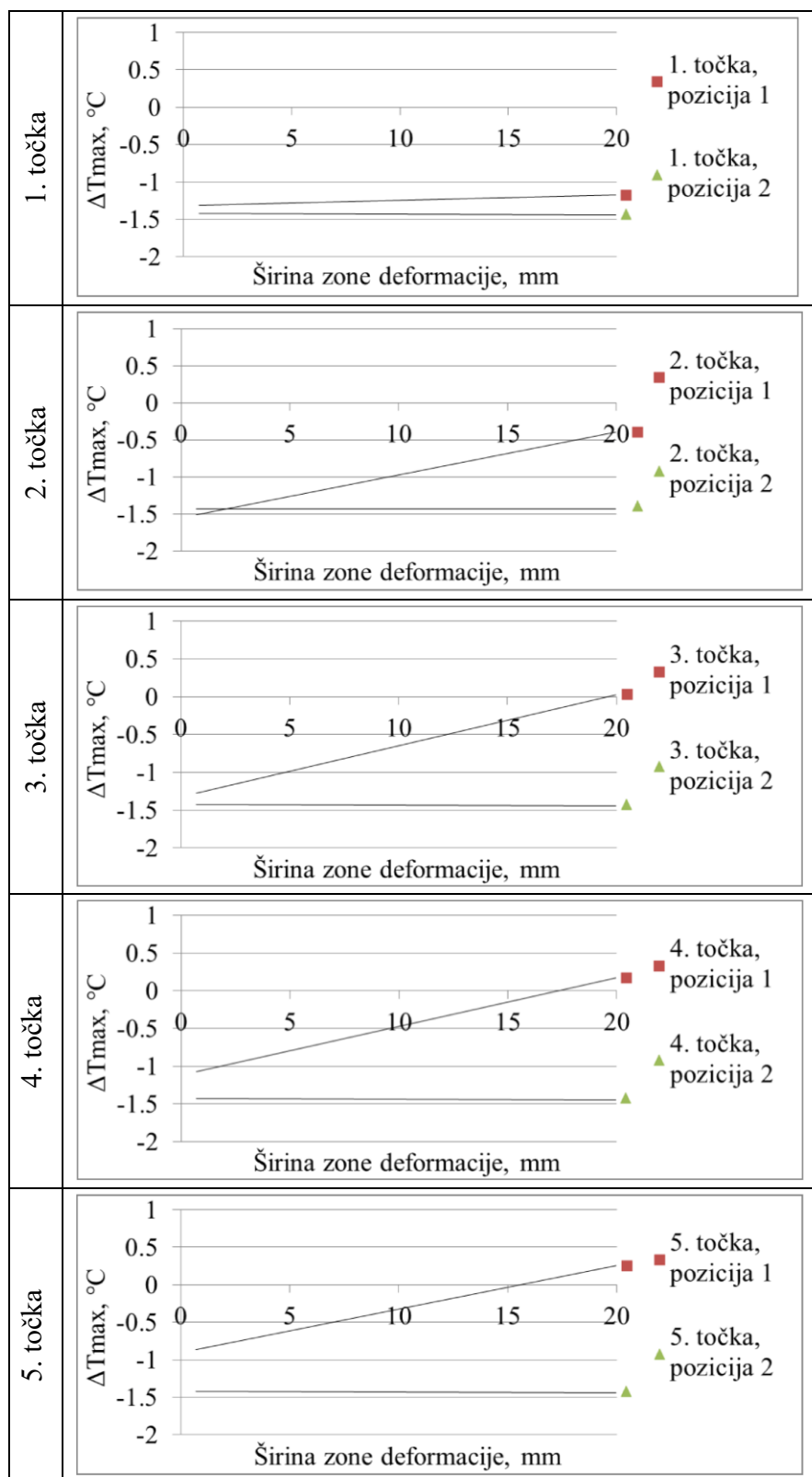
Detaljnije istraživanje formiranja Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranoga čelika zahtijevalo je ispitivanje ponašanja formiranja Lüdersove linije u više različitih faza od početka do kraja formiranja Lüdersove linije. Različite faze tijekom formiranja Lüdersove linije raspoređene su obliku točaka od 1 do 5 gdje točka 1 označava početak, a točka 5 kraj formiranja

Lüdersove linije, slika 7-51. Kako bi se dobila linijska raspodjela promjene napreznja i deformacija tijekom formiranja Lüdersove linije, korištene su kvalitativna i kvantitativna linijska analiza termografijom i digitalnom korelacijom slike. Za linijsku analizu je, kao u prethodnom slučaju, odabrana pozicija 1 koja odgovara području formiranja Lüdersove linije. Tijekom linijske analize linija prolazi kroz područje maksimalnih iznosa promjene napreznja i deformacija tijekom formiranja Lüdersove linije. Osim u poziciji 1 istraživanje je provedeno i u području ispred Lüdersove linije (pozicija 2) gdje nema formiranja Lüdersove linije i u kojoj je prisutna elastična deformacija, slika 7-51.



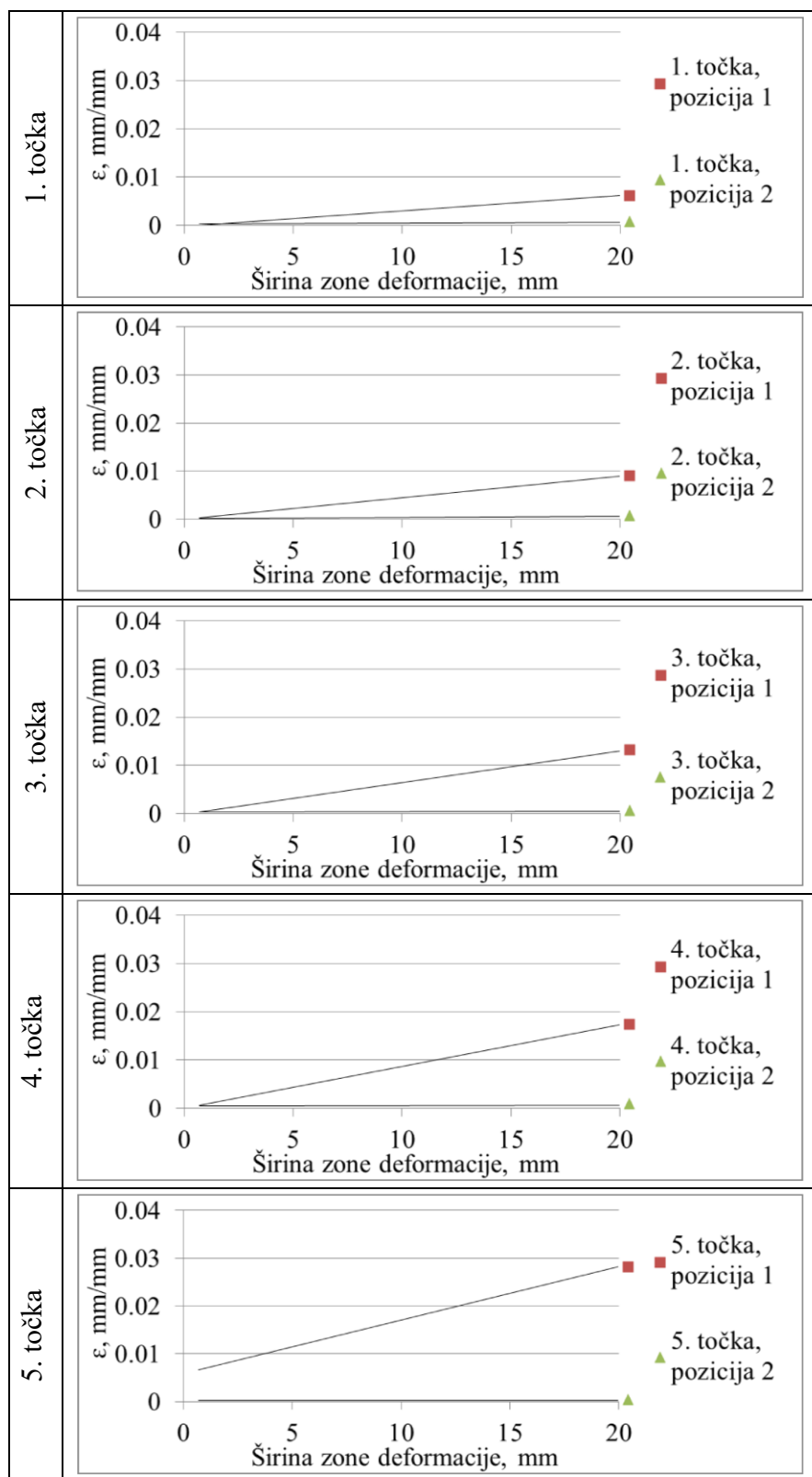
Slika 7-51. Linijska analiza tijekom različitih faza formiranja Lüdersove linije (točke 1 do 5) u području Lüdersove linije (pozicija 1) i ispred Lüdersove linije (pozicija 2) pri brzini deformacije  $v_2$  metodama: a) termografije i b) digitalne korelacije slike.

Uz detaljnu kvalitativnu analizu provedena je i kvantitativna analiza u istim pozicijama metodama termografije i digitalne korelacije slike. Srednje vrijednosti promjene temperature i deformacija dobivene su linijskom analizom duž linija prema slici 7-51. Dobiveni rezultati kvantitativne analize u područjima prethodno navedenih pozicija 1 i 2 prikazane su na slikama 7-52 i 7-53 tijekom različitih faza napredovanja formiranja Lüdersove linije.



Slika 7-52. Kvantitativna linijska analiza metodom termografije niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb tijekom formiranja Lüdersove linije (točke 1 do 5).

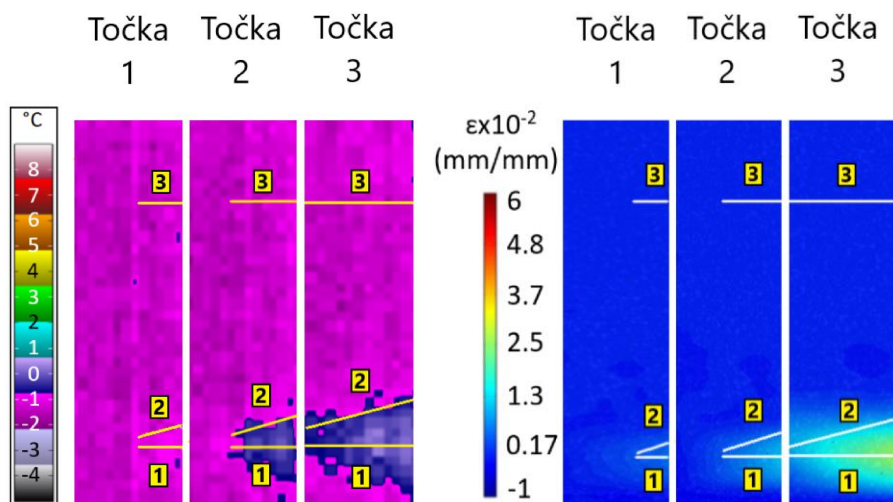




Slika 7-53. Kvantitativna linijska analiza metodom digitalne korelacije slike (DIC) niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb tijekom formiranja Lüdersove linije (točke 1 do 5).

Detaljno istraživanje područja djelomično formiranog dijela Lüdersove linije i duljine područja ispred Lüdersove linije provedeno je da bi se istražilo ponašanje dodatne pozicije Lüdersove fronte, slika 7-54.

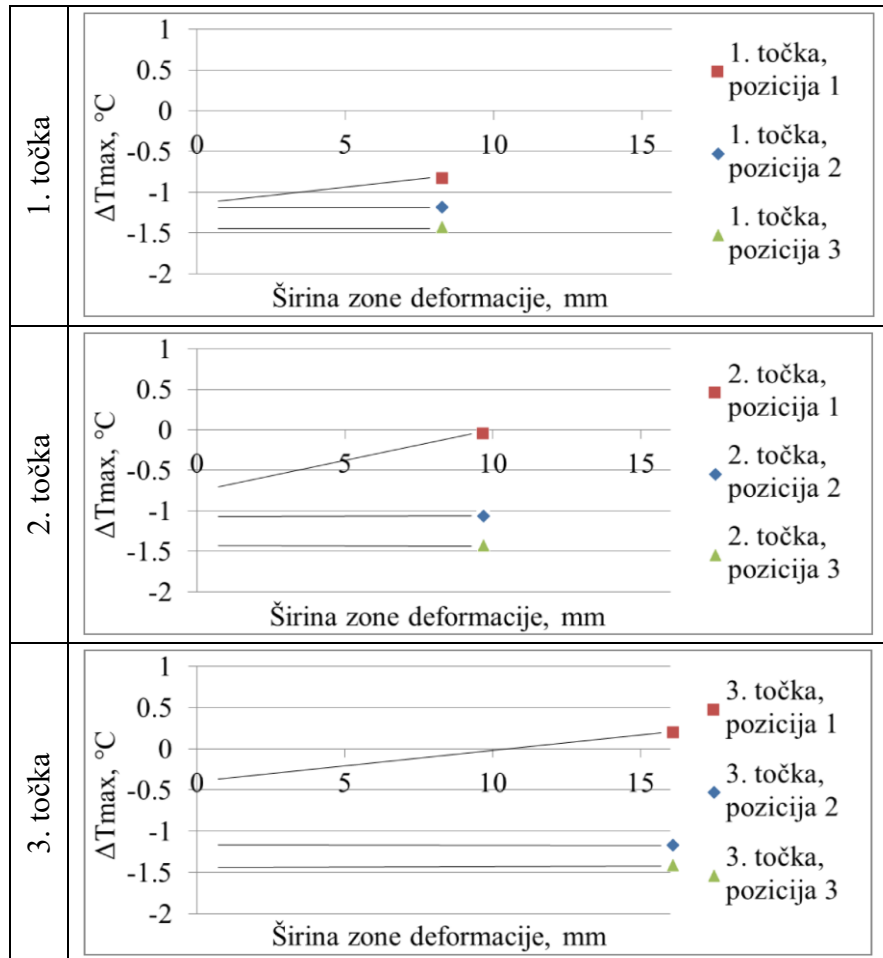
Ponašanje čelika ispitano je u području djelomično formiranog dijela Lüdersove linije (pozicija 1), djelomično formirane Lüdersove fronte (pozicija 2) i djelomičnog područja ispred Lüdersove linije (pozicija 3).



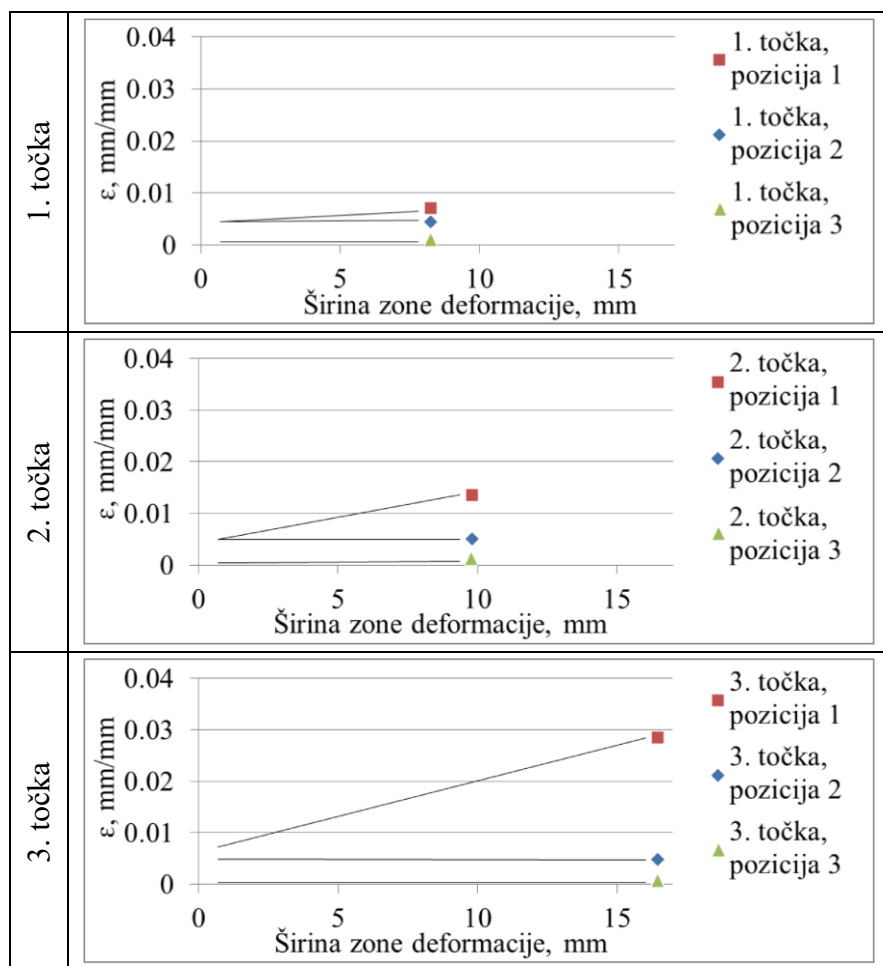
Slika 7-54. Linijska analiza djelomičnog do potpunog formiranja Lüdersove linije (točke 1 do 3) u području pozicije 1, pozicije 2 i pozicije 3 pri brzini deformacije  $v_2$  metodama: a) termografije i b) digitalne korelacije slike.

U istim pozicijama provedena je detaljnija kvantitativna linijska analiza s ciljem da se utvrde razlike u iznosima promjene temperature i deformacija u područjima formiranog dijela Lüdersove linije, slike 7-55 i 7-56.

Rezultati kvantitativne linijske analize formiranog dijela Lüdersove linije u različitim pozicijama prikazane su na slikama 7-55 i 7-56.



Slika 7-55. Kvantitativna linijska analiza niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb od djelomičnog do potpunog formiranja Lüdersove linije (točke 1 do 3) u području pozicije 1, pozicije 2 i pozicije 3 metodom termografije.



Slika 7-56. Kvantitativna linijska analiza niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb od djelomičnog do potpunog formiranja Lüdersove linije (točke 1 do 3) u području pozicije 1, pozicije 2 i pozicije 3 metodom digitalne korelacije slike (DIC).

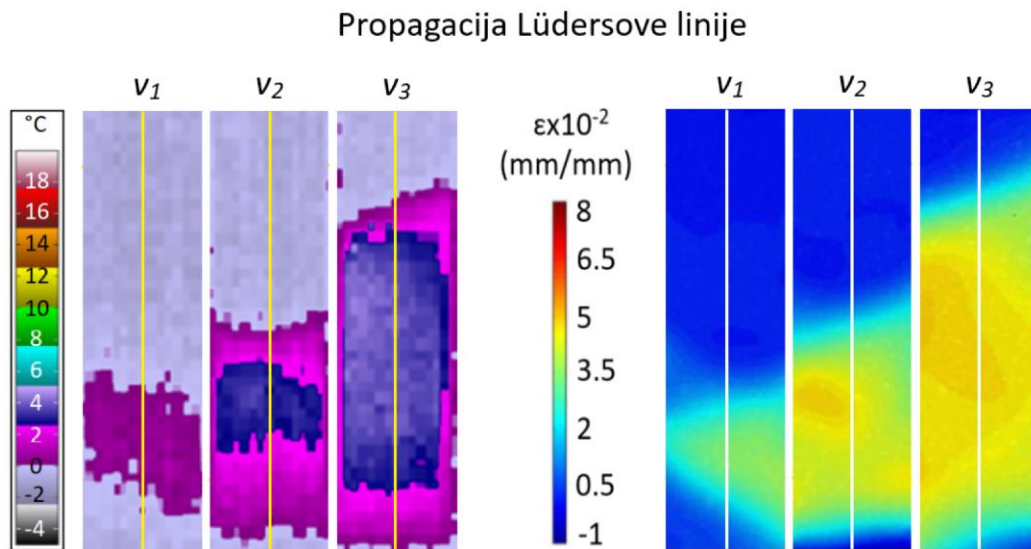
### 7.2.6 Propagacija Lüdersove linije

Uz istraženo formiranje Lüdersove linije istražena je prema planu ispitivanja i propagacija Lüdersove linije kod istog čelika s 0.048% Nb pri tri brzine deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  te je iz tog razloga provedena detaljna kvalitativna i kvantitativna analiza metodama termografije i digitalne korelacije slike u različitim lokalnim pozicijama tijekom propagacije Lüdersove linije.

S obzirom da su ispitivanja provedena pri tri brzine deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ , istraživana je promjena brzine propagacije Lüdersove linije s promjenom brzine deformacije.

Provedena je linijska analiza termografijom i digitalnom korelacijom slike po sredini ispitivanih čelika prema slici 7-57.

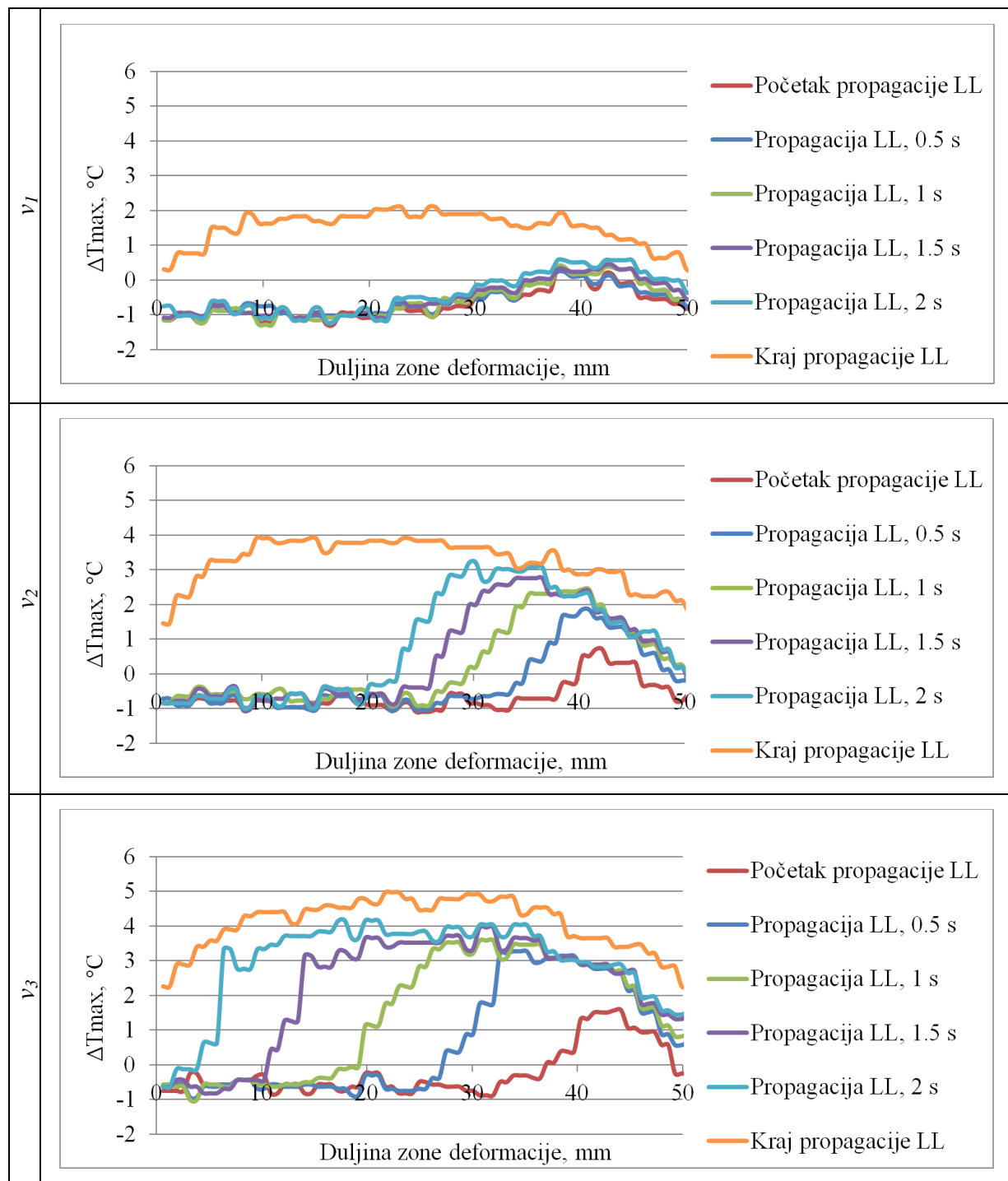
Mjerenja su provedena u različitim vremenima propagacije Lüdersove linije. Promatrani su početak i kraj propagacije Lüdersove linije te vrijeme propagacije Lüdersove linije od 0.5, 1, 1.5 i 2 sekunde kod tri brzine deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .



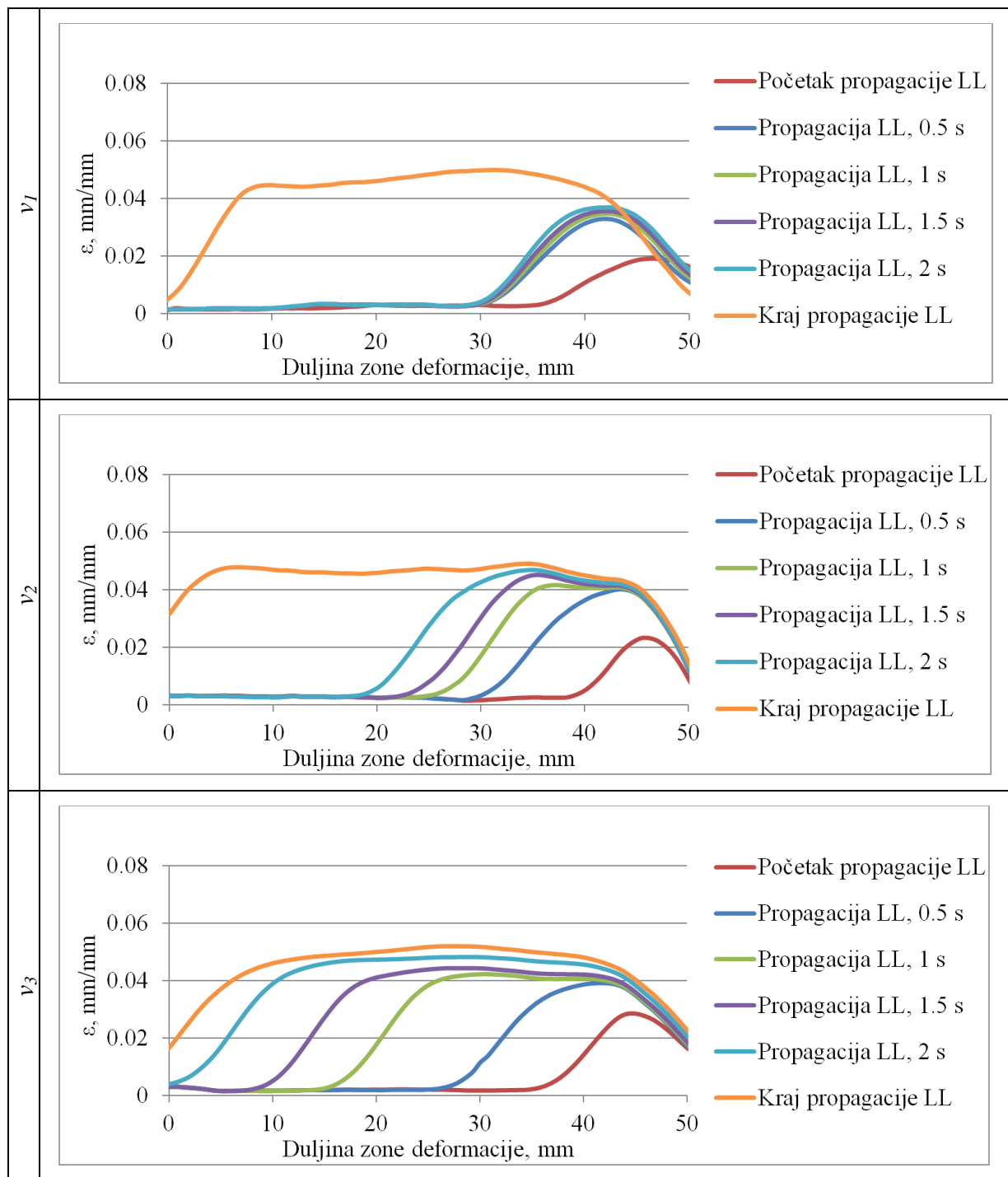
Slika 7-57. Kvalitativna linijska analiza termografije i digitalne korelacije slike tijekom propagacije Lüdersove linije pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .

Istraživanjem propagacije Lüdersove linije tijekom različitih vremenskih perioda provedena je detaljnija kvantitativna linijska analiza pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .

Kvantitativni rezultati propagacije Lüdersove linije dobiveni metodama termografije i digitalne korelacije slike prikazani su na slikama 7-58 i 7-59.

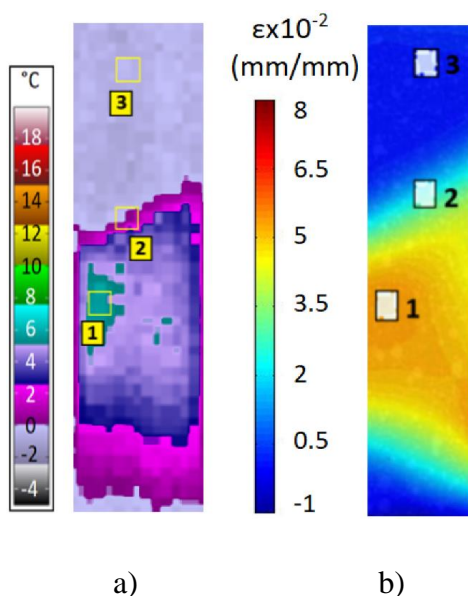


Slika 7-58. Kvantitativna linijska analiza termografije tijekom propagacije Lüdersove linije (LL) pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .



Slika 7-59. Kvantitativna linijska analiza digitalne korelacije slike (DIC) tijekom propagacije Lüdersove linije (LL) pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .

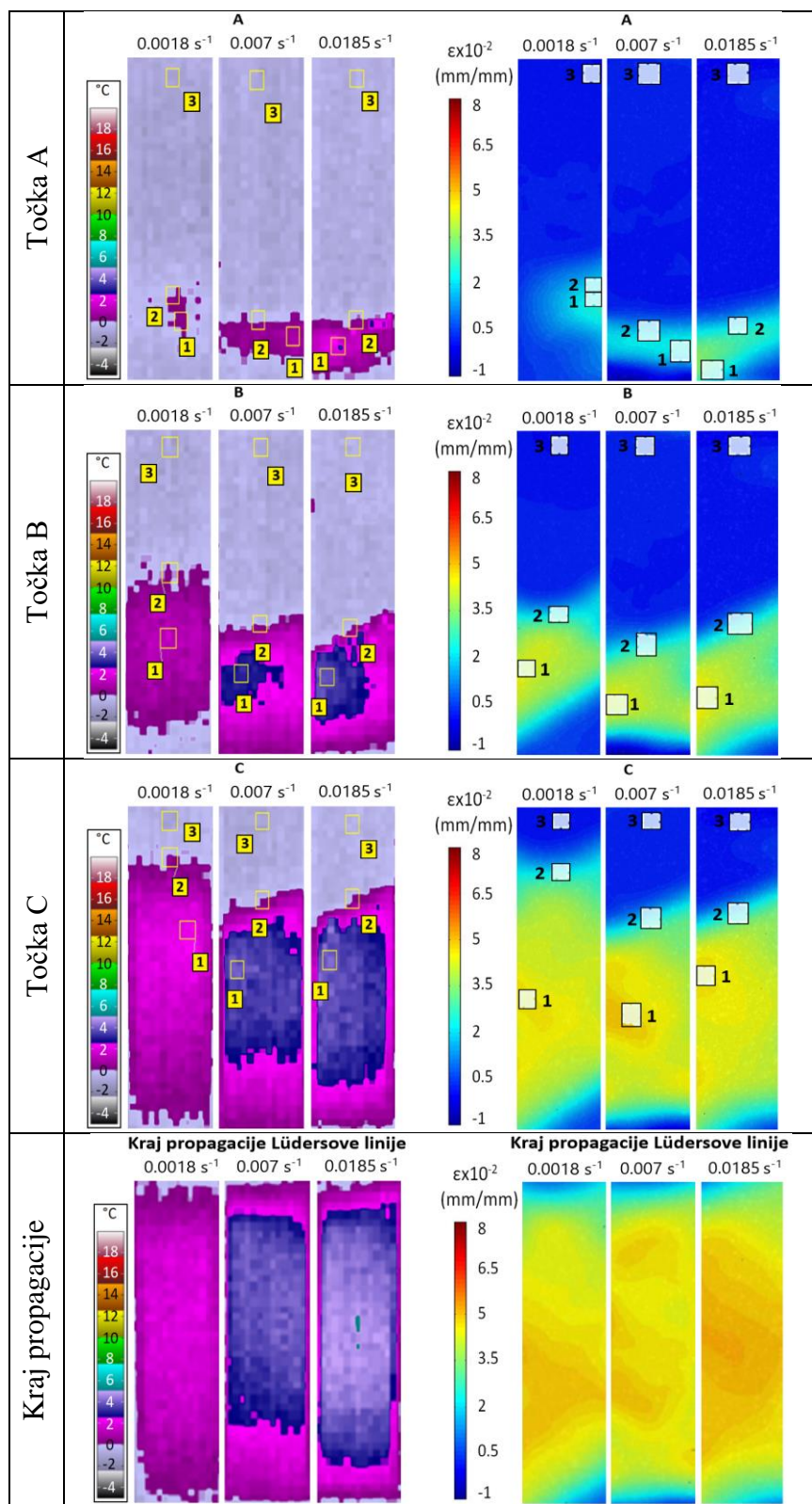
Za detaljniji prikaz karakteriziranja Lüdersove linije odabrane su tri pozicije u kojima su ispitivani iznosi promjene temperature termografijom i deformacije digitalnom korelacijom slike kod propagacije Lüdersovih linija. Mjerenja su provedena u pozicijama 1, 2 i 3. Pozicija 1 je odabrana za područje iza Lüdersove fronte, ali na mjestu maksimalnog iznosa deformacije. Pozicije 2 i 3 nalaze se u istoj ravnini po sredini zone deformacije. Područje na Lüdersovoj fronti i ispred Lüdersove fronte odnosi se na pozicije 2 i 3. Odabrane pozicije 1, 2 i 3 označene su žutim i bijelim kvadratima, slika 7-60.



Slika 7-60. Određivanje pozicija 1-iza Lüdersove fronte, 2-na Lüdersovoj fronti i 3-ispred Lüdersove fronte za: a) termografiju i b) digitalnu korelaciju slike (DIC).

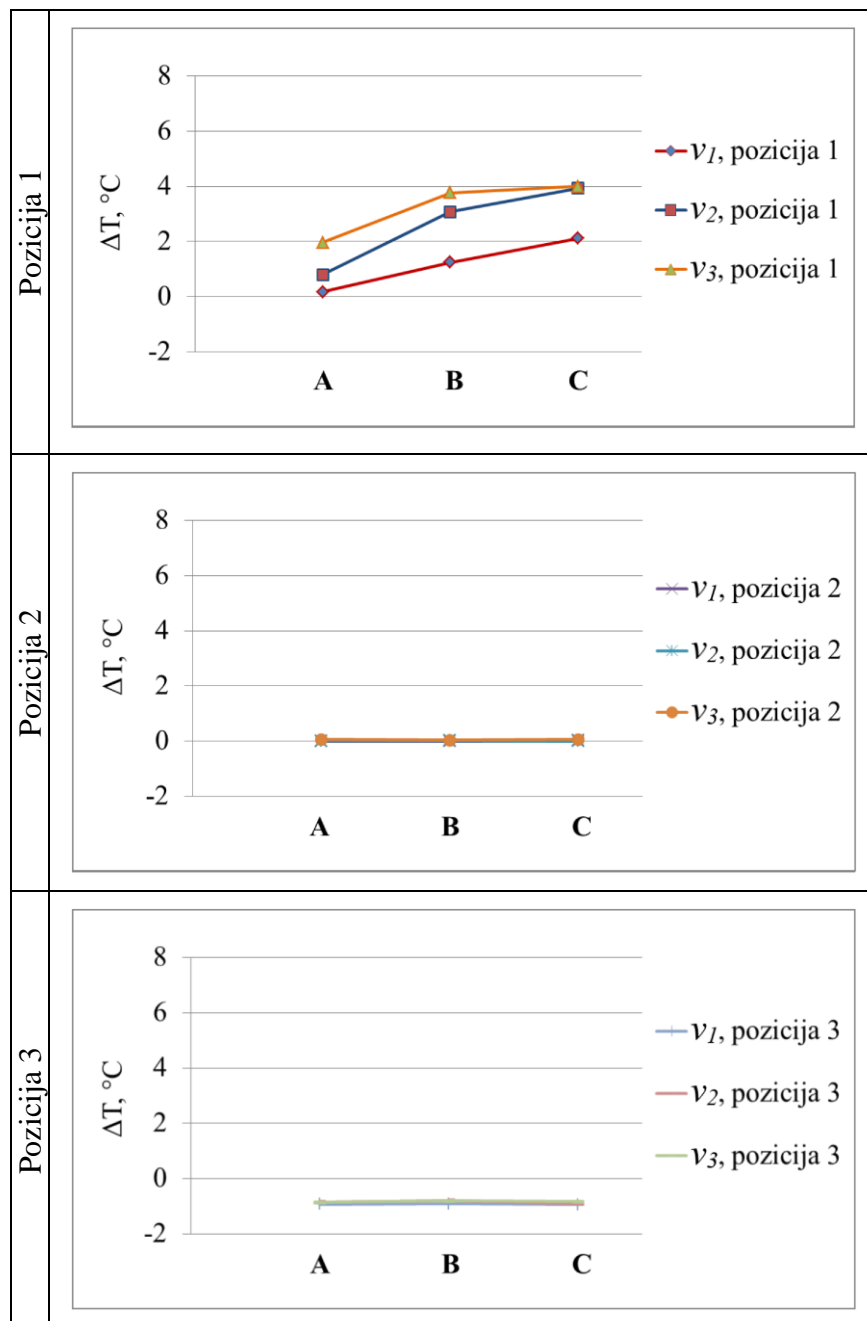
Slika 7-61 prikazuje kvalitativne rezultate dobivene metodama termografije i digitalne korelacije slike u području točaka A, B i C pri iznosima ukupnih deformacija od 0.005 mm/mm, 0.013 mm/mm i 0.026 mm/mm. U ovim točkama provedena je detaljnija analiza iznosa promjene temperature i deformacija u tri odabrane pozicije kod propagacije Lüdersove linije. Na slici 7-61 su žutim (termografija) i bijelim (DIC) kvadratima označena područja iz kojih su uzimane vrijednosti promjene temperature i iznosi deformacija u točkama A, B i C. Kvantitativni rezultati dobiveni metodama digitalne korelacije slike i termografije u odabranim pozicijama sa slike 7-61 prikazani su na slikama 7-62 i 7-63. Analizirana je ovisnost promjene temperature i iznosa deformacije u pozicijama 1, 2 i 3 da bi se dobila jasna slika o njihovim promjenama pri različitim brzinama deformacije tijekom propagacije Lüdersove linije.



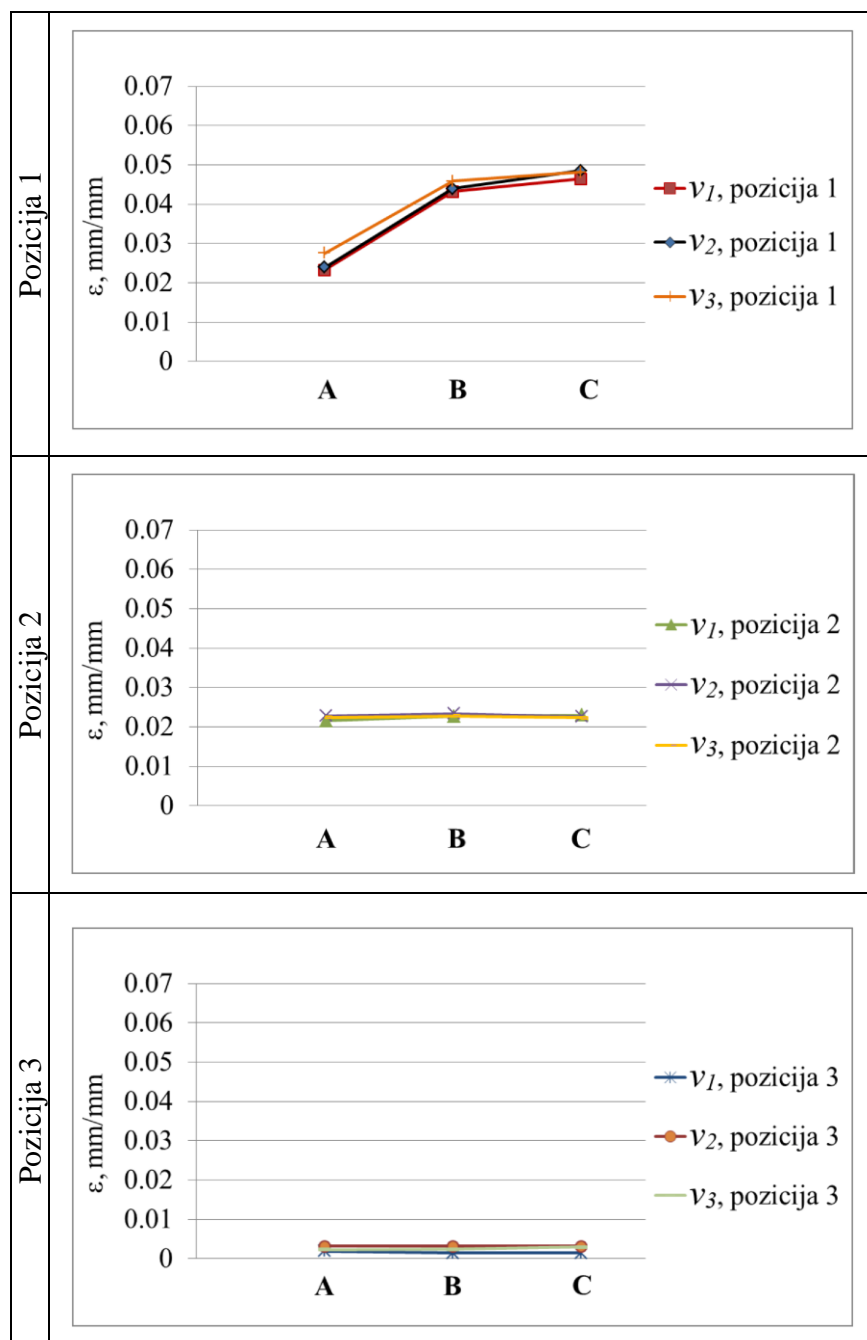


Slika 7-61. Kvalitativna analiza termografijom i digitalnom korelacijom slike pri brzinama deformacija  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  u pozicijama 1, 2 i 3 točkama A-C i kraja propagacije Lüdersove linije.

Analiza kvantitativnih rezultata je provedena kod čelika pri različitim brzinama deformacije  $0.0018 \text{ s}^{-1}$  ( $v_1$ ),  $0.007 \text{ s}^{-1}$  ( $v_2$ ) i  $0.0185 \text{ s}^{-1}$  ( $v_3$ ) u različitim točkama ukupne deformacije (A-C), slike 7-62 i 7-63.



Slika 7-62. Ovisnost promjene temperature o brzini deformacije u točkama A-C u području: a) pozicije 1, b) pozicije 2 i c) pozicije 3 niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb.

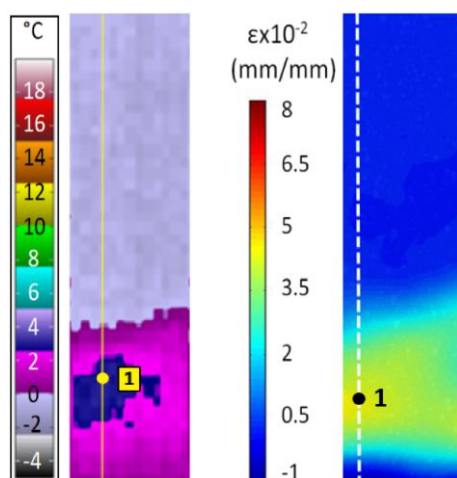


Slika 7-63. Ovisnost promjene deformacije o brzini deformacije u točkama A-C u području: a) pozicije 1, b) pozicije 2 i c) pozicije 3 niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% Nb.

S obzirom da su najveće promjene kod Lüdersovih linija zabilježene u području maksimalne promjene temperature i deformacija iza Lüdersove fronte (pozicija 1), detaljnije istraživanje provedeno je u tom području, slike 7-62 i 7-63.

Uz kvalitativne i kvantitativne rezultate u pojedinim područjima prikazani su i kvantitativni rezultati, u istim točkama A, B i C, linijske analize gdje linija prolazi kroz točku pozicije 1, slika 7-64.

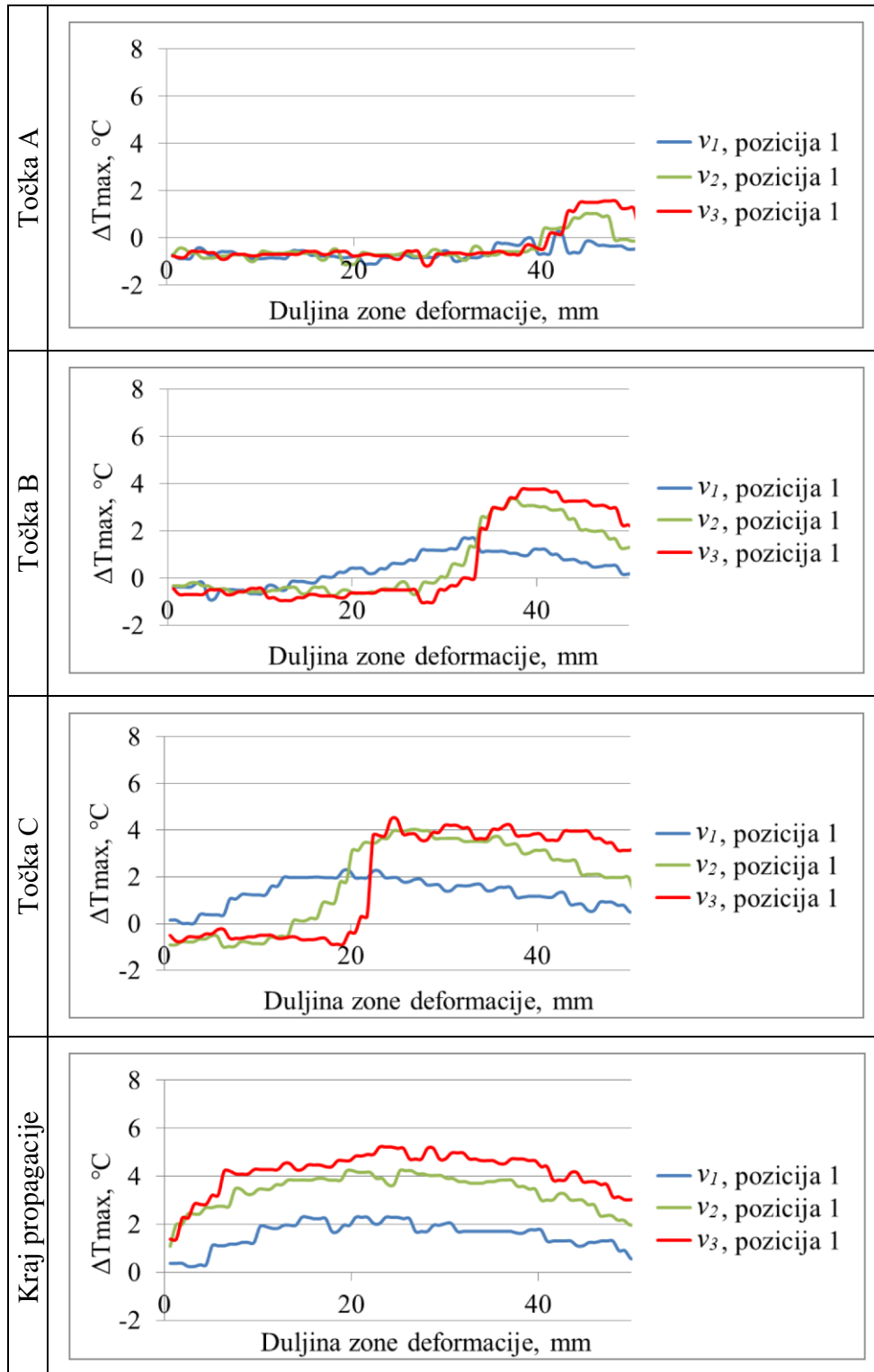
Kvantitativnom linijskom analizom detektirane su maksimalne točke promjene temperature i iznosa deformacije. Mjerenja su provedena na način da je točka A početak propagacije Lüdersove linije, a točke B i C odgovaraju ukupnim iznosima deformacija tijekom propagacije Lüdersove linije. Slika 7-65 prikazuje rezultate kvantitativne linijske analize kroz točku pozicije 1 dobivene termografijom u točkama A, B i C.



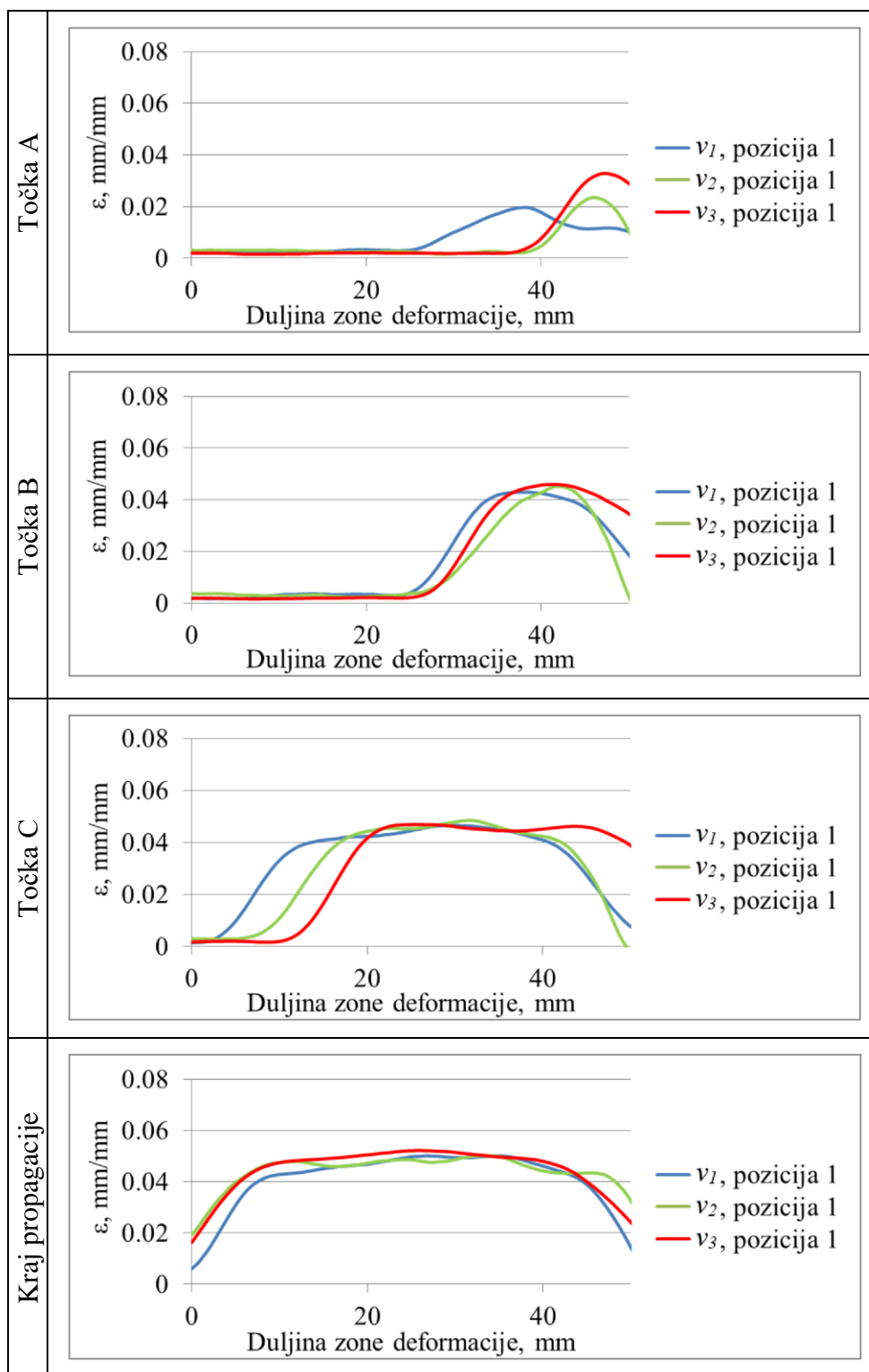
Slika 7-64. Mjesto prolaska linijske analize kroz poziciju 1.

Kvantitativni rezultati linijske analize koja prolazi kroz točku pozicije 1, dobiveni metodom digitalne korelacije slike u točkama A, B i C, prikazani su na slici 7-66.

Daljnja ispitivanja linijskim analizama Lüdersove linije u različitim područjima provedena su također na čeliku s 0.048% Nb. Na ispitnom uzorku pri brzini deformacije  $0.007 \text{ s}^{-1}$  ( $v_2$ ), u trenutku kada je Lüdersova linija zaustavljena na sredini propagacije od jednog kraja ispitnog uzorka prema drugom kraju ispitnog uzorka, provedene su linijske analize termografijom i digitalnom korelacijom slike, slike od 7-67 do 7-70. Kvalitativna i kvantitativna linijska analiza provedene su po duljini ispitnog uzorka u trenutku kada je Lüdersova linija na polovici puta propagacije. Ova analiza provedena je u pet pozicija linijske analize gdje su linije poredane s lijeva na desno, slike 7-67 i 7-69.

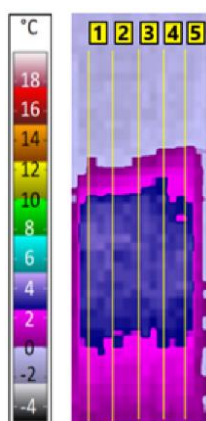


Slika 7-65. Kvantitativna linijska analiza termografije kroz poziciju 1 u točkama A-C i na kraju propagacije Lüdersove linije pri različitim brzinama deformacije kod čelika s 0.048% Nb.

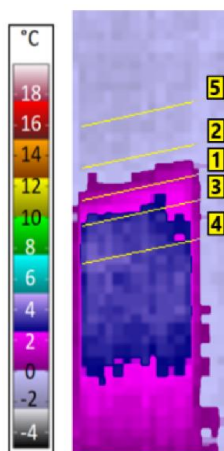


Slika 7-66. Kvantitativna linijska analiza digitalne korelacije slike (DIC) kroz poziciju 1 u točkama A-C i na kraju propagacije Lüdersove linije pri različitim brzinama deformacije kod čelika s 0.048% Nb.

Uz kvalitativnu i kvantitativnu linijsku analizu po dužini ispitnog uzorka provedena je i analiza po širini ispitnog uzorka, slike 7-68 i 7-70. Ispitivanja su, kao i kod prethodne analize, provedena u trenutku kada je Lüdersova linija na sredini propagacije od jednog kraja ispitnog uzorka prema drugom kraju ispitnog uzorka. Kvalitativna i kvantitativna analiza provedene su po širini ispitnog uzorka kako bi se dobile promjene temperature, odnosno naprezanja, i promjene iznosa deformacije u tome području. Područja odabrana za analizu po širini ispitnog uzorka su: pozicija 1 za područje na Lüdersovoj fronti, dok je pozicija 2 odabrana za područje neposredno ispred Lüdersove fronte, a pozicija 3 malo iza Lüdersove fronte. Pozicija 4 odnosi se na područje iza Lüdersove fronte, a pozicija 5 na područje ispred Lüdersove fronte.

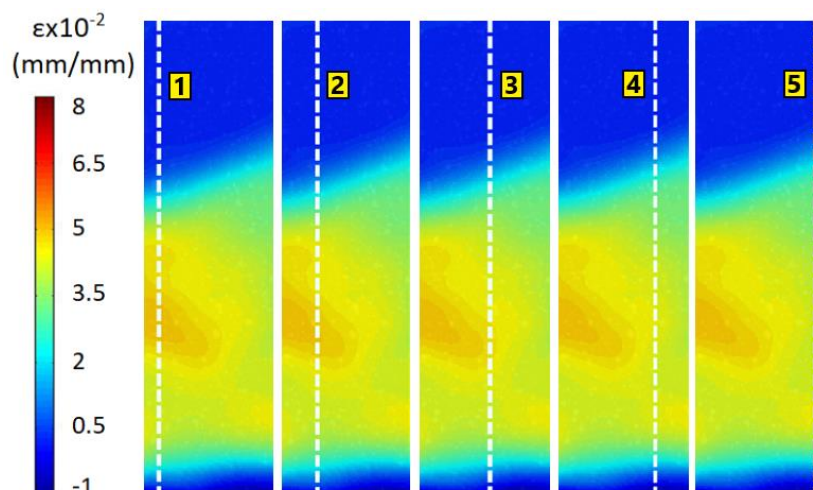


Slika 7-67. Linijska analiza po duljini ispitnog uzorka metodom termografije u pozicijama 1-5.

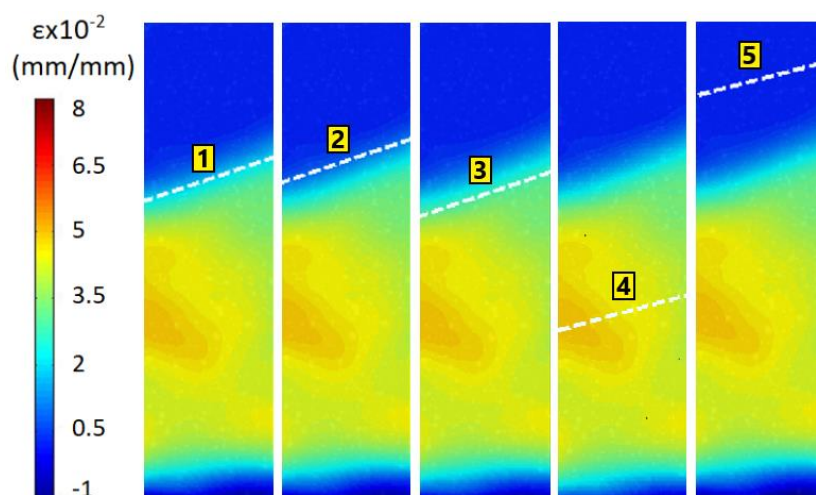


Slika 7-68. Linijska analiza po širini ispitnog uzorka metodom termografije na području iza Lüdersove fronte, na Lüdersovoj fronti, ispred Lüdersove fronte te neposredno ispred i iza Lüdersove fronte u pozicijama 1-5.





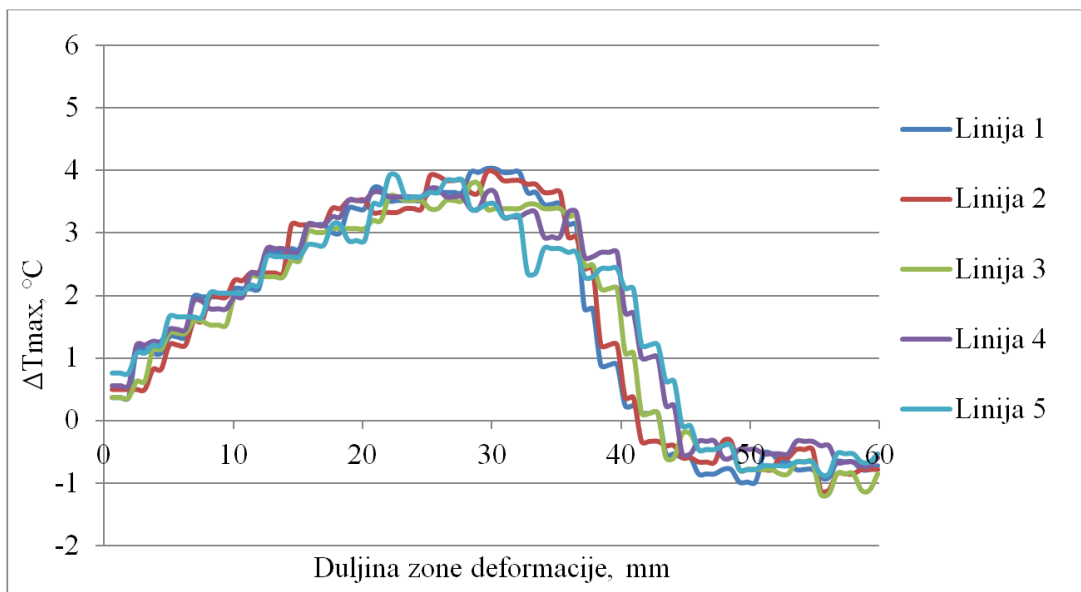
Slika 7-69. Linijska analiza po duljini ispitnog uzorka metodom digitalne korelacije slike u pozicijama 1-5.



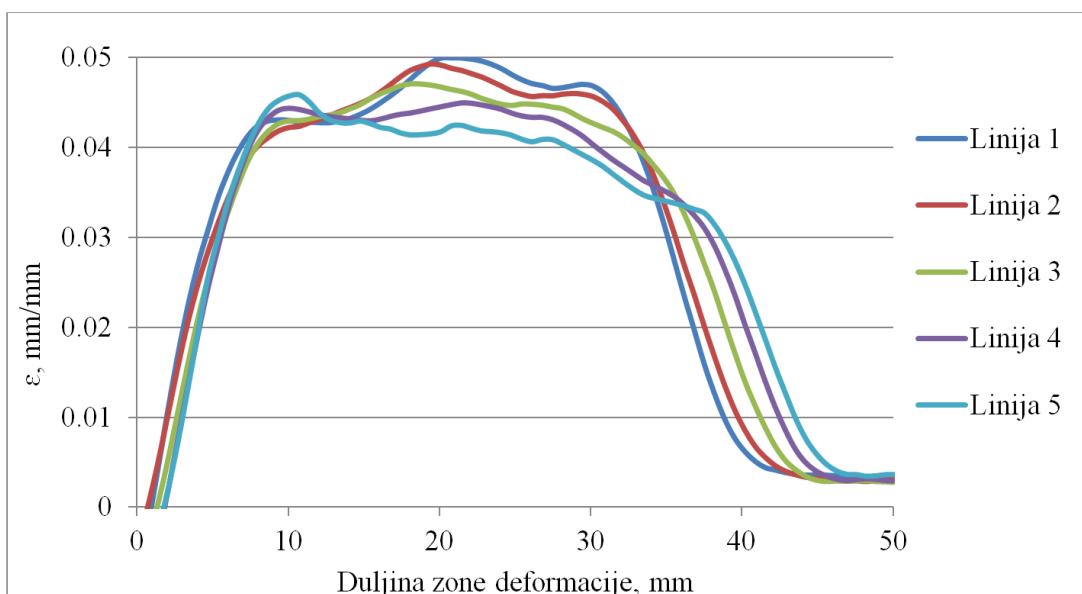
Slika 7-70. Linijska analiza po širini ispitnog uzorka metodom digitalne korelacije slike na području iza Lüdersove fronte, na Lüdersovoj fronti, ispred Lüdersove fronte te neposredno ispred i iza Lüdersove fronte u pozicijama 1-5.

Analiza u području na i oko Lüdersove fronte (pozicije 1, 2 i 3) te u području ispred Lüdersove fronte (pozicija 5) vizualno ne ukazuje na značajnije promjene duž linija po kojima je provedena linijska analiza u pojedinoj poziciji stoga je provedena kvantitativna linijska analiza s obje metode po duljini i širini ispitnog uzorka, slike 7-71 do 7-74.



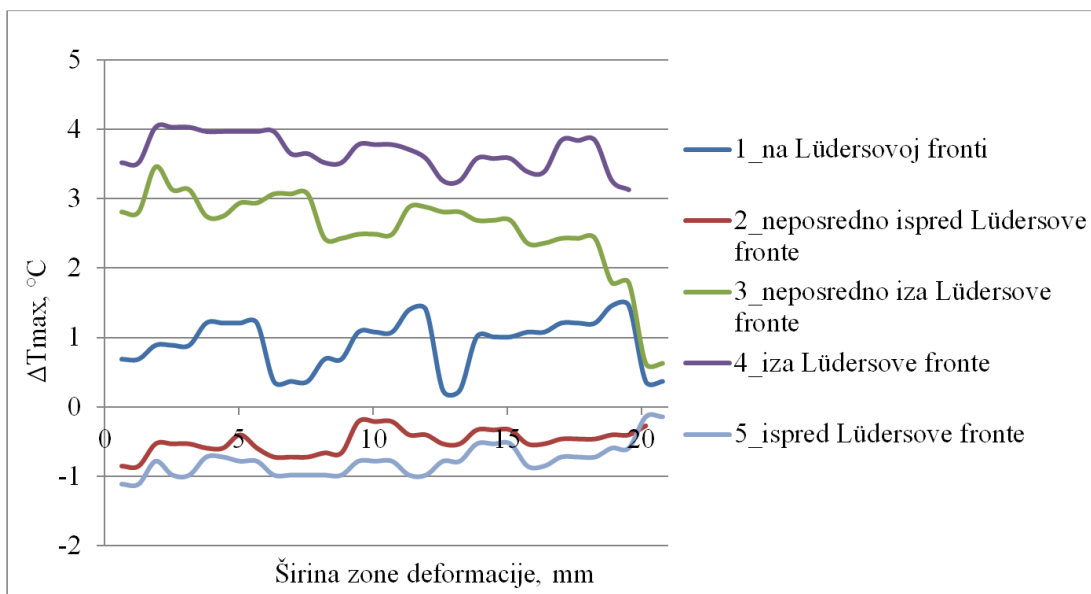


Slika 7-71. Kvantitativna linijska analiza po duljini ispitnog uzorka metodom termografije u pozicijama 1-5.

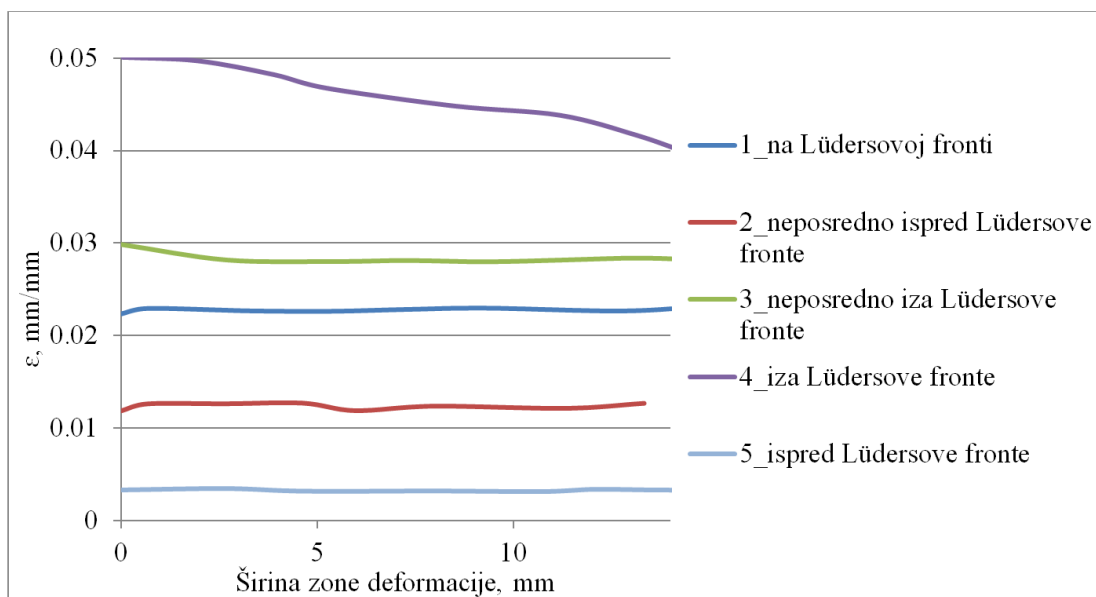


Slika 7-72. Kvantitativna linijska analiza po duljini ispitnog uzorka metodom digitalne korelacije slike (DIC) u pozicijama 1-5.

Kvantitativna linijska analiza po širini ispitnog uzorka dobivena metodama termografije i digitalne korelacije slike prikazana je slikama 7-73 i 7-74.



Slika 7-73. Kvantitativna linijska analiza po širini ispitnog uzorka metodom termografije na području iza Lüdersove fronte, na Lüdersovoj fronti, ispred Lüdersove fronte te neposredne blizine ispred i iza Lüdersove fronte u pozicijama 1-5.



Slika 7-74. Kvantitativna linijska analiza po širini ispitnog uzorka metodom digitalne korelacije slike (DIC) na području iza Lüdersove fronte, na Lüdersovoj fronti, ispred Lüdersove fronte te neposredne blizine ispred i iza Lüdersove fronte u pozicijama 1-5.

### **7.3 Mikrostrukturna ispitivanja**

Ispitivanjem mikrostrukture istražen je njen utjecaj na početak plastičnog toka čelika. Uspoređena je razlika u početnoj mikrostrukтури svih ispitivanih čelika. Uz početnu mikrostrukтуру, prema planu ispitivanja kod statičkog vlačnog ispitivanja zaustavljeno je opterećivanje čelika s 0.048% Nb da bi se ispitala mikrostrukтура pojedinih područja tijekom propagacije Lüdersove linije. Ispitivana je i mikrostrukтура čelika na mjestima gdje je izvršen određeni stupanj deformacije.

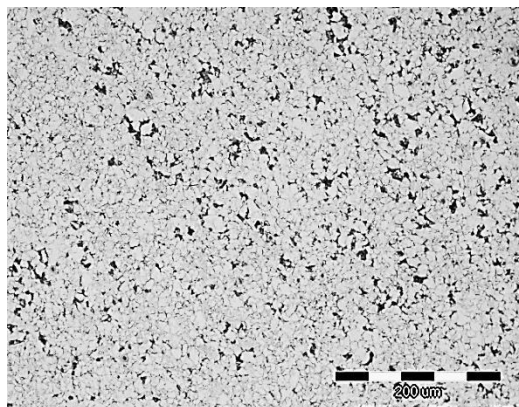
#### **7.3.1 Ispitivanja početne mikrostrukture čelika**

Početna mikrostrukтура čelika ispitivana je kod svih ispitivanih čelika metalografskim ispitivanjem da bi se dobila informacija zašto kod nekih ispitivanih čelika dolazi do pojave Lüdersove linije, a kod nekih nema pojave Lüdersove linije. Ispitivanja su provedena kod čelika s 0% Nb, 0.035% Nb, 0.048% Nb i 0.060% Nb.

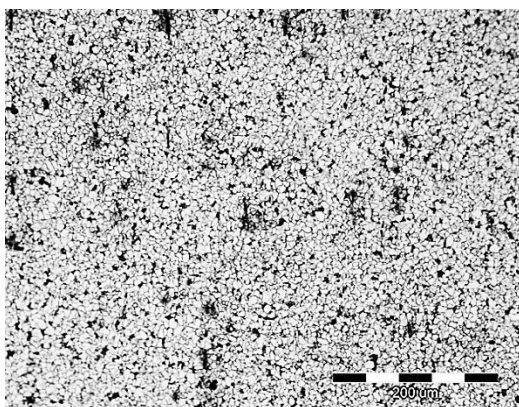
Rezultati metalografske analize početne mikrostrukture čelika hlađenih brzinom 6 °C/s kod kojih postoji pojava Lüdersove linije pri povećanju 200x prikazana je na slici 7-75. Na slici 7-76 prikazana je početna mikrostrukтура čelika hlađenih brzinom 12.4 °C/s kod kojih nema pojave Lüdersove linije.

Rezultati na slikama 7-75 i 7-76 pokazuju da je kod svih čelika prisutna feritno-perlitna mikrostrukтура. Očita je pristunost većeg sadržaja perlita kod jednog dijela ispitivanih čelika. Čelici koji nemaju pojavu Lüdersove linije imaju veći sadržaj perlita u odnosu na čelike koji imaju pojavu Lüdersove linije.

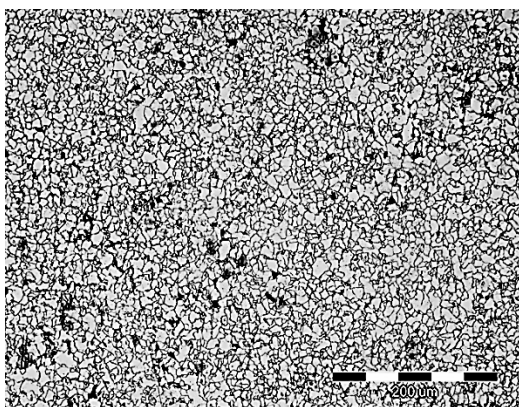
Nehomogenost mikrostrukture prisutna je kod čelika hlađenih brzinom 12.4 °C/s, slike 7-76 b i c, a homogena mikrostrukтура kod čelika hlađenih brzinom 6 °C/s, slika 7-75.



a)

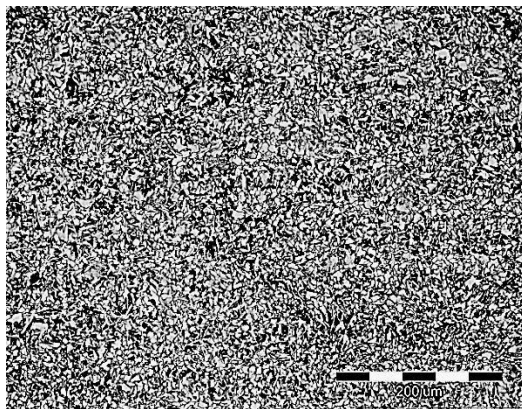


b)

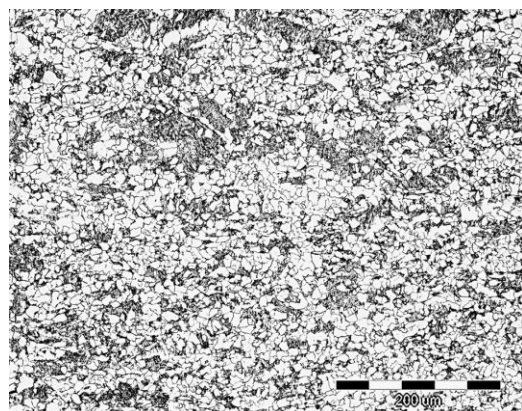


c)

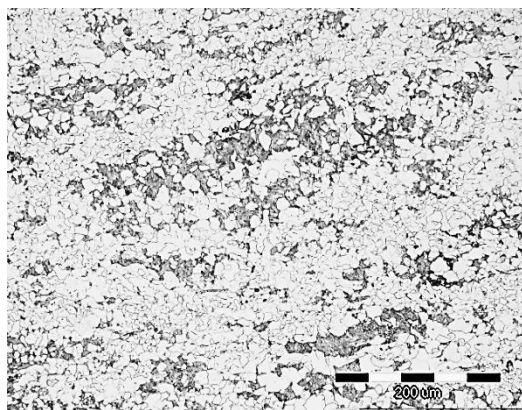
Slika 7-75. Metalografske snimke početne mikrostrukture čelika hlađenih brzinom 6 °C/s pri povećanju 200x s: a) 0.035% Nb, b) 0.048% Nb i c) 0.060% Nb.



a)



b)

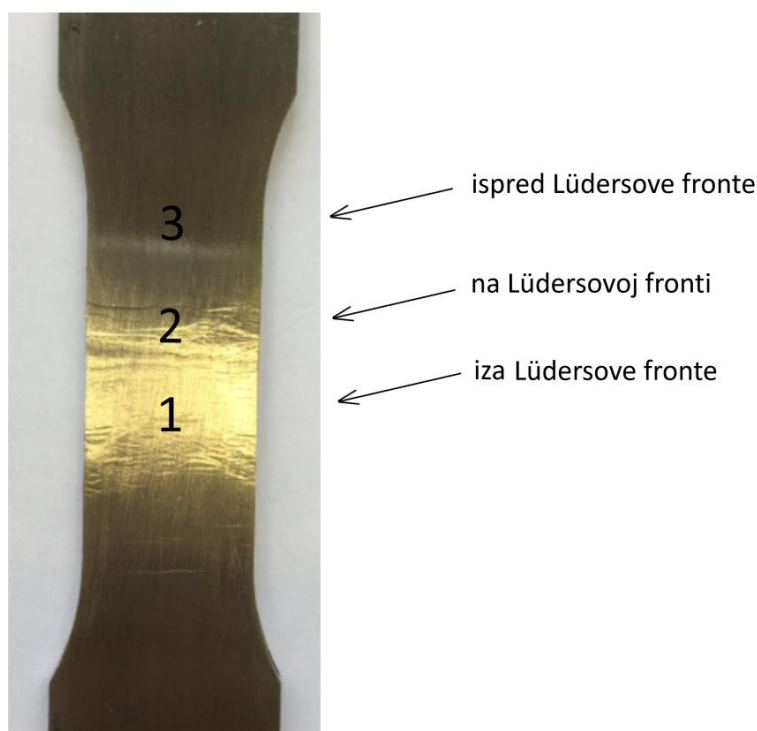


c)

Slika 7-76. Metalografske snimke početne mikrostrukture pri povećanju 200x čelika s: a) 0% Nb i čelika hlađenih brzinom 12.4 °C/s s: b) 0.035% Nb i c) 0.060% Nb.

### 7.3.2 Ispitivanja mikrostrukture čelika s 0.048% niobija u trenutku nastajanja i propagacije Lüdersove linije

Sukladno planu ispitivanja čelik s 0.048% Nb odabran je za detaljnija ispitivanja metalografskom analizom te pretražnom i transmisijском elektrоnskom mikroskopijom. Na istim čelicima provedena su ispitivanja metodama termografije i digitalne korelacije slike u različitim pozicijama u zoni deformacije. Odabrane pozicije 1, 2 i 3 odnose se na područja iza, na i ispred Lüdersove fronte, slika 7-77. Naime, tijekom statičkog vlačnog pokusa zaustavljeno je opterećivanje u trenutku kada je Lüdersova linija ispropagirala do sredine zone deformacije od njene ukupne propagacije prema suprotnom kraju ispitnog uzorka. Ispitivanje je provedeno pri brzini deformacije  $0.007 \text{ s}^{-1}$  ( $v_2$ ). Nakon zaustavljanja opterećivanja statičkim vlačnim pokusom, uzeti su uzorci za mikrostrukturne analize. Način odabiranja pozicija za metalografsku analizu provedeno je tako da se jasnije mogu uočiti razlike između mikrostrukture u području na i ispred Lüdersove fronte. Područje na Lüdersovoj fronti je važno da bi se vidjele promjene koje se događaju u mikrostrukтури tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije.



Slika 7-77. Mjesta uzimanja uzoraka iz ispitnog uzorka u pozicijama 1, 2 i 3 za mikrostrukturna ispitivanja tijekom propagacije Lüdersove linije.

Mjesta uzimanja uzoraka za daljnja ispitivanja prikazana su na slici 7-77. Oznake 2 i 3 na ispitnom uzorku odgovaraju pozicijama 2 i 3 dobivenima termografijom i digitalnom korelacijom slike što odgovara područjima na Lüdersovoj fronti i ispred Lüdersove fronte. Za poziciju 1 je uzeto područje iza Lüdersove fronte. Početna mikrostruktura ispitivanog čelika, područje Lüdersove fronte označeno kao pozicija 2 te područje elastične deformacije ispred Lüdersove fronte (pozicija 3) ispitane su da bi se vidjele razlike područja bez izvršene deformacije i područja s deformacijom.

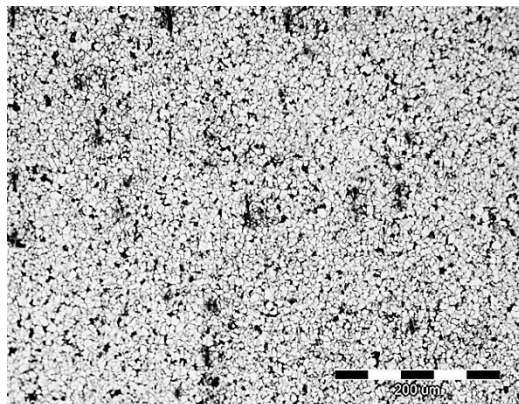
Metalografska analiza uzoraka početne mikrostrukture u odabranim pozicijama 2 i 3 prikazana je na slici 7-78 pri povećanju 200x.

Na snimkama metalografske analize vidljivo je da je kod uzoraka uzimanih u svim pozicijama prisutna sitnozrnata feritno-perlitna mikrostruktura. Ustanovljeno je da kod početne mikrostrukture ne postoje promjene i usmjerenost sitnijih zrna koja bi pokazala pojavu Lüdersove linije, slika 7-78 a. U području pozicije 3 ispred Lüdersove fronte prisutna je homogeno raspoređena feritno-perlitna mikrostruktura, slika 7-78 c. U ovoj poziciji ne postoje promjene mikrostrukture koje bi se mogle povezati s formiranjem Lüdersove linije.

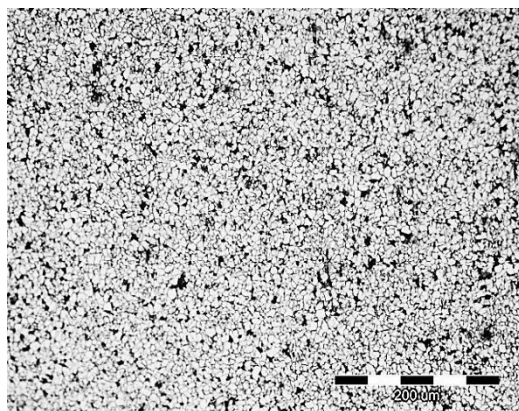
Male promjene uočene su metalografskom analizom samo u području pozicije 2, odnosno na Lüdersovoj fronti. Na slici 7-78 b uočene su linije sa sitnijim usmjerenim zrnima koja odgovaraju linijama formiranja Lüdersove linije.

Metalografskom analizom nije moguće potpuno jasno odrediti promjene koje se događaju u mikrostrukturi u odabranim pozicijama ispitivanja. Ispitivanja pretražnim elektronskim mikroskopom provedena su pri većem povećanju da bi se jasnije vidjele promjene koje se javljaju tijekom formiranja Lüdersove linije u odnosu na izgled početne mikrostrukture. Područja Lüdersove linije i ispred Lüdersove linije prikazana su rezultatom pretražne elektronske mikroskopije, slika 7-79. Daljnja ispitivanja pri većem povećanju provedena su u području početne mikrostrukture i pozicije 2 koja odgovara području Lüdersove fronte. Metalografskom analizom u području 3 ispred Lüdersove fronte nisu zapažene promjene koje bi se mogle povezati s nastajanjem Lüdersove linije.

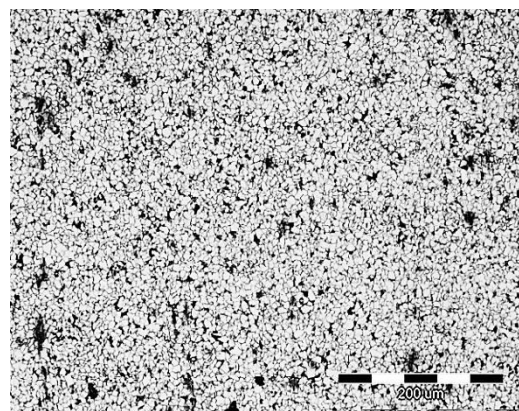




a)



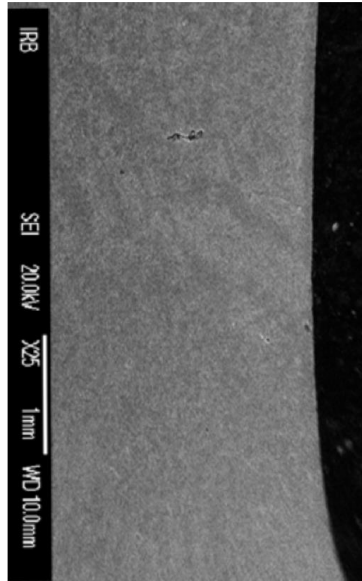
b)



c)

Slika 7-78. Metalografske snimke čelika s 0.048% Nb pri povećanju 200x: a) početna mikrostruktura, b) u poziciji 2 i c) poziciji 3.



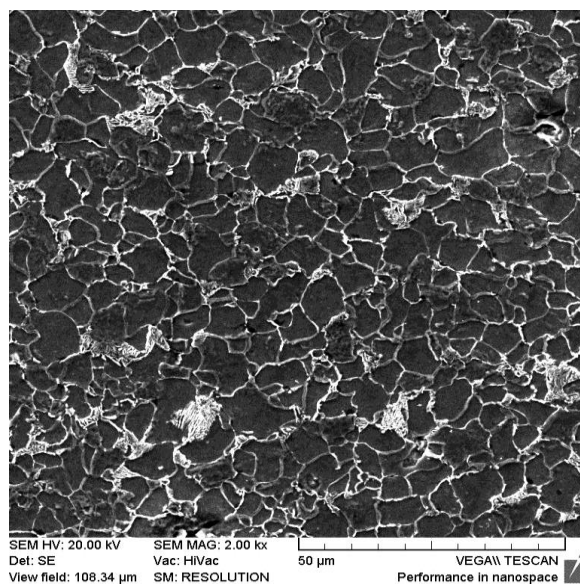


Slika 7-79. Područje Lüdersove linije i ispred Lüdersove linije dobiveno pretražnom elektronskom mikroskopijom pri povećanju 25x.

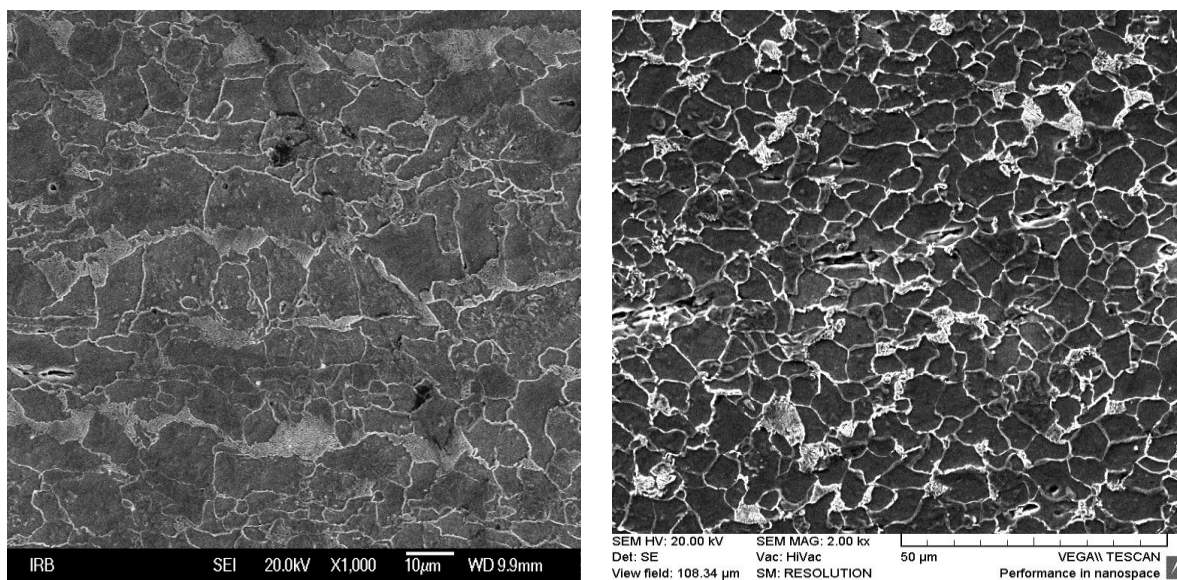
Slika 7-80 prikazuje rezultate analize pretražnim elektronskim mikroskopom, odnosno SEM mikrografije čelika s 0.048% Nb početne mikrostrukture i u području pozicije 2.

Pregledom SEM mikrografija čelika otkriva se razlika u usmjerenosti mikrostrukture, odnosno zrna ferita i perlita u početnoj mikrostrukтури i poziciji 2. Na pojedinim dijelovima mikrografije na Lüdersovoj fronti (pozicija 2), slika 7-80 b, vidi se usmjerenost i sitnija zrna uz krupnija zrna u smjeru linija koja odgovaraju pojavi Lüdersove linije. SEM mikrografije početne mikrostrukture otkrivaju da nema usmjerenosti zrna koja bi odgovarala formiranju Lüdersove linije.

Istraživanja metalografskom analizom i pretražnom elektronskom mikroskopijom pokazala su da postoji razlika u mikrostrukтури u području pojave Lüdersove linije u odnosu na početnu mikrostrukтуру u kojoj nije izvršena deformacija. S obzirom da je na Lüdersovoj fronti uočena različita usmjerenost zrna u linijama koje odgovaraju pojavi Lüdersove linije potrebno je napraviti detaljnija ispitivanja EBSD analizom. EBSD analizom utvrđen je utjecaj orijentacije kristalne rešetke na propagaciju Lüdersove linije.



a)

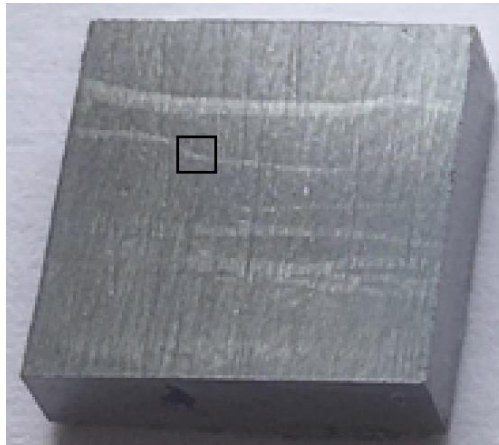


b)

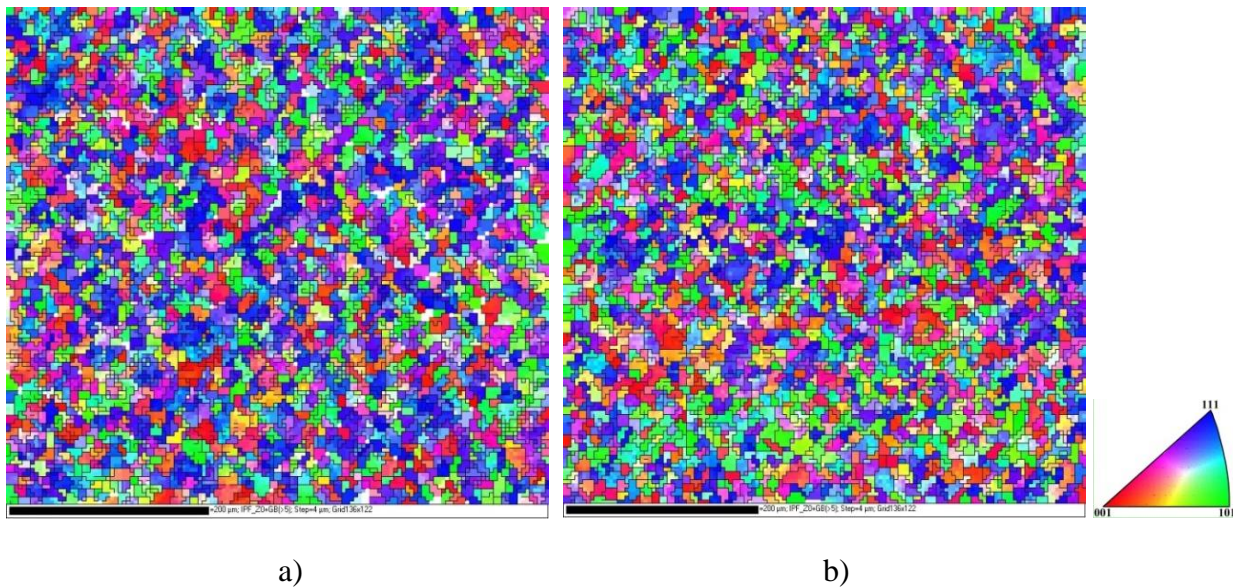
Slika 7-80. SEM mikrografije čelika s 0.048% Nb: a) početna mikrostruktura, povećanje 2000x, b) pozicija 2, povećanja 1000x i 2000x.

EBSD analiza provedena je u području bez Lüdersove linije, pozicija 3, i području pozicije 2, koje obuhvaća Lüdersovu frontu te područja neposredno ispred i iza Lüdersove fronte, slika 7-81. Rezultati dobiveni EBSD analizom pri povećanju 250x prikazani su na slici 7-

82. Slika 7-82 a prikazuje rezultate EBSD analize u području bez Lüdersove linije, dok se slika 7-82 b odnosi na područje Lüdersove fronte.



Slika 7-81. Uzorak na Lüdersovoj fronti čelika s 0.048% Nb s označenim područjem za ispitivanje EBSD analizom.

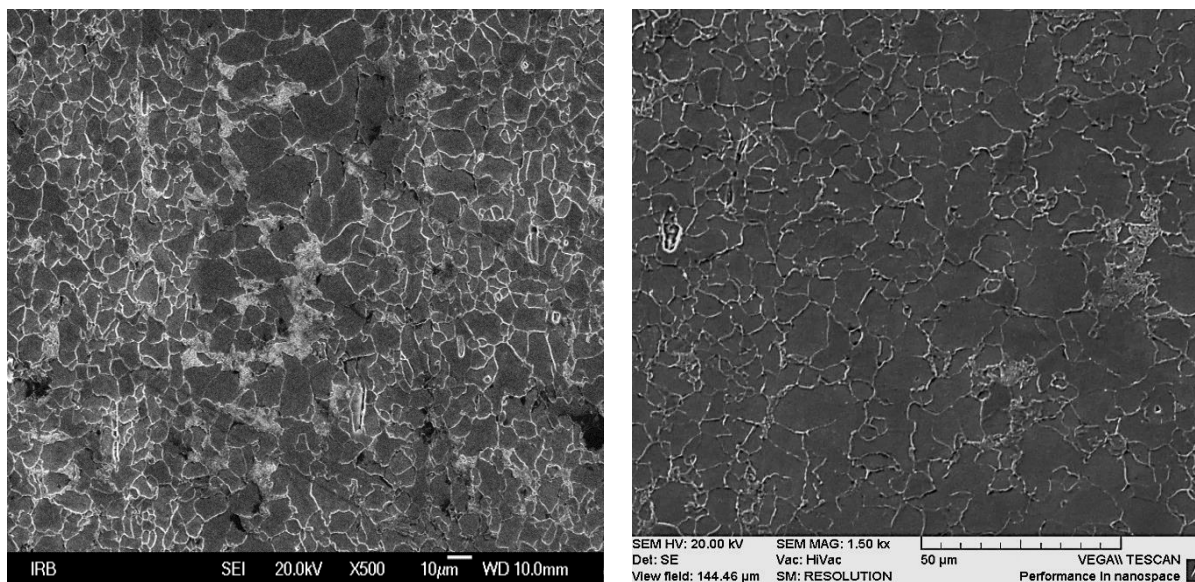


Slika 7-82. EBSD analiza pri povećanju 250x u području: a) bez Lüdersove linije i b) na Lüdersovoj fronti.

Provedena EBSD analiza u području bez Lüdersove linije i na Lüdersovoj fronti otkriva razliku u orijentaciji kristalne rešetke u analiziranim područjima, slika 7-82. Otkrivena je različita orijentacija kristalnih zrna na Lüdersovoj fronti u odnosu na područja neposredne

blizine Lüdersove fronte, slika 7-82 b, te područja bez Lüdersove linije gdje je ustanovljeno da ne postoji usmjerenost zrna.

S obzirom da je na Lüdersovoj fronti te neposredno ispred i iza Lüdersove fronte, pretražnom elektronskom mikroskopijom utvrđeno postojanje krupnijih i sitnijih zrna, provedena je detaljnija analiza ovog fenomena. Dobiveni rezultati pretražnom elektronskom mikroskopijom prikazani su SEM mikrografijama u području Lüdersove fronte te u neposrednoj blizini Lüdersove fronte, pozicija 2, slika 7-83.



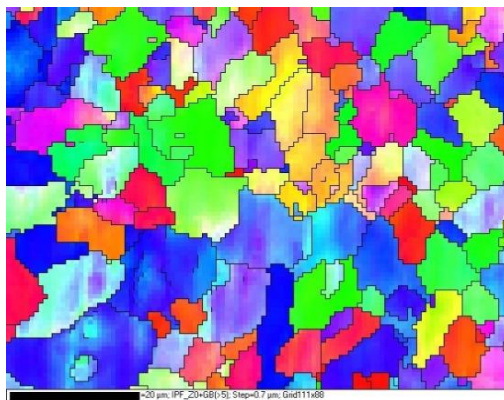
a)

b)

Slika 7-83. Pojava krupnijih zrna na Lüdersovoj fronti uz sitnija zrna neposredno u blizini Lüdersove fronte utvrđena pretražnim elektronskim mikroskopom pri povećanjima a) 500x i b) 1500x.

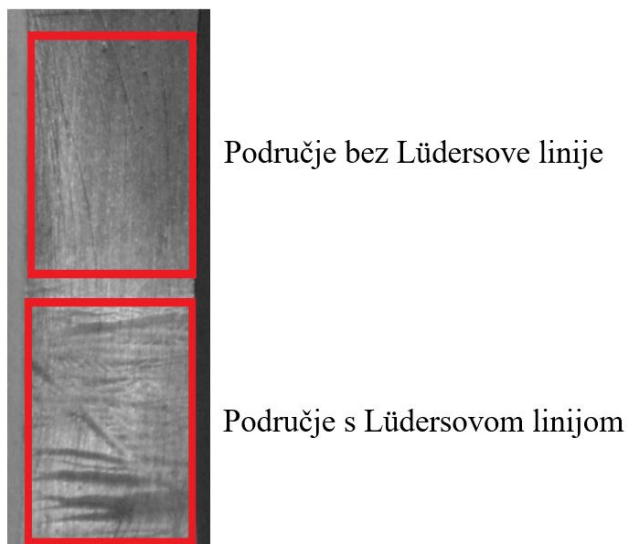
Slika 7-83 jasno otkriva i dokazuje postojanje krupnijih zrna koja odgovaraju Lüdersovoj fronti te sitnijih zrna koja odgovaraju području neposredne blizine ispred i iza Lüdersove fronte. Pojavu krupnijih zrna na Lüdersovoj fronti te sitnijih zrna u neposrednoj blizini ispred i iza Lüdersove fronte potvrdila je EBSD analiza pri većem povećanju 2000x, slika 7-84.

Istraživanja pretražnom elektronskom mikroskopijom i EBSD analizom utvrdila su da postoji različita orijentacije kristalne rešetke i veličina zrna tijekom propagacije Lüdersove linije.



Slika 7-84. Krupnija zrna na Lüdersovoj fronti (plava zrna) i sitnija zrna u neposrednoj blizini Lüdersove fronte (zelena zrna) utvrđena EBSD analizom, povećanje 2000x.

S obzirom da je EBSD analizom utvrđena različita orijentacije kristalne rešetke kod nastajanja i širenja Lüdersove linije, potrebno je odrediti dolazi li do značajne distorzije kristalne rešetke. Rendgenskom difrakcijom provedeno je ispitivanje uzorka zaustavljenog tijekom propagacije Lüdersove linije u području ispred Lüdersove fronte gdje nije ispropagirala Lüdersova linija i području iza Lüdersove fronte gdje je ispropagirala Lüdersova linija, slika 7-85. Na ovaj način usporedit će se razlike u iznosu deformacija, odnosno distorzije kristalne rešetke, ispitivanih područja.



Slika 7-85. Analizirano područje uzorka metodom rendgenske difrakcije tijekom propagacije Lüdersove linije.



Postupkom Rietveldovog utočnjavanja određeni su parametri jedinične ćelije da bi se utvrdio utjecaj jednolikog naprezanja na deformaciju kristalne rešetke u područjima bez i s Lüdersovom linijom, tablica 7-1.

Tablica 7-1. Rezultati analize difrakcijskih podataka veličine kristalita nakon Rietveldovog utočnjavanja.

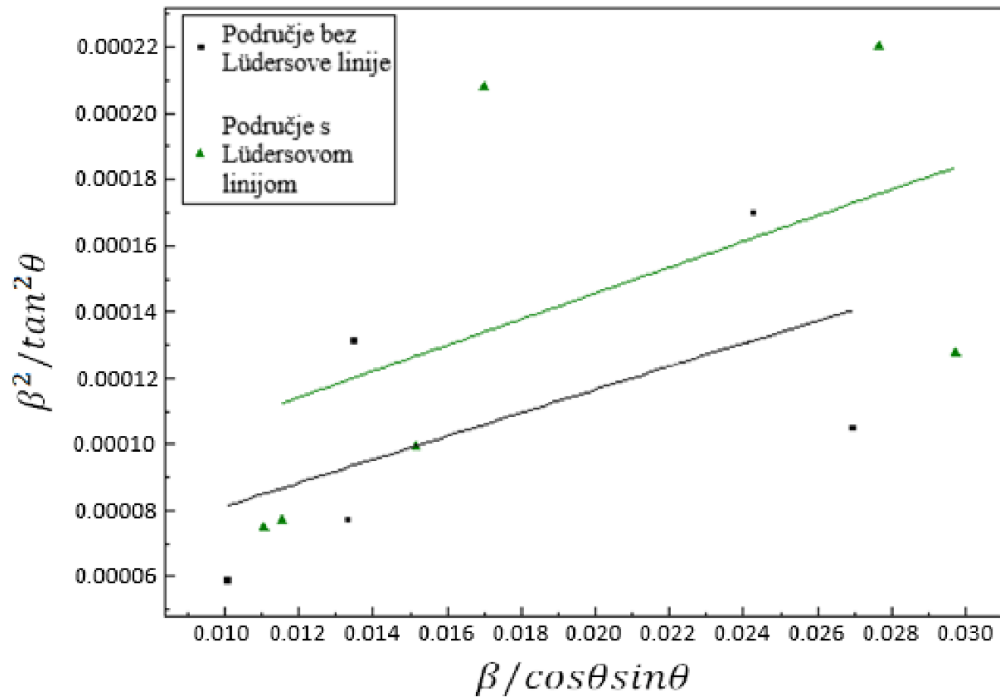
Uzorak	Volumen ćelije / Å <sup>3</sup>	Parametar ćelije / Å	Veličina kristalita / Å
Uzorak bez Lüdersove linije	23.67	2.8711	300
Uzorak s Lüdersovom linijom	23.64	2.8701	260

Rezultati u tablici 7-1 predstavljaju linearni karakter deformacije, odnosno linearnu distorziju kristalne rešetke. S obzirom da je utvrđena mala promjena volumena ćelija i veličine kristalita u ispitivanim područjima, može se zaključiti da je u području s Lüdersovom linijom došlo do pojave distorzije kristalne rešetke.

S obzirom da je u polikristalnim materijalima, odnosno ispitivanim čelicima, prisutna nelinearna deformacija, provedena je analiza proširenja difrakcijskih linija. Određivanje nelinearne deformacije provedeno je u ispitivanim područjima bez i s Lüdersovom linijom koja se određuje složenijom analizom profila difrakcijskih linija Halder-Wagner metodom.

Kako efekti nelinearne deformacije jako ovise o profilu difrakcijske linije, potrebno je bilo isprobati više različitih modela ovisno o tome dominira li u profilima više Lorentzova ili Gaussova komponenta. Najboljim su se pokazali rezultati analize proširenja difrakcijskih linija u obliku Halder-Wagner dijagrama na Gaussovom profilu difrakcijskih linija, slika 7-86.

Dobivenim rezultatima ustanovljene su razlike u proširenju difrakcijskih linija u područjima bez i s Lüdersovom linijom, slika 7-86. Rezultati analize proširenja difrakcijskih linija te određivanja nelinearne deformacije na Gaussovom profilu difrakcijske linije uz Halder-Wagner metodu dani su u tablici 7-2.



Slika 7-86. Halder-Wagner dijagram za Gaussov profil difrakcijskih linija.

Tablica 7-2. Rezultati rendgenske difrakcije nelinearne deformacije bez i s Lüdersovom linijom Halder-Wagner metodom na Gaussovom profilu difrakcijske linije.

Uzorak	D_kristalita (H-W) / Å	Deformacija (H-W) $\epsilon$ / Å
Uzorak bez Lüdersove linije	411 ± 316	0.00170 ± 0.00094
Uzorak s Lüdersovom linijom	369 ± 382	0.00205 ± 0.00133

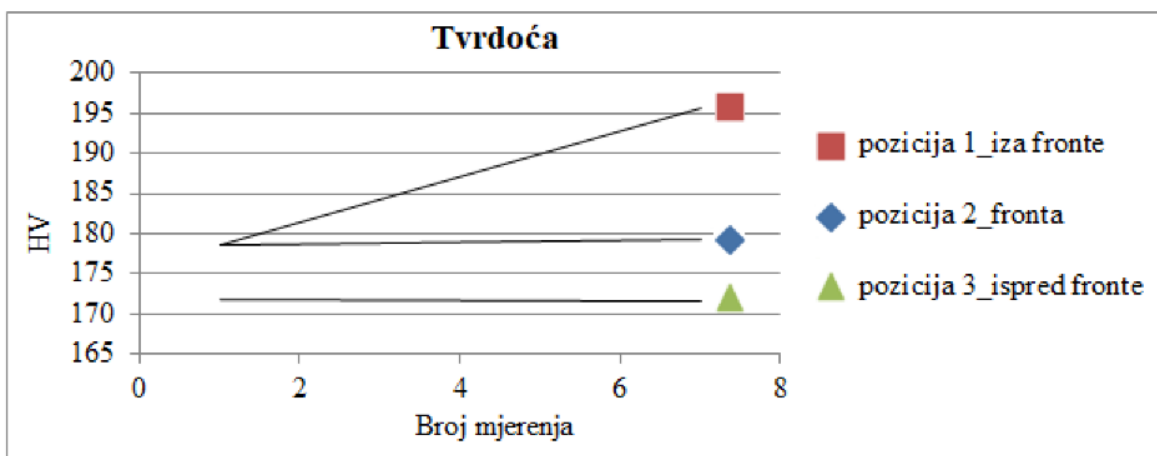
Dobivene vrijednosti nelinearne deformacije u područjima bez i s Lüdersovom linijom ukazuju da postoji razlika u iznosu deformacija, tablica 7-2. Veći iznosi deformacije dobiveni su u području Lüdersove linije u odnosu na područje bez Lüdersove linije što upućuje da je u području Lüdersove linije prisutna distorzija kristalne rešetke.

S obzirom na uočene razlike usmjerenosti i veličine zrna te distorzije kristalne rešetke u području koje odgovara Lüdersovoj liniji, napravljena su detaljnija ispitivanja tvrdoće i

transmisijske elektronske mikroskopije. Uz pomoć ovih ispitivanja detaljnije će se pojasniti mehanizam formiranja, a kasnije i propagacije Lüdersove linije kroz zonu deformacije.

Analizom određivanja tvrdoće metodom po Vickersu moguće je dobiti iznose tvrdoće u različitim područjima ispitnih uzoraka s Lüdersovom linijom. Na ovaj način moguće je utvrditi postoje li promjene u tvrdoći. Promjene u tvrdoći mogu se povezati s većom ili manjom gustoćom dislokacija i njihovom interakcijom sa sitnim niobijevim precipitatima tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije.

U okviru istraživanja provedeno je ispitivanje promjene iznosa tvrdoće u području pozicije 1 (iza Lüdersove fronte), pozicije 2 (Lüdersova fronta) i pozicije 3 (ispred Lüdersove fronte). Rezultati dobivene analize tvrdoće u različitim područjima prikazani su na slici 7-87.



Slika 7-87. Mjerenje tvrdoće u područjima: pozicije 1 (iza Lüdersove fronte), pozicije 2 (Lüdersova fronta) i pozicije 3 (ispred Lüdersove fronte).

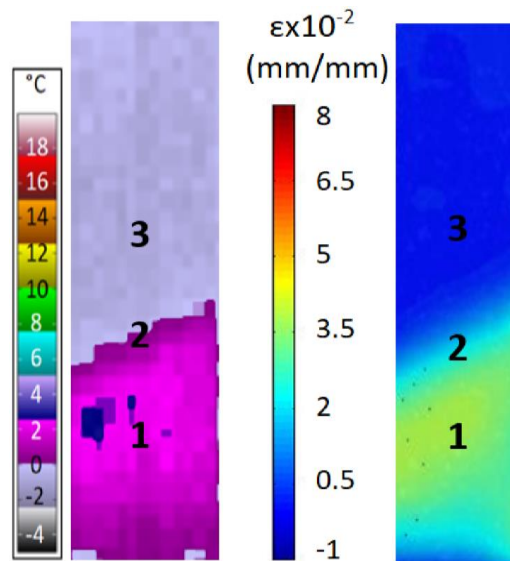
Mjerenjem tvrdoće u ispitivanim područjima potvrđeni su rezultati rendgenske difrakcije s obzirom da postoji distorzija kristalne rešetke u području Lüdersove linije u odnosu na područje ispred Lüdersove linije.

Iz tog razloga se analiza transmisijskom elektronskom mikroskopijom pokazala neophodnom da bi se dobila informacija o utjecaju veličine i sastava precipitata prisutnih u niobijem mikrolegiranom čeliku na pojavu i širenje Lüdersove linije.



Osim utjecaja precipitata, transmisijskom elektronskom mikroskopijom istraživana je i utjecaj nastajanja i umnožavanja dislokacija. Istraživana je i interakcija dislokacija s precipitatima, kao i usmjerenost dislokacija u odabranim pozicijama ispitivanja koja odgovaraju pozicijama prethodno navedenih rezultata dobivenih termografijom, digitalnom korelacijom slike i tvrdoće.

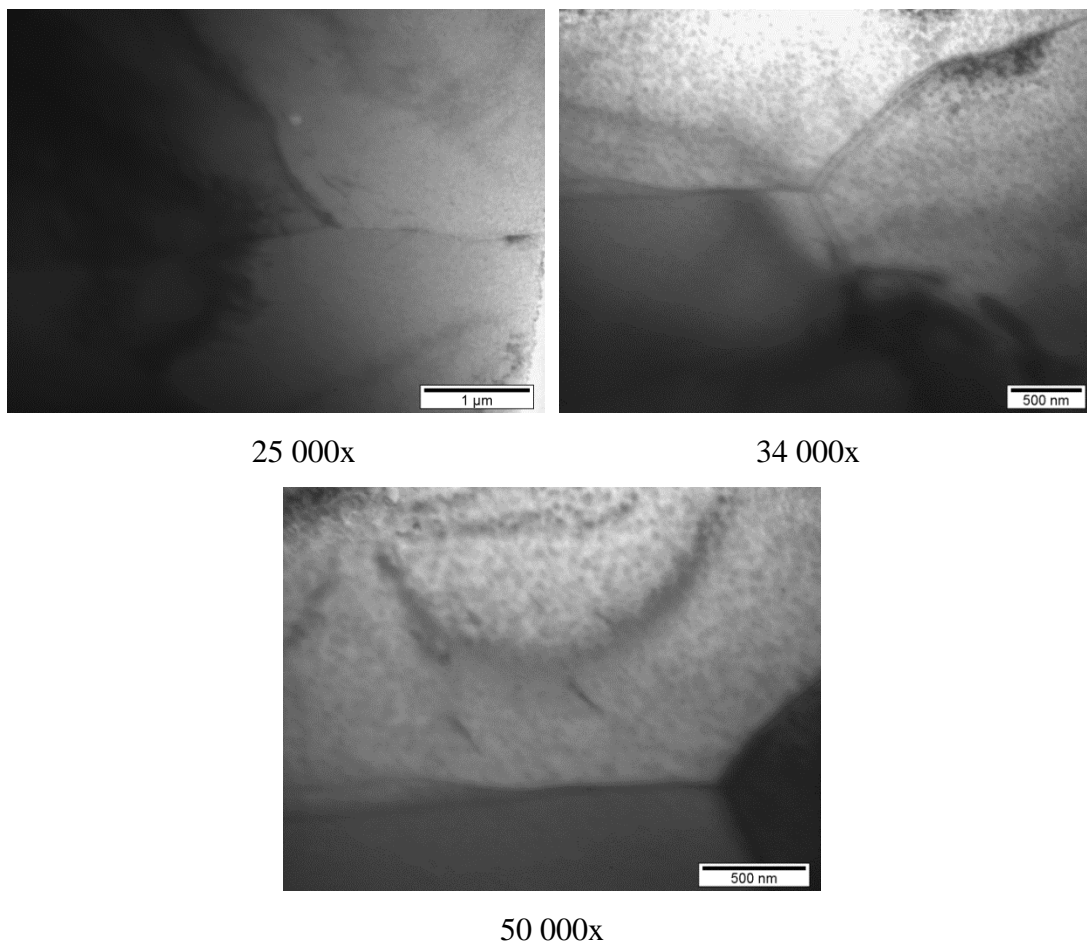
Analiza transmisijskom elektronskom mikroskopijom provedena je u pozicijama 1, 2 i 3 koje odgovaraju područjima iza Lüdersove fronte te područjima na i ispred Lüdersove fronte. Na slici 7-88 prikazana su područja uzimanja uzoraka za analizu transmisijskom elektronskom mikroskopijom.



Slika 7-88. Mjesta uzimanja uzoraka za analizu transmisijskom elektronskom mikroskopijom.

Pozicije 1, 2 i 3, odnosno područja iza Lüdersove fronte te na i ispred Lüdersove fronte, prikazane su sljedećim TEM mikrografijama na slikama 7-89 do 7-92. Slika 7-89 prikazuje područje ispred Lüdersove fronte, odnosno poziciju 3.

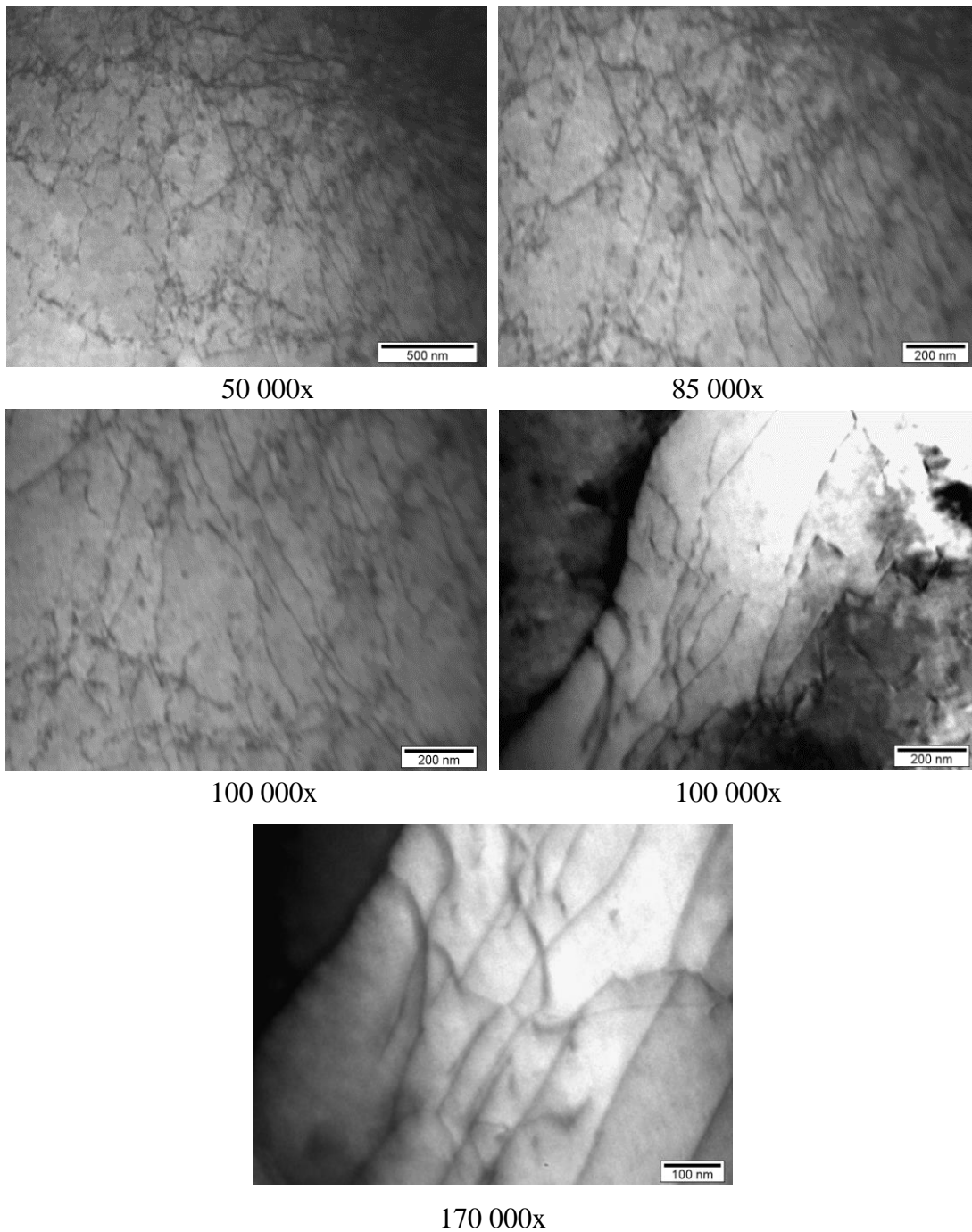
U području ispred Lüdersove fronte iz TEM mikrografija zapaženo je da pojave dislokacija nema, osim pojedinih područja gdje dolazi do početka formiranja dislokacija s obzirom da se u ovom području odvija elastična deformacija.



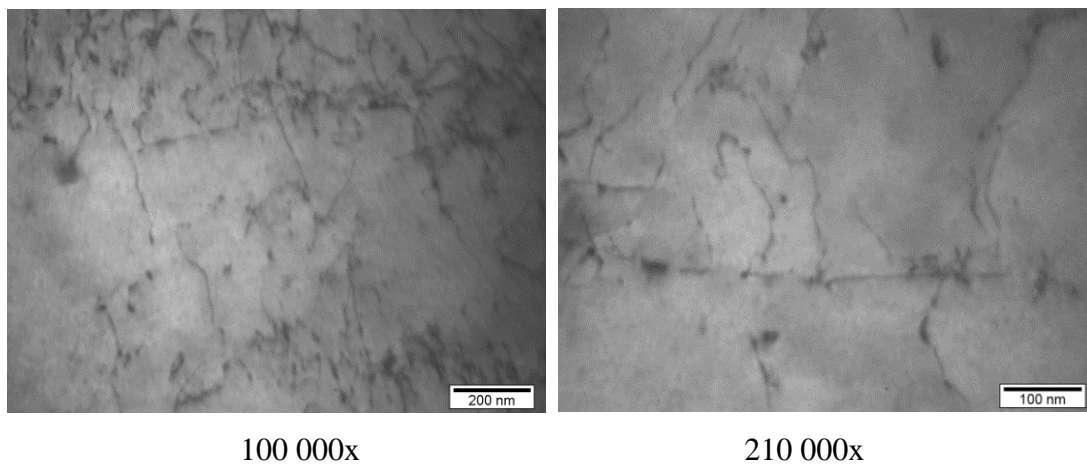
Slika 7-89. TEM mikrografije čelika s 0.048% Nb u poziciji 3 ispred Lüdersove fronte pri povećanjima 25 000x, 34 000x i 50 000x.

Ispitivana su područja pozicije 2 na Lüdersovoj fronti da bi se vidjelo ponašanje dislokacija te uloga precipitata kod formiranja i propagacije Lüdersove linije. Na slikama 7-90 i 7-91 prikazane su TEM mikrografije za područje pozicije 2 na Lüdersovoj fronti. TEM mikrografije na slici 7-90 prikazuju uznapredovalo formiranje dislokacija i veliku gustoću dislokacija te prisutnost niobijevih precipitata u području Lüdersove fronte, odnosno pozicije 2. Prisutne su dislokacije koje su u interakciji s niobijevim precipitatima. Ispitivanjima na TEM-u zapaženo je da na Lüdersovoj fronti, slika 7-90, dolazi do postepenog usmjeravanja dislokacija zbog njihove interakcije sa sitnim deformacijom induciranim niobijevim precipitatima te atomima niobija, ugljika i dušika. Veliki broj jednako usmjerenih dislokacija utvrđen je uz granicu zrna što ukazuje na postepeno usmjeravanje dislokacija od granice, slika 7-90, prema

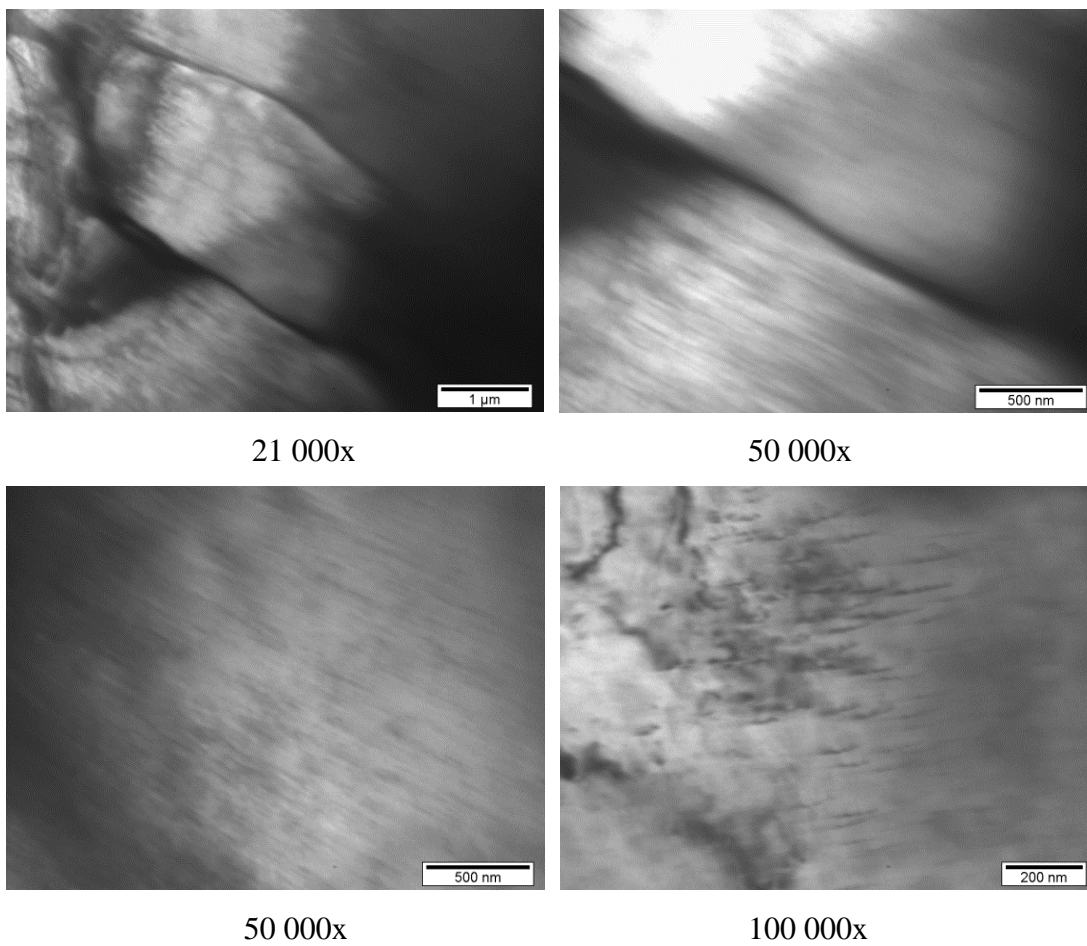
unutrašnjosti zrna, slika 7-91. Posljedica usmjeravanja dislokacija na Lüdersovoj fronti uočena je provedenom TEM analizom u području iza Lüdersove fronte, pozicija 1, slika 7-92.



Slika 7-90. TEM mikrografije čelika s 0.048% Nb na Lüdersovoj fronti (pozicija 2) uz granicu zrna pri povećanjima 50 000x, 85 000x, 100 000x i 170 000x.



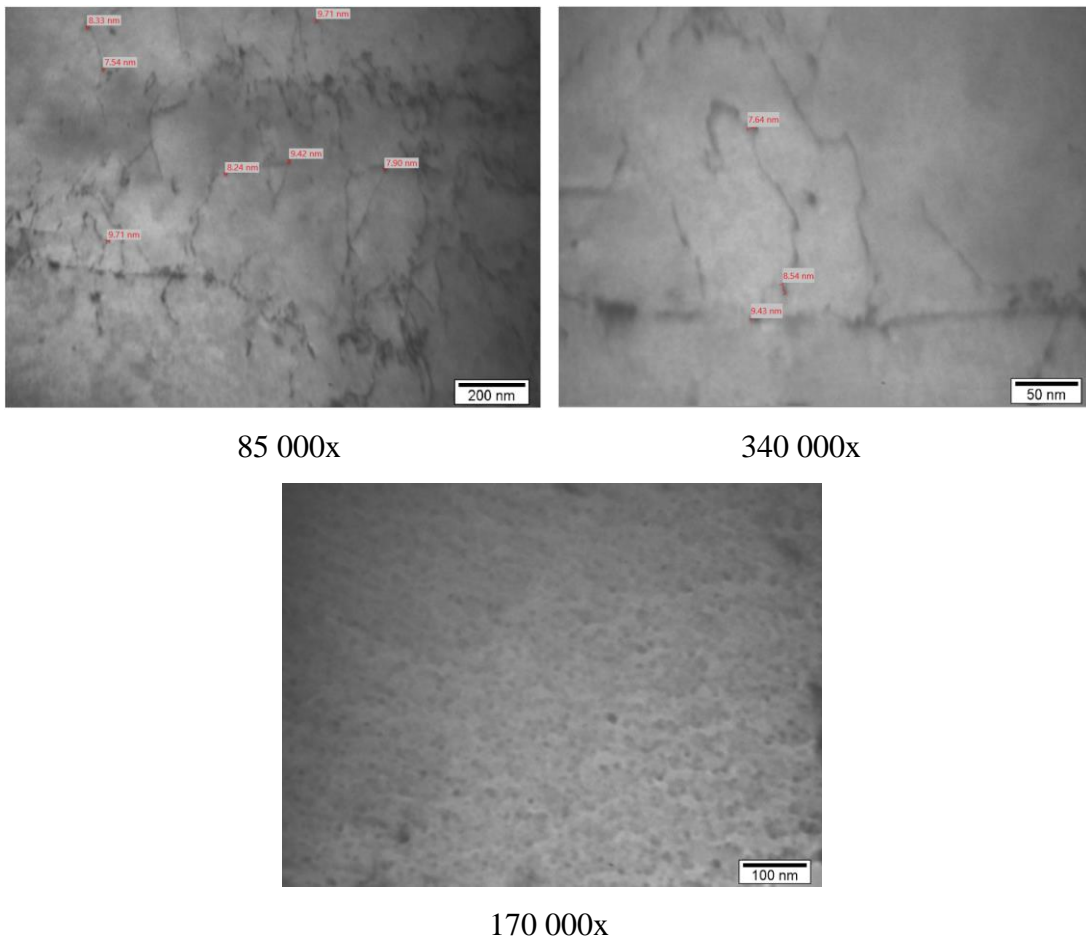
Slika 7-91. TEM mikrografije čelika s 0.048% Nb na Lüdersovoj fronti (pozicija 2) unutar zrna pri povećanjima 100 000x i 210 000x.



Slika 7-92. TEM mikrografije čelika s 0.048% Nb u poziciji 1 iza Lüdersove fronte pri povećanjima 21 000x, 50 000x i 100 000x.

U području iza Lüdersove fronte gdje je ispropagirala Lüdersova linija, prisutna je velika gustoća jednako usmjerenih dislokacija, slika 7-92. Pri većem povećanju od 100 000x vidljiva je i interakcija dislokacija s precipitatima, ali s jednakom usmjerenosti dislokacija.

Da bi se potvrdila prisutnost sitnih precipitata i njihova interakcija s dislokacijama, provedena je TEM analiza veličine precipitata koji dolaze u interakciju s dislokacijama stoga je na slici 7-93 prikazana interakcija sitnih niobijevih precipitata, u obliku karbida, nitrida i karbonitrida, veličine do 10 nm s dislokacijama.



Slika 7-93. TEM mikrografi prisutnih sitnih niobijevih precipitata i njihove interakcije s dislokacijama na Lüdersovoj fronti pri povećanjima 85 000x, 170 000x i 340 000x.

#### 7.4 Matematički modeli kod pojave i propagacije Lüdersove linije

Utjecaj analiziranih parametara kroz doktorsku disertaciju definiran je matematičkim modelima. Dobiveni matematički modeli korišteni su za opisivanje utjecaja analiziranih parametara ( $\varepsilon_{max}$ ,  $\Delta T_{max}$ ,  $\sigma$ ,  $\nu$ ) na formiranje i propagaciju Lüdersove linije. Korištenjem modela predviđa se ponašanje ispitivanog niobijem mikrolegiranoga čelika koji pokazuje pojavu Lüdersove linije na početku plastičnog toka. U tome slučaju moguće je poboljšanje kvalitete proizvoda te smanjenje troškova s obzirom da nisu nužno potrebna dodatna eksperimentalna ispitivanja kod ove vrste čelika da bi se ponovno pratilo ponašanje Lüdersove linije.

Odnos ulaznih i izlaznih parametara dobiven je definiranjem matematičkih modela u području pojave i propagacije Lüdersove linije, slika 6-15. U ovom radu prikazano je modeliranje izlaznih parametara  $\sigma$ ,  $\varepsilon_{max}$  i  $\Delta T_{max}$  primjenom matematičko statističke metode regresijske analize.

Matematičko-statistička metoda obrade eksperimentalno dobivenih rezultata odabrana je za dobivanje pouzdanih matematičkih modela s obzirom da se ovom metodom može s vrlo velikom točnošću opisati ponašanje Lüdersove linije.

Cilj modela je da bude što bliži ili gotovo identičan analiziranom procesu [122] stoga je za dobivanje odgovarajućeg matematičkog modela korištena regresijska analiza kojom je moguće definirati vezu između ovisno promjenjive veličine ( $y$ ) i neovisno promjenjivih ulaznih parametara procesa ( $x_i$ ).

S obzirom da je model, u ovom slučaju na početku istraživanja, bio potpuno nepoznat, pristupilo se modeliranju najjednostavnijim oblikom polinomske funkcije prvog reda koja se može prikazati u obliku jednadžbe (5-17). Model polinomske funkcije prvog reda pokazao se nedovoljno dobrim te se pristupilo izradi polinomske funkcije drugoga reda u općem obliku prema jednadžbi (5-18).

Ovom vrstom modela moguće je osigurati optimalnu aproksimaciju promjene veličine  $x_i$  pomoću funkcije  $\varphi(x)$ , odnosno iz mogućih regresijskih krivulja traži se ona koja najbolje aproksimira eksperimentalne rezultate ( $x_i$ ,  $y_i$ ) [122], [168].

Temeljem izvedenog eksperimenta i regresijske analize pomoću realnih regresijskih koeficijenata  $b_i, b_{ii}, b_{im}, b_{imk}$  dobiva se matematički model koji ima oblik jednadžbe (5-19). S obzirom na uvođenje realnih regresijskih koeficijenata dobiva se polinomski model drugog reda (5-23) koji je pokazao u ovom slučaju zadovoljavajuće rezultate. Na ovaj način oblik polinoma aproksimira određeni problem te se izračunavanje svodi na izračunavanje koeficijenata  $b_i$ . Za izbor matematičkog modela najvažniji kriterij predstavlja koeficijent višestruke regresije s obzirom da se na osnovi njega donosi odluka o najboljem matematičkom modelu. Koeficijent višestruke regresije može se smatrati dobrim pokazateljem za ocjenu adekvatnosti modela [122], [168].

Preko izračunatog koeficijenta višestruke regresije ( $R$ ) određuje se koeficijent determinacije ( $R^2$ ) koji određuje kvalitetu i pouzdanost matematičkog modela. Npr. ako je  $R^2 = 0.965$  to upućuje na činjenicu da se 96.5 % variabiliteta pripisuje varijabli  $x_i$ .

Očitavanjem ulaznih parametara pristupilo se statističkoj obradi rezultata eksperimenta da bi se dobili odgovarajući matematički modeli. Za statističku obradu rezultata eksperimenta odabran je Microsoft® Excel kojim bi se dobili matematički modeli zadovoljavajuće točnosti.

S obzirom na analizirane parametre u ovom radu izgled polinomskog modela drugog reda s interakcijskim članovima imat će sljedeće oblike kada je izlazni parametar  $\sigma$ :

- za pojavu i propagaciju Lüdersove linije kod  $v_2$  ( $0.007 \text{ s}^{-1}$ ):

$$y(\sigma) = b_0 + b_1 \Delta T_{max} + b_2 \varepsilon_{max} + b_{11} \Delta T_{max}^2 + b_{22} \varepsilon_{max}^2 + b_{12} \Delta T_{max} \varepsilon_{max}, \quad (7-1)$$

te za izlazne parametre  $\Delta T_{max}$  i  $\varepsilon_{max}$ :

- za pojavu i formiranje Lüdersove linije:

$$y(\varepsilon_{max}) = b_0 + b_1 \Delta T_{max} + b_2 \sigma + b_3 v + b_{11} \Delta T_{max}^2 + b_{22} \sigma^2 + b_{33} v^2 + b_{12} \Delta T_{max} \sigma + b_{13} \Delta T_{max} v + b_{23} \sigma v + b_{123} \Delta T_{max} \sigma v, \quad (7-2)$$

- za propagaciju Lüdersove linije:

$$y(\varepsilon_{max}) = b_0 + b_1 \Delta T_{max} + b_2 \sigma + b_3 v + b_{11} \Delta T_{max}^2 + b_{22} \sigma^2 + b_{33} v^2 + b_{12} \Delta T_{max} \sigma + b_{13} \Delta T_{max} v + b_{23} \sigma v + b_{123} \Delta T_{max} \sigma v, \quad (7-3)$$

i

$$y(\Delta T_{max}) = b_0 + b_1 \varepsilon_{max} + b_2 \sigma + b_3 v + b_{11} \varepsilon_{max}^2 + b_{22} \sigma^2 + b_{33} v^2 + b_{12} \varepsilon_{max} \sigma + b_{13} \varepsilon_{max} v + b_{23} \sigma v + b_{123} \varepsilon_{max} \sigma v, \quad (7-4)$$

Rezultati ulaznih parametara te eksperimentalnih rezultata izlaznog parametra  $\sigma$  kod formiranja i propagacije Lüdersove linije dobiveni očitavanjem rezultata prikazani su u tablici 7-3.

Tablica 7-3. Eksperimentalni rezultati ulaznih ( $\Delta T_{max}$ ,  $\varepsilon_{max}$ ) i izlaznog parametra  $\sigma$  dobiveni očitavanjem rezultata tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije pri brzini deformacije  $v_2$ .

Broj mjerenja	Formiranje Lüdersove linije			Propagacija Lüdersove linije		
	Ulazni parametri		Izlazni parametar	Ulazni parametri		Izlazni parametar
	$\Delta T_{max}$ (°C)	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	$\sigma$ (MPa)	$\Delta T_{max}$ (°C)	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	$\sigma$ (MPa)
1	-0.47	0.0076	543.3	1.37	0.0336	498.3
2	-0.35	0.0072	530.6	1.72	0.0374	498.3
3	0.17	0.0137	497.5	1.97	0.0378	500.6
4	0.17	0.0094	535.8	2.01	0.0316	531.1
5	0.42	0.0113	552.0	2.05	0.0300	522.6
6	0.67	0.0211	506.9	2.16	0.0412	512.3
7	1.07	0.0267	499.0	2.19	0.0388	510.0
8	1.23	0.0205	523.2	2.22	0.0398	510.8
9	1.37	0.0336	498.3	2.46	0.0386	540.7
10	1.67	0.0234	536.0	2.71	0.0373	521.3
11	2.01	0.0316	531.1	2.73	0.0416	545.9
12	2.05	0.0300	522.6	2.76	0.0434	549.3
13				2.80	0.0441	554.4
14				3.04	0.0427	528.5
15				3.30	0.0479	558.7
16				3.42	0.0439	524.5
17				3.65	0.0481	526.7
18				3.91	0.0492	521.2

Ukupni rezultati za drugi dio modeliranja ulaznih parametara te eksperimentalnih rezultata izlaznih parametara kod formiranja i propagacije Lüdersove linije dobivenih očitavanjem rezultata prikazani su u tablicama 7-4, 7-5 i 7-6.



Tablica 7-4. Eksperimentalni rezultati ulaznih ( $\Delta T_{max}$ ,  $\sigma$ ,  $\nu$ ) i izlaznog parametra  $\epsilon_{max}$  dobiveni očitavanjem rezultata tijekom formiranja Lüdersove linije.

Broj mjerenja	Ulazni parametri			Izlazni parametar	Broj mjerenja	Ulazni parametri			Izlazni parametar
	$\Delta T_{max}$ (°C)	$\sigma$ (MPa)	$\nu$ (s <sup>-1</sup> )	$\epsilon_{max}$ (mm/mm)		$\Delta T_{max}$ (°C)	$\sigma$ (MPa)	$\nu$ (s <sup>-1</sup> )	$\epsilon_{max}$ (mm/mm)
1	-0.59	489.4	0.0018	0.0057	19	0.67	506.9	0.0070	0.0211
2	-0.55	484.7	0.0018	0.0073	20	0.74	555.9	0.0185	0.0199
3	-0.47	493.3	0.0018	0.0060	21	0.80	512.6	0.0018	0.0308
4	-0.47	543.3	0.0070	0.0076	22	0.81	539.8	0.0018	0.0350
5	-0.44	508.3	0.0018	0.0069	23	0.99	545.3	0.0185	0.0227
6	-0.35	530.6	0.0070	0.0072	24	1.07	499.0	0.0070	0.0267
7	-0.31	545.6	0.0185	0.0059	25	1.23	523.2	0.0070	0.0205
8	-0.29	515.9	0.0018	0.0127	26	1.37	498.3	0.0070	0.0336
9	-0.28	516.9	0.0185	0.0080	27	1.51	539.5	0.0185	0.0325
10	-0.24	509.4	0.0185	0.0086	28	1.66	549.1	0.0185	0.0324
11	0.02	510.9	0.0018	0.0172	29	1.67	536.0	0.0070	0.0234
12	0.17	497.5	0.0070	0.0137	30	1.69	564.5	0.0185	0.0324
13	0.17	535.8	0.0070	0.0094	31	2.01	531.1	0.0070	0.0316
14	0.34	536.7	0.0018	0.0198	32	2.05	522.6	0.0070	0.0300
15	0.39	509.1	0.0018	0.0279	33	2.06	535.0	0.0185	0.0325
16	0.42	552.0	0.0070	0.0113	34	2.16	536.4	0.0185	0.0380
17	0.5	512.1	0.0018	0.0215	35	2.53	528.1	0.0185	0.0400
18	0.62	536.1	0.0018	0.0280	36	2.55	540.3	0.0185	0.0412

Tablica 7-5. Eksperimentalni rezultati ulaznih ( $\Delta T_{max}$ ,  $\sigma$ ,  $\nu$ ) i izlaznog parametra  $\varepsilon_{max}$  tijekom propagacije Lüdersove linije.

Broj mjerenja	Ulazni parametri			Izlazni parametar	Broj mjerenja	Ulazni parametri			Izlazni parametar
	$\Delta T_{max}$ (°C)	$\sigma$ (MPa)	$\nu$ (s <sup>-1</sup> )	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)		$\Delta T_{max}$ (°C)	$\sigma$ (MPa)	$\nu$ (s <sup>-1</sup> )	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)
1	0.35	508.6	0.0018	0.0309	28	2.27	510.8	0.0018	0.0405
2	0.39	509.1	0.0018	0.0279	29	2.46	540.7	0.0070	0.0386
3	0.61	509.8	0.0018	0.0325	30	2.55	535.6	0.0185	0.0392
4	0.75	511.4	0.0018	0.0331	31	2.71	521.3	0.0070	0.0373
5	0.80	512.6	0.0018	0.0308	32	2.73	545.9	0.0070	0.0416
6	0.81	539.8	0.0018	0.0350	33	2.76	549.3	0.0070	0.0434
7	0.98	543.3	0.0018	0.0379	34	2.80	554.4	0.0070	0.0441
8	1.00	509.7	0.0018	0.0336	35	2.86	529.0	0.0185	0.0378
9	1.11	510.1	0.0018	0.0344	36	3.03	526.7	0.0185	0.0414
10	1.18	549.0	0.0018	0.0432	37	3.04	528.5	0.0070	0.0427
11	1.19	547.3	0.0018	0.0409	38	3.08	539.2	0.0185	0.0408
12	1.37	498.3	0.0070	0.0336	39	3.30	558.7	0.0070	0.0479
13	1.46	545.3	0.0018	0.0448	40	3.35	540.5	0.0185	0.0429
14	1.50	510.6	0.0018	0.0363	41	3.39	533.4	0.0185	0.0424
15	1.55	510.5	0.0018	0.0368	42	3.42	524.5	0.0070	0.0439
16	1.72	498.3	0.0070	0.0374	43	3.60	527.9	0.0185	0.0432
17	1.82	509.7	0.0018	0.0377	44	3.62	545.5	0.0185	0.0449
18	1.91	510.8	0.0018	0.0386	45	3.65	526.7	0.0070	0.0481
19	1.97	500.6	0.0070	0.0378	46	3.74	531.3	0.0185	0.0442
20	2.01	531.1	0.0070	0.0316	47	3.84	535.7	0.0185	0.0429
21	2.05	522.6	0.0070	0.0300	48	3.86	557.2	0.0185	0.0476
22	2.06	534.6	0.0185	0.0402	49	3.91	521.2	0.0070	0.0492
23	2.07	549.0	0.0018	0.0455	50	4.05	546.0	0.0185	0.0463
24	2.16	512.3	0.0070	0.0412	51	4.08	561.6	0.0185	0.0480
25	2.16	528.1	0.0185	0.0324	52	4.12	537.4	0.0185	0.0436
26	2.19	510.0	0.0070	0.0388	53	4.18	530.9	0.0185	0.0473
27	2.22	510.8	0.0070	0.0398	54	4.22	544.7	0.0185	0.0447

Tablica 7-6. Eksperimentalni rezultati ulaznih ( $\varepsilon_{max}$ ,  $\sigma$ ,  $\nu$ ) i izlaznog parametra  $\Delta T_{max}$  dobiveni očitavanjem rezultata tijekom propagacije Lüdersove linije.

Broj mjerenja	Ulazni parametri			Izlazni parametar	Broj mjerenja	Ulazni parametri			Izlazni parametar
	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	$\sigma$ (MPa)	$\nu$ (s <sup>-1</sup> )	$\Delta T_{max}$ (°C)		$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	$\sigma$ (MPa)	$\nu$ (s <sup>-1</sup> )	$\Delta T_{max}$ (°C)
1	0.0309	508.6	0.0018	0.35	28	0.0405	510.8	0.0018	2.27
2	0.0279	509.1	0.0018	0.39	29	0.0386	540.7	0.0070	2.46
3	0.0325	509.8	0.0018	0.61	30	0.0392	535.6	0.0185	2.55
4	0.0331	511.4	0.0018	0.75	31	0.0373	521.3	0.0070	2.71
5	0.0308	512.6	0.0018	0.80	32	0.0416	545.9	0.0070	2.73
6	0.0350	539.8	0.0018	0.81	33	0.0434	549.3	0.0070	2.76
7	0.0379	543.3	0.0018	0.98	34	0.0441	554.4	0.0070	2.80
8	0.0336	509.7	0.0018	1.00	35	0.0378	529.0	0.0185	2.86
9	0.0344	510.1	0.0018	1.11	36	0.0414	526.7	0.0185	3.03
10	0.0432	549.0	0.0018	1.18	37	0.0427	528.5	0.0070	3.04
11	0.0409	547.3	0.0018	1.19	38	0.0408	539.2	0.0185	3.08
12	0.0336	498.3	0.0070	1.37	39	0.0479	558.7	0.0070	3.30
13	0.0448	545.3	0.0018	1.46	40	0.0429	540.5	0.0185	3.35
14	0.0363	510.6	0.0018	1.50	41	0.0424	533.4	0.0185	3.39
15	0.0368	510.5	0.0018	1.55	42	0.0439	524.5	0.0070	3.42
16	0.0374	498.3	0.0070	1.72	43	0.0432	527.9	0.0185	3.60
17	0.0377	509.7	0.0018	1.82	44	0.0449	545.5	0.0185	3.62
18	0.0386	510.8	0.0018	1.91	45	0.0481	526.7	0.0070	3.65
19	0.0378	500.6	0.0070	1.97	46	0.0442	531.3	0.0185	3.74
20	0.0316	531.1	0.0070	2.01	47	0.0429	535.7	0.0185	3.84
21	0.0300	522.6	0.0070	2.05	48	0.0476	557.2	0.0185	3.86
22	0.0402	534.6	0.0185	2.06	49	0.0492	521.2	0.0070	3.91
23	0.0455	549.0	0.0018	2.07	50	0.0463	546.0	0.0185	4.05
24	0.0412	512.3	0.0070	2.16	51	0.0480	561.6	0.0185	4.08
25	0.0324	528.1	0.0185	2.16	52	0.0436	537.4	0.0185	4.12
26	0.0388	510.0	0.0070	2.19	53	0.0473	530.9	0.0185	4.18
27	0.0398	510.8	0.0070	2.22	54	0.0447	544.7	0.0185	4.22

#### 7.4.1 Matematički model za $\sigma$ kod formiranja Lüdersove linije

*Polinomski model drugog reda s interakcijskim članovima*

Očitavanjem ulaznih parametara ( $\Delta T_{max}$ ,  $\varepsilon_{max}$ ) te eksperimentalnih rezultata izlaznog parametra  $\sigma$  pri  $\nu_2$  (0.007 s<sup>-1</sup>) kod formiranja Lüdersove linije, tablica 7-3, izvršena je obrada podataka regresijskom analizom u Microsoft<sup>®</sup> Excel-u. Dobiveni rezultati analize prikazani su u

tablici 7-7 pri čemu su crvenom bojom označene značajnije vrijednosti kao što su koeficijenti modela i koeficijent determinacije ( $R^2$ ).

Tablica 7-7. Rezultati regresijske analize za  $\sigma$  dobiveni pomoću Excela tijekom formiranja Lüdersove linije pri  $v_2$ .

Regression Statistics									
Multiple R		0.880765							
<b>R Square</b>		<b>0.775746</b>							
Adjusted R Square		0.588868							
Standard Error		11.92435							
Observations		12							

		<i>Coefficients</i>	<i>Standard Error</i>	<i>t Stat</i>	<i>P-value</i>	<i>Lower 95%</i>	<i>Upper 95%</i>	<i>Lower 95.0%</i>	<i>Upper 95.0%</i>
<b>Intercept</b>	<b>Intercept</b>	<b>622.9334</b>	39.42517	15.8004	4.08E-06	526.4635	719.4033	526.4635	719.4033
<b>b1</b>	$\Delta T_{max}$	<b>75.94536</b>	68.09228	1.11533	0.307377	-90.6705	242.5612	-90.6705	242.5612
<b>b2</b>	$\varepsilon_{max}$	<b>-12078.3</b>	6424.523	-1.88004	0.109149	-27798.6	3641.894	-27798.6	3641.894
<b>b11</b>	$\Delta T_{max}^2$	<b>26.28079</b>	46.338	0.567154	0.59118	-87.1042	139.6658	-87.1042	139.6658
<b>b22</b>	$\varepsilon_{max}^2$	<b>281771</b>	284983.5	0.988727	0.360977	-415559	979100.5	-415559	979100.5
<b>b12</b>	$\Delta T_{max}\varepsilon_{max}$	<b>-4063.16</b>	7143.782	-0.56877	0.590152	-21543.4	13417.05	-21543.4	13417.05

Iz provedene regresijske analize, tablica 7-7, može se uočiti zadovoljavajuća vrijednost koeficijenta višestruke regresije  $R = 0.880765$  što ukazuje da model zadovoljavajuće opisuje izlazni parametar  $\sigma$  kod formiranja Lüdersove linije pri  $v_2$ . Koeficijent determinacije  $R^2 = 0.775746$  zadovoljavajuće je vrijednosti što potvrđuje da se model kao takav može primijeniti za opisivanje izlaznog parametra  $\sigma$  pomoću ulaznih parametara  $\Delta T_{max}$  i  $\varepsilon_{max}$ . Provedenom regresijskom analizom matematički model za  $\sigma$  kod pojave i formiranja Lüdersove linije pri  $v_2$  može se prikazati u sljedećem obliku:

$$\sigma = 622.9334 + 75.945\Delta T_{max} - 12078.3\varepsilon_{max} + 26.281\Delta T_{max}^2 + 281771\varepsilon_{max}^2 - 4063.16\Delta T_{max}\varepsilon_{max} \quad (7-5)$$

#### 7.4.2 Matematički model za $\sigma$ kod propagacije Lüdersove linije

*Polinomski model drugog reda s interakcijskim članovima*

Osim dobivenog matematičkog modela za izlazni parametar  $\sigma$  tijekom formiranja Lüdersove linije, dobiven je i matematički model tijekom propagacije Lüdersove linije. Izvršena je, kao i u prethodnom slučaju, obrada podataka regresijskom analizom u Microsoft® Excel-u.

Dobiveni rezultati analize prikazani su u tablici 7-8 pri čemu su crvenom bojom označene značajnije vrijednosti koeficijenata modela i koeficijent determinacije ( $R^2$ ).

Tablica 7-8. Rezultati regresijske analize za  $\sigma$  dobiveni pomoću Excela tijekom propagacije Lüdersove linije pri  $v_2$ .

<i>Regression Statistics</i>									
Multiple R		0.870934							
<b>R Square</b>		<b>0.758526</b>							
Adjusted R Square		0.657912							
Standard Error		10.95673							
Observations		18							

		<i>Coefficients</i>	<i>Standard Error</i>	<i>t Stat</i>	<i>P-value</i>	<i>Lower 95%</i>	<i>Upper 95%</i>	<i>Lower 95.0%</i>	<i>Upper 95.0%</i>
<b>Intercept</b>	<b>Intercept</b>	<b>640.8939</b>	172.6316	3.712494	0.002967	264.7619	1017.026	264.7619	1017.026
<b>b1</b>	$\Delta T_{max}$	<b>-90.392</b>	139.3768	-0.64854	0.528849	-394.068	213.2841	-394.068	213.2841
<b>b2</b>	$\varepsilon_{max}$	<b>-1049.07</b>	15787.02	-0.06645	0.948113	-35446	33347.89	-35446	33347.89
<b>b11</b>	$\Delta T_{max}^2$	<b>-86.8013</b>	30.96438	-2.80326	0.015947	-154.267	-19.3357	-154.267	-19.3357
<b>b22</b>	$\varepsilon_{max}^2$	<b>-399310</b>	415646.3	-0.9607	0.355664	-1304925	506305.7	-1304925	506305.7
<b>b12</b>	$\Delta T_{max}\varepsilon_{max}$	<b>13425.72</b>	7230.849	1.856728	0.088057	-2328.95	29180.39	-2328.95	29180.39

Tablica 7-8 provedene regresijske analize prikazuje zadovoljavajuću vrijednost koeficijenta višestruke regresije  $R = 0.870934$  što ukazuje da model zadovoljavajuće opisuje izlazni parametar  $\sigma$  kod propagacije Lüdersove linije pri  $v_2$ . Koeficijent determinacije  $R^2 = 0.758526$  zadovoljavajuće je vrijednosti što potvrđuje da se model može primijeniti kao takav za opisivanje izlaznog parametra  $\sigma$  pomoću ulaznih parametara  $\Delta T_{max}$  i  $\varepsilon_{max}$ .

Iz tog se razloga matematički model za  $\sigma$  kod propagacije Lüdersove linije pri brzini deformacije  $v_2$  može prikazati u sljedećem obliku:

$$\sigma = 640.894 - 90.392\Delta T_{max} - 1049.07\varepsilon_{max} - 86.8013\Delta T_{max}^2 - 399310\varepsilon_{max}^2 + 13425.7\Delta T_{max}\varepsilon_{max} \quad (7-6)$$

Zadovoljavajući koeficijenti determinacije potvrđuju dobru adekvatnost i pouzdanost dobivenih matematičkih modela izlaznog parametra  $\sigma$  kod formiranja (7-5) i propagacije Lüdersove linije (7-6) na početku plastičnog toka niobijem mikrolegiranoga čelika.

### 7.4.3 Matematički model za $\varepsilon_{max}$ kod formiranja Lüdersove linije

*Polinomski model drugog reda s interakcijskim članovima*

Da bi se dobio utjecaj preostalih parametara na formiranje i propagaciju Lüdersove linije, očitavani su ulazni parametri ( $\Delta T_{max}$ ,  $\sigma$ ,  $\nu$ ) te eksperimentalni rezultati izlaznog parametra  $\varepsilon_{max}$ , tablica 7-4. Izvršena je obrada podataka regresijskom analizom u Microsoft® Excel-u. Dobiveni rezultati analize prikazani su u tablici 7-9, pri čemu su crvenom bojom označene značajnije vrijednosti kao i u prethodnim slučajevima za koeficijente modela i koeficijente determinacije ( $R^2$ ).

Tablica 7-9. Rezultati regresijske analize za  $\varepsilon_{max}$  dobiveni pomoću Excela tijekom formiranja Lüdersove linije.

<i>Regression Statistics</i>									
Multiple R		0.976787							
<b>R Square</b>		<b>0.954113</b>							
Adjusted R Square		0.935758							
Standard Error		0.002872							
Observations		36							

		<i>Coefficients</i>	<i>Standard Error</i>	<i>t Stat</i>	<i>P-value</i>	<i>Lower 95%</i>	<i>Upper 95%</i>	<i>Lower 95.0%</i>	<i>Upper 95.0%</i>
<b>Intercept</b>	<b>Intercept</b>	<b>1.039822</b>	0.533524	1.948971	0.062605	-0.05899	2.138635	-0.05899	2.138635
<b>b1</b>	$\Delta T_{max}$	<b>0.178056</b>	0.042063	4.233046	0.000272	0.091425	0.264687	0.091425	0.264687
<b>b2</b>	$\sigma$	<b>-0.00404</b>	0.002084	-1.93674	0.064157	-0.00833	0.000256	-0.00833	0.000256
<b>b3</b>	$\nu$	<b>4.86602</b>	3.599218	1.351966	0.188492	-2.54671	12.27875	-2.54671	12.27875
<b>b11</b>	$\Delta T_{max}^2$	<b>-0.00078</b>	0.000923	-0.84723	0.404907	-0.00268	0.001119	-0.00268	0.001119
<b>b22</b>	$\sigma^2$	<b>4.01E-06</b>	2.04E-06	1.967307	0.060338	-1.9E-07	8.2E-06	-1.9E-07	8.2E-06
<b>b33</b>	$\nu^2$	<b>144.5583</b>	23.57159	6.132735	2.07E-06	96.01173	193.1049	96.01173	193.1049
<b>b12</b>	$\Delta T_{max}\sigma$	<b>-0.00031</b>	8.14E-05	-3.86696	0.000697	-0.00048	-0.00015	-0.00048	-0.00015
<b>b13</b>	$\Delta T_{max}\nu$	<b>-8.80753</b>	3.383975	-2.60272	0.01533	-15.777	-1.83811	-15.777	-1.83811
<b>b23</b>	$\sigma\nu$	<b>-0.01577</b>	0.007096	-2.2225	0.035526	-0.03039	-0.00116	-0.03039	-0.00116
<b>b123</b>	$\Delta T_{max}\sigma\nu$	<b>0.016899</b>	0.006363	2.655847	0.013573	0.003794	0.030005	0.003794	0.030005

Iz provedene regresijske analize, tablica 7-9, može se uočiti vrlo visoka vrijednost koeficijenta višestruke regresije  $R = 0.976787$  što ukazuje da model jako dobro opisuje izlazni parametar  $\varepsilon_{max}$  kod formiranja Lüdersove linije. Koeficijent determinacije  $R^2 = 0.954113$  vrlo je visok što potvrđuje da se model može primijeniti kao takav za opisivanje izlaznog parametra  $\varepsilon_{max}$  pomoću ulaznih parametara  $\Delta T_{max}$ ,  $\sigma$  i  $\nu$ . Provedenom regresijskom analizom matematički model za  $\varepsilon_{max}$  kod formiranja Lüdersove linije može se prikazati u sljedećem obliku:

$$\varepsilon_{max} = 1.0398 + 0.178\Delta T_{max} - 0.004\sigma + 4.866\nu - 0.00078\Delta T_{max}^2 + 0.00000401\sigma^2 + 144.558\nu^2 - 0.00031\Delta T_{max}\sigma - 8.807\Delta T_{max}\nu - 0.01577\sigma\nu + 0.0169\Delta T_{max}\sigma\nu \quad (7-7)$$

#### 7.4.4 Matematički model za $\varepsilon_{max}$ i $\Delta T_{max}$ kod propagacije Lüdersove linije

*Polinomski model drugog reda za  $\varepsilon_{max}$  s interakcijskim članovima*

Osim kod formiranja Lüdersove linije, izvršena je obrada podataka regresijskom analizom u Microsoft® Excel-u tijekom propagacije Lüdersove linije. Cilj je bio dobivanje dva različita matematička modela pomoću očitanih vrijednosti za prvi slučaj izlaznog parametra  $\varepsilon_{max}$ , tablica 7-5 te za drugi slučaj izlaznog parametra  $\Delta T_{max}$ , tablica 7-6. Dobiveni rezultati analize za prvi slučaj izlaznog parametra  $\varepsilon_{max}$  u ovisnosti od ulaznih parametara  $\Delta T_{max}$ ,  $\sigma$  i  $v$  prikazani su u tablici 7-10 pri čemu su crvenom bojom označene vrijednosti koeficijenata modela i koeficijent determinacije ( $R^2$ ).

Tablica 7-10. Rezultati regresijske analize za  $\varepsilon_{max}$  dobiveni pomoću Excela tijekom propagacije Lüdersove linije.

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.948026
<b>R Square</b>	<b>0.898753</b>
Adjusted R Square	0.875208
Standard Error	0.001883
Observations	54

		<i>Coefficients</i>	<i>Standard Error</i>	<i>t Stat</i>	<i>P-value</i>	<i>Lower 95%</i>	<i>Upper 95%</i>	<i>Lower 95.0%</i>	<i>Upper 95.0%</i>
<b>Intercept</b>	<b>Intercept</b>	<b>3.03629</b>	0.60777	4.995785	1.03E-05	1.810604	4.261976	1.810604	4.261976
<b>b1</b>	<b><math>\Delta T_{max}</math></b>	<b>0.073177</b>	0.021013	3.482511	0.001154	0.030801	0.115553	0.030801	0.115553
<b>b2</b>	<b><math>\sigma</math></b>	<b>-0.01168</b>	0.002311	-5.05607	8.42E-06	-0.01634	-0.00702	-0.01634	-0.00702
<b>b3</b>	<b><math>v</math></b>	<b>-16.1196</b>	10.77093	-1.49658	0.141806	-37.8413	5.602049	-37.8413	5.602049
<b>b11</b>	<b><math>\Delta T_{max}^2</math></b>	<b>0.001066</b>	0.000449	2.374806	0.02209	0.000161	0.001972	0.000161	0.001972
<b>b22</b>	<b><math>\sigma^2</math></b>	<b>1.14E-05</b>	2.2E-06	5.166131	5.86E-06	6.92E-06	1.58E-05	6.92E-06	1.58E-05
<b>b33</b>	<b><math>v^2</math></b>	<b>50.72084</b>	19.76536	2.566148	0.01385	10.86019	90.58149	10.86019	90.58149
<b>b12</b>	<b><math>\Delta T_{max}\sigma</math></b>	<b>-0.00014</b>	4.15E-05	-3.26356	0.002161	-0.00022	-5.2E-05	-0.00022	-5.2E-05
<b>b13</b>	<b><math>\Delta T_{max}v</math></b>	<b>4.291712</b>	2.81389	1.525188	0.134534	-1.38304	9.966462	-1.38304	9.966462
<b>b23</b>	<b><math>\sigma v</math></b>	<b>0.028723</b>	0.020612	1.393511	0.170627	-0.01285	0.070292	-0.01285	0.070292
<b>b123</b>	<b><math>\Delta T_{max}\sigma v</math></b>	<b>-0.00836</b>	0.005219	-1.60213	0.116449	-0.01889	0.002164	-0.01889	0.002164

Iz provedene regresijske analize, tablica 7-10, može se uočiti vrlo visoka vrijednost koeficijenta višestruke regresije  $R = 0.948026$  što ukazuje da model vrlo dobro opisuje izlazni parametar  $\varepsilon_{max}$  kod propagacije Lüdersove linije. Koeficijent determinacije  $R^2 = 0.898753$  potvrđuje da se model može primijeniti kao takav za opisivanje izlaznog parametra  $\varepsilon_{max}$  pomoću ulaznih parametara  $\Delta T_{max}$ ,  $\sigma$  i  $v$ . Provedenom regresijskom analizom matematički model za  $\varepsilon_{max}$  kod propagacije Lüdersove linije može se prikazati u sljedećem obliku:

$$\varepsilon_{max} = 3.036 + 0.0732\Delta T_{max} - 0.01168\sigma - 16.120v + 0.00107\Delta T_{max}^2 + 0.000011\sigma^2 + 50.721v^2 - 0.00014\Delta T_{max}\sigma + 4.2917\Delta T_{max}v + 0.0287\sigma v - 0.00836\Delta T_{max}\sigma v \quad (7-8)$$

Polinomski model drugog reda za  $\Delta T_{max}$  s interakcijskim članovima

Za područje propagacije Lüdersove linije dobiven je matematički model koji opisuje izlazni parametar  $\Delta T_{max}$  u ovisnosti od ulaznih parametara  $\varepsilon_{max}$ ,  $\sigma$  i  $v$ . Dobiveni rezultati analize za drugi slučaj izlaznog parametra  $\Delta T_{max}$  prikazani su u tablici 7-11.

Tablica 7-11. Rezultati regresijske analize za  $\Delta T_{max}$  dobiveni pomoću Excela tijekom propagacije Lüdersove linije.

Regression Statistics									
Multiple R		0.968328							
R Square		0.937659							
Adjusted R Square		0.923161							
Standard Error		0.311075							
Observations		54							

		Coefficients	Standard Error	t Stat	P-value	Lower 95%	Upper 95%	Lower 95.0%	Upper 95.0%
Intercept	Intercept	-309.167	108.7636	-2.84256	0.006819	-528.509	-89.82382522	-528.509	-89.8238
b1	$\varepsilon_{max}$	48.76196	645.8507	0.0755	0.940167	-1253.72	1351.244108	-1253.72	1351.244
b2	$\sigma$	1.181132	0.429402	2.750642	0.008668	0.31516	2.047104427	0.31516	2.047104
b3	$v$	2310.75	3758.849	0.614749	0.54196	-5269.69	9891.191257	-5269.69	9891.191
b11	$\varepsilon_{max}^2$	1210.471	2078.357	0.582418	0.563327	-2980.93	5401.876884	-2980.93	5401.877
b22	$\sigma^2$	-0.00113	0.000434	-2.61142	0.012366	-0.00201	-0.000258275	-0.00201	-0.00026
b33	$v^2$	-10906.6	1934.444	-5.63811	1.23E-06	-14807.8	-7005.436028	-14807.8	-7005.44
b12	$\varepsilon_{max}\sigma$	-0.03997	1.386568	-0.02883	0.977134	-2.83625	2.756307435	-2.83625	2.756307
b13	$\varepsilon_{max}v$	-77240.3	85378.54	-0.90468	0.370676	-249423	94941.91843	-249423	94941.92
b23	$\sigma v$	-3.84797	7.113851	-0.54091	0.591359	-18.1944	10.49847759	-18.1944	10.49848
b123	$\varepsilon_{max}\sigma v$	146.6901	160.8438	0.912003	0.366852	-177.682	471.0625426	-177.682	471.0625

Regresijska analiza, tablica 7-11, izlaznog parametra  $\Delta T_{max}$  tijekom propagacije Lüdersove linije pokazala je vrlo visoku vrijednost koeficijenta višestruke regresije  $R = 0.968328$  što ukazuje da model vrlo dobro opisuje izlazni parametar  $\Delta T_{max}$  tijekom propagacije Lüdersove linije. Koeficijent determinacije  $R^2 = 0.937659$  upućuje da se model može primijeniti kao takav za opisivanje izlaznog parametra  $\Delta T_{max}$  pomoću ulaznih parametara  $\varepsilon_{max}$ ,  $\sigma$  i  $v$ . Provedenom regresijskom analizom matematički model za  $\Delta T_{max}$  tijekom propagacije Lüdersove linije može se prikazati u sljedećem obliku:

$$\Delta T_{max} = -309.167 + 48.762\varepsilon_{max} + 1.1811\sigma + 2310.75v + 1210.47\varepsilon_{max}^2 - 0.00113\sigma^2 - 10906.6v^2 - 0.03997\varepsilon_{max}\sigma - 77240.3\varepsilon_{max}v - 3.848\sigma v + 146.69\varepsilon_{max}\sigma v \quad (7-9)$$



Visoki koeficijenti determinacije potvrđuju vrlo dobru adekvatnost i pouzdanost dobivenih matematičkih modela za izlazne parametre  $\varepsilon_{max}$  i  $\Delta T_{max}$  tijekom formiranja (7-7) i propagacije Lüdersove linije (7-8), (7-9) na početku plastičnog toka niobijem mikrolegiranoga čelika. Visoka pouzdanost dobivenih matematičkih modela potvrđena je i dokazana malim odstupanjima eksperimentalno izmjerenih rezultata od rezultata dobivenih matematičkim modelom. Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih modelima za izlazne veličine  $\sigma$  i  $\varepsilon_{max}$  tijekom formiranja Lüdersove linije te izlaznih veličina  $\sigma$ ,  $\varepsilon_{max}$  i  $\Delta T_{max}$  tijekom propagacije Lüdersove linije, prikazane su u tablicama 7-12 do 7-14.

Tablica 7-12. Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih modelom za  $\sigma$  tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije pri brzini deformacije  $v_2$ .

Broj mjerenja	Formiranje Lüdersove linije		Propagacija Lüdersove linije	
	Eksperimentalni rezultati	Rezultati polinomskog modela	Eksperimentalni rezultati	Rezultati polinomskog modela
	$\sigma$ (MPa)	$\sigma$ (MPa)	$\sigma$ (MPa)	$\sigma$ (MPa)
1	543.3	532.0	522.6	525.6
2	552.0	539.7	521.3	520.9
3	536.0	535.9	528.5	533.8
4	522.6	530.4	524.5	516.6
5	497.5	514.6	526.7	537.3
6	506.9	498.8	521.2	525.0
7	499.0	496.6	498.3	486.1
8	498.3	501.5	498.3	494.5
9	530.6	537.5	500.6	515.5
10	535.8	541.5	510.0	525.6
11	523.2	524.5	510.8	524.4
12	531.1	523.4	512.3	514.4
13			531.1	529.4
14			540.7	532.7
15			545.9	537.3
16			549.3	540.7
17			554.4	542.2
18			558.7	553.1
Srednje odstupanje dobivenih modela od eksperimentalnih rezultata		1.34%		1.65%

Tablica 7-13. Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih modelom za  $\varepsilon_{max}$  tijekom formiranja Lüdersove linije.

Broj mjerenja	Eksperimentalni rezultati		Rezultati polinomskog modela		
	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	Broj mjerenja	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	
1	0.0073	0.0060	19	0.0267	
2	0.0127	0.0133	20	0.0336	
3	0.0198	0.0242	21	0.0072	
4	0.0280	0.0266	22	0.0094	
5	0.0350	0.0283	23	0.0205	
6	0.0057	0.0050	24	0.0316	
7	0.0069	0.0096	25	0.0059	
8	0.0172	0.0179	26	0.0199	
9	0.0279	0.0242	27	0.0324	
10	0.0060	0.0079	28	0.0380	
11	0.0215	0.0257	29	0.0400	
12	0.0308	0.0303	30	0.0086	
13	0.0076	0.0053	31	0.0325	
14	0.0113	0.0153	32	0.0325	
15	0.0234	0.0251	33	0.0080	
16	0.0300	0.0324	34	0.0227	
17	0.0137	0.0122	35	0.0324	
18	0.0211	0.0188	36	0.0412	
Srednje odstupanje dobivenih modela od eksperimentalnih rezultata					12.37%

U svrhu provjere dobivenih matematičkih modela za izlazne parametre tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije provedeni su potvrdni testovi (*eng. Confirmation test*). Potvrdni testovi pokazuju funkcionalnost dobivenih modela na nasumično odabranim točkama što je prikazano u tablicama 7-15 do 7-16.

Tablica 7-14. Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih modelom za  $\varepsilon_{max}$  i  $\Delta T_{max}$  tijekom propagacije Lüdersove linije.

Broj eksperimenta	Eksperimentalni rezultati		Rezultati polinomskog modela		Broj eksperimenta	Eksperimentalni rezultati		Rezultati polinomskog modela	
	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	$\Delta T_{max}$ (°C)	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	$\Delta T_{max}$ (°C)		$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	$\Delta T_{max}$ (°C)	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	$\Delta T_{max}$ (°C)
1	0.0350	0.81	0.0369	0.90	28	0.0388	2.19	0.0373	2.41
2	0.0379	0.98	0.0390	1.09	29	0.0398	2.22	0.0373	2.54
3	0.0409	1.19	0.0416	1.25	30	0.0412	2.16	0.0363	2.75
4	0.0432	1.18	0.0426	1.46	31	0.0316	2.01	0.0345	1.81
5	0.0448	1.46	0.0408	1.89	32	0.0386	2.46	0.0388	2.41
6	0.0455	2.07	0.0443	1.78	33	0.0416	2.73	0.0415	2.63
7	0.0279	0.39	0.0298	0.42	34	0.0434	2.76	0.0430	2.75
8	0.0309	0.35	0.0297	0.69	35	0.0441	2.80	0.0457	2.58
9	0.0325	0.61	0.0309	0.89	36	0.0479	3.30	0.0490	2.96
10	0.0331	0.75	0.0315	0.99	37	0.0324	2.16	0.0357	2.03
11	0.0336	1.00	0.0333	1.00	38	0.0378	2.86	0.0391	2.68
12	0.0368	1.55	0.0369	1.37	39	0.0414	3.03	0.0401	3.09
13	0.0308	0.80	0.0316	0.78	40	0.0432	3.60	0.0438	3.36
14	0.0344	1.11	0.0339	1.09	41	0.0442	3.74	0.0441	3.59
15	0.0363	1.50	0.0365	1.31	42	0.0473	4.18	0.0473	4.05
16	0.0377	1.82	0.0392	1.50	43	0.0402	2.06	0.0374	3.05
17	0.0386	1.91	0.0396	1.58	44	0.0424	3.39	0.0418	3.36
18	0.0405	2.27	0.0427	1.81	45	0.0429	3.84	0.0441	3.46
19	0.0300	2.05	0.0340	1.74	46	0.0436	4.12	0.0454	3.59
20	0.0373	2.71	0.0388	2.49	47	0.0447	4.22	0.0453	3.79
21	0.0427	3.04	0.0405	3.18	48	0.0463	4.05	0.0447	4.08
22	0.0439	3.42	0.0441	3.33	49	0.0392	2.55	0.0388	2.90
23	0.0481	3.65	0.0457	3.93	50	0.0408	3.08	0.0410	3.14
24	0.0492	3.91	0.0500	4.01	51	0.0429	3.35	0.0421	3.48
25	0.0336	1.37	0.0341	1.38	52	0.0449	3.62	0.0436	3.82
26	0.0374	1.72	0.0376	1.71	53	0.0476	3.86	0.0471	4.18
27	0.0378	1.97	0.0390	1.88	54	0.0480	4.08	0.0485	4.13
Srednje odstupanje dobivenih modela od eksperimentalnih rezultata								3.37%	11.90%

Tablica 7-15. Provjera matematičkog modela potvrdnim testom za  $\sigma$  tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije pri brzini deformacije  $v_2$ .

Broj mjerenja	Formiranje Lüdersove linije		Propagacija Lüdersove linije	
	Eksperimentalni rezultati (izlazni parametar)	Rezultati polinomskog modela	Eksperimentalni rezultati (izlazni parametar)	Rezultati polinomskog modela
	$\sigma$ (MPa)	$\sigma$ (MPa)	$\sigma$ (MPa)	$\sigma$ (MPa)
1	557	558.7	525.2	523.8
2	533.4	515.5	514.2	522.4
3	534.6	560.4	557.3	547.0
4	535.6	524.5		
Srednje odstupanje dobivenih modela od eksperimentalnih rezultata		2.64%		1.24%

Tablica 7-16. Provjera matematičkog modela potvrdnim testom za  $\varepsilon_{max}$  tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije te  $\Delta T_{max}$  tijekom propagacije Lüdersove linije.

Broj mjerenja	Formiranje Lüdersove linije		Propagacija Lüdersove linije		Propagacija Lüdersove linije	
	Eksperimentalni rezultati (izlazni parametar)	Rezultati polinomskog modela	Eksperimentalni rezultati (izlazni parametar)	Rezultati polinomskog modela	Eksperimentalni rezultati (izlazni parametar)	Rezultati polinomskog modela
	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	$\varepsilon_{max}$ (mm/mm)	$\Delta T_{max}$ (°C)	$\Delta T_{max}$ (°C)
1	0.0166	0.0215	0.0455	0.0417	2.02	2.07
2	0.0199	0.0232	0.0355	0.0341	1.15	1.22
3	0.0415	0.0441	0.0393	0.0403	2.07	1.71
4	0.0392	0.0362	0.0491	0.0485	3.91	4.06
5			0.0404	0.0363	2.22	2.72
6			0.0457	0.0478	3.07	2.66
7			0.0467	0.0466	4.05	3.92
8			0.0450	0.0450	4.12	3.83
9			0.0480	0.0485	4.01	4.15
Srednje odstupanje dobivenih modela od eksperimentalnih rezultata		15.04%		3.59%		8.82%

## 8. RASPRAVA REZULTATA ISPITIVANJA

U istraživanju su prema planu ispitivanja odabrani uzorci niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.035%, 0.048% i 0.060% Nb. Uz niobijem mikrolegirane čelike ispitivan je i niskougljični čelik bez dodatka mikrolegirajućega elementa niobija (0% Nb). Ispitivanja su provedena paralelnim ispitivanjem metodama termografije, digitalne korelacije slike i statičkog vlačnog pokusa da bi se pojasnilo ponašanje ispitivanih čelika na početku plastičnog toka tijekom hladne deformacije s naglaskom na pojavi nehomogenih deformacija, odnosno Lüdersovih linija.

Prema postavljenim ciljevima istraživanja utvrđen je utjecaj različitog sadržaja mikrolegirajućega elementa niobija u čeliku na pojavu i propagaciju Lüdersove linije. Uz različit sadržaj niobija provedeno je detaljno istraživanje utjecaja brzine deformacije i početne mikrostrukture na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija te iznos Lüdersove deformacije. S obzirom na postavljene pretpostavke utvrđivan je detaljan utjecaj niobijevih precipitata kod ispitivanog niobijem mikrolegiranoga čelika na pojavu i propagaciju Lüdersovih linija.

Detaljno su istraženi i postavljeni mehanizmi formiranja i propagacije Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranoga čelika. Postavljen je matematički model za pojavu Lüdersove linije matematičkim opisivanjem utjecaja analiziranih parametara ( $\epsilon_{max}$ ,  $\Delta T_{max}$ ,  $\sigma$ ,  $\nu$ ) kod formiranja i propagacije Lüdersove linije metodom regresijske analize.

### 8.1 Pojava Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranoga čelika

#### 8.1.1 Utjecaj niobija na pojavu Lüdersove linije

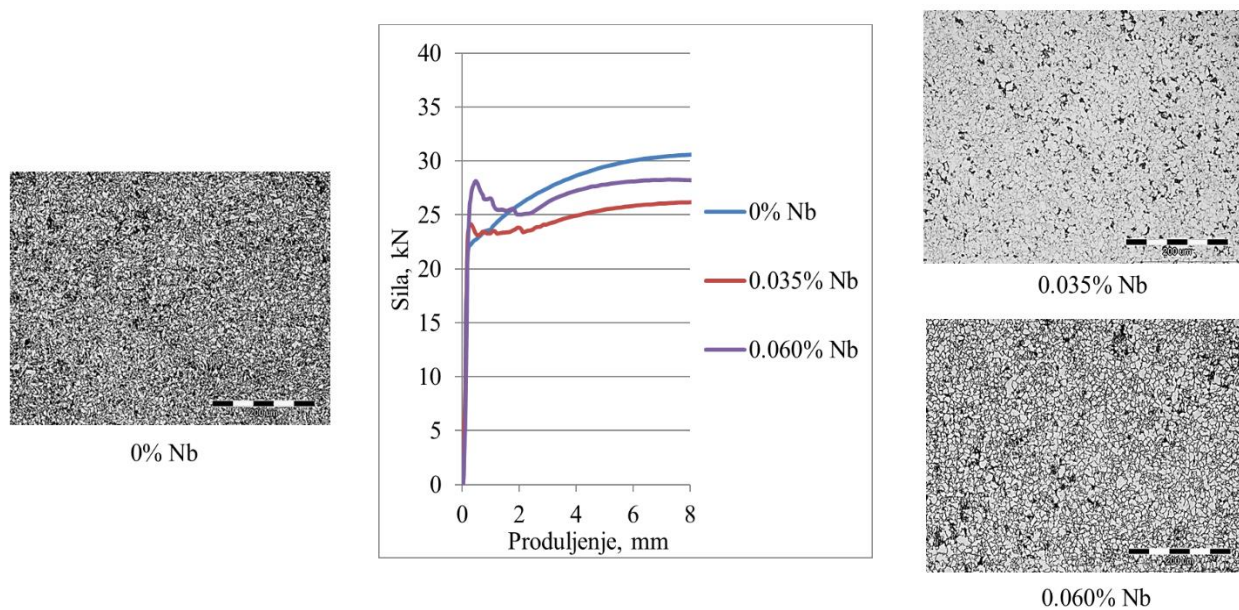
Pojava Lüdersovih linija zabilježena je kod niskougljičnih čelika i povezuje se s Cottrellovim atmosferama slobodnih atoma ugljika i dušika [56]. Intenzivna istraživanja, koja se provode posljednjih godina, pokazala su da se Lüdersove linije javljaju i kod niobijem mikrolegiranih čelika [8]. Dokazano je da niobij ima utjecaj na pojavu Lüdersovih linija [73]. Međutim, istraživanja su napravljena na različitim materijalima i ne daju jasnu sliku o utjecaju niobija na pojavu Lüdersove linije.

Provedena istraživanja utjecaja niobija na pojavu Lüdersovih linija potvrdila su dosadašnja istraživanja [40], [73]. Potvrđeno je da kod čelika koji sadrži mikrolegirajući element

niobij, na početku plastičnog toka dolazi do pojave nehomogenih deformacija. Kod čelika istog baznog kemijskog sastava koji ne sadrži niobij nije zapažena ova pojava.

Detaljna istraživanja provedena u ovom radu pokazala su da sadržaj mikrolegirajućega elementa niobija u čeliku ne utječe na pojavu Lüdersovih linija. Kod istraživanja i usvajanja proizvodnje niobijem mikrolegiranih čelika utvrđeno je da 0.035% do 0.060% niobija ima utjecaj na mehanička svojstva čelika [39]. Kao optimalan sadržaj mikrolegirajućega elementa niobija uzima se oko 0.05% niobija [1], [169]. Iz tog je razloga istraživana utjecaj sadržaja niobija na pojavu Lüdersove linije kod čelika sa sadržajem niobija od 0.035% do 0.060%. Čelici s navedenim sadržajima niobija dobiveni su u poluindustrijskim uvjetima. Detaljnija istraživanja provedena su na čeliku s 0.048% niobija.

Ispitivanjima statičkim vlačnim pokusom čelika mikrolegiranoga niobijem i niskougličnog čelika približno identične feritno-perlitne mikrostrukture utvrđeno je da kod istraživanih niobijem mikrolegiranih čelika dolazi do pojave nehomogenih deformacija na početku plastičnog toka materijala, slika 8-1.



Slika 8-1. Usporedba pojave Lüdersove linije ovisnostima sila - produljenje kod čelika s različitim sadržajem Nb pri brzini deformacije  $v_2$ .

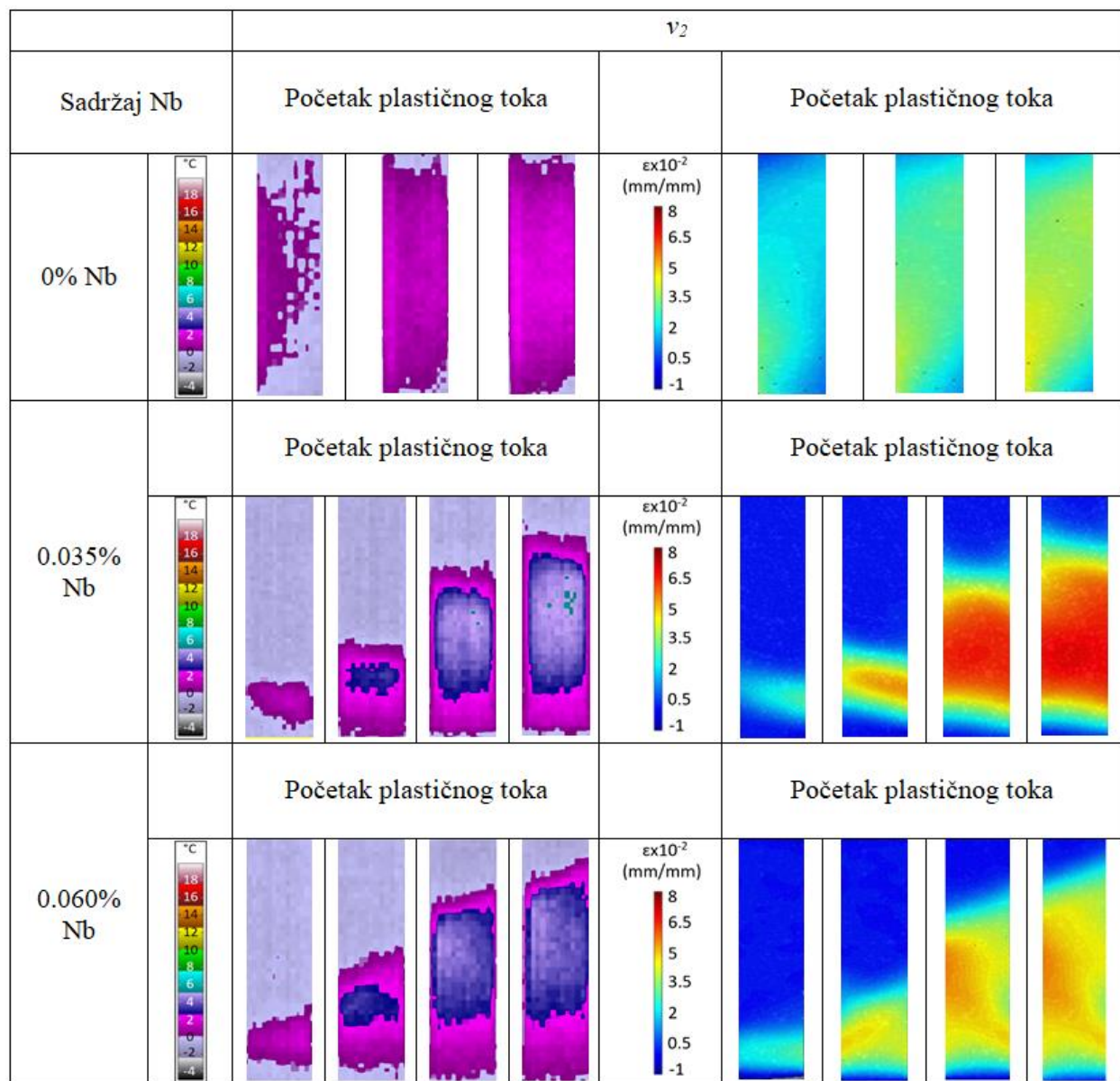
Nehomogene deformacije, koje se javljaju kod niobijem mikrolegiranih čelika na početku plastičnog toka, mogu se povezati sa sadržajem niobija u čeliku.

Iz prikazanih rezultata potvrđeno je da dodatak mikrolegirajućega elementa ima utjecaj na pojavu Lüdersove linije. Međutim, različiti sadržaji mikrolegirajućega elementa niobija nemaju utjecaj na pojavu Lüdersove linije. Kod oba čelika s različitim sadržajem niobija na početku plastičnog toka materijala dolazi do pojave Lüdersove linije. Razlog ovakvog ponašanja mikrolegiranoga čelika može se povezati s činjenicom da su u niobijem mikrolegiranim čelicima prisutni sitni deformacijom inducirani niobijevi precipitati u obliku gustosloženih nizova karbida, nitrida i karbonitrida [32]. Precipitati imaju utjecaj na pojavu Lüdersove linije [7] s obzirom da stvaraju prepreke kretanju dislokacija. S druge strane, niskouglični čelik bez dodatka mikrolegirajućega elementa niobija ne pokazuje prisutnost niobijevih precipitata s obzirom da ne sadrži niobij.

Metodama termografije i digitalne korelacije slike utvrđene su nehomogene deformacije koje su povezane s pojavom Lüdersove linije, slika 8-2.

Kvalitativni rezultati dobiveni termografijom i digitalnom korelacijom slike, slika 8-2, potvrdila je rezultate statičkog vlačnog pokusa. Na početku plastičnog toka materijala kod niobijem mikrolegiranih čelika dolazi do pojave Lüdersove linije. Lüdersova linija se, nakon dostizanja granice proporcionalnosti, formira i propagira kroz zonu deformacije [170]. Završetkom propagacije Lüdersove linije kroz zonu deformacije započinje plastična deformacija u sredini zone deformacije, slike 7-18 do 7-20 i 7-38 do 7-40. Identični rezultati dobiveni su na čeliku s 0.048% Nb [73]. Kod niskougličnih čelika ne postoji jednoznačno objašnjenje kod pojave Lüdersove linije. Niskouglični čelici bez niobija ispitivani u radu nemaju pojavu Lüdersove linije, već početak plastičnog toka započinje nakon granice proporcionalnosti što potvrđuju ispitivanja na niskougličnom čeliku u [73]. Niskouglični čelici na kojima je došlo do pojave Lüdersove linije [88] pokazuju pojavu nehomogene deformacije na početku plastičnog toka koja se povezuje s Lüdersovom linijom.



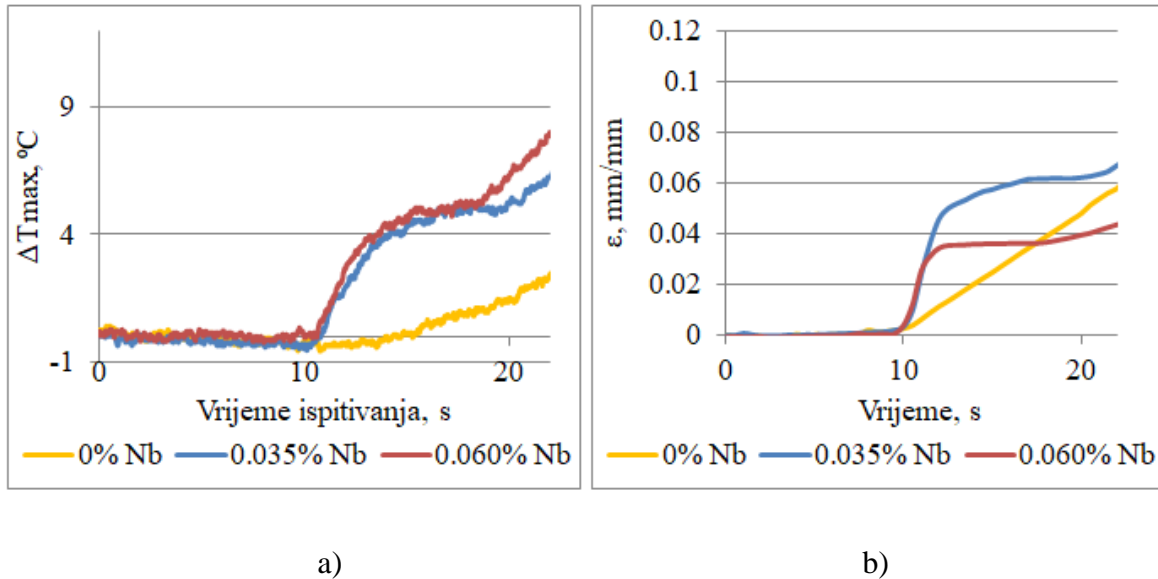


Slika 8-2. Kvalitativna usporedba rezultata promjene temperature i deformacija čelika s 0%, 0.035% i 0.060% Nb pri brzini deformacije  $v_2$ .

Kod niobijem mikrolegiranih čelika početak plastičnog toka povezan je s formiranjem Lüdersove linije koja započinje na jednom kraju ispitnog uzorka i širi se prema drugom kraju ispitnog uzorka, okomito u odnosu na smjer djelovanja sile, slika 8-2. Početak plastičnog toka povezan je s početkom kretanja slobodnih dislokacija i njihovoj interakciji s precipitatima [7].



Kvalitativna analiza potvrđena je kvantitativnom analizom. Usporedba kvantitativnih rezultata dobivenih metodama termografije i digitalne korelacije slike kod čelika s različitim sadržajem mikrolegirajućega elementa niobija prikazana je na slici 8-3.



Slika 8-3. Kvantitativna analiza a) maksimalne promjene temperature i b) deformacije čelika bez i s dodatkom mikrolegirajućega elementa niobija pri brzini deformacije  $v_2$ .

U području elastične deformacije kod svih ispitivanih čelika dolazi do pada temperature zbog termoelastičnog efekta [171].

Metodom digitalne korelacije slike zapažen je karakterističan prelazak iz elastičnog u plastično područje, odnosno početak plastičnog toka materijala koji je povezan s naglim, ali malim porastom deformacija, slika 8-3 b. Iznos deformacije, koji odgovara propagaciji Lüdersove linije, ostaje isti jedan period nakon čega ponovno počinje rasti. Usporedbom slika 8-3 b i 8-2 mikrolegiranih čelika može se vidjeti da porast deformacije započinje kod početka formiranja Lüdersove linije, slika 8-2. Prema kvantitativnim rezultatima u mjenom području, iznosi deformacije ostaju isti tijekom propagacije Lüdersove linije, slika 8-3. Kod čelika s 0.035% Nb deformacija je nešto veća i iznosi 0.062 mm/mm, a kod čelika s 0.060% Nb je 0.036 mm/mm.

Istovremeno je promjena temperature koja se može povezati s promjenom naprezanja, približno jednaka kod oba čelika, ali nešto veća kod čelika koji sadrži veći sadržaj niobija.

Ovakav odnos promjene temperature i deformacije isti je između ispitivanih čelika i kod ostale dvije brzine deformacije  $v_1$  i  $v_3$ .

### 8.1.2 Utjecaj početne mikrostrukture i stupnja precipitacije na pojavu Lüdersove linije

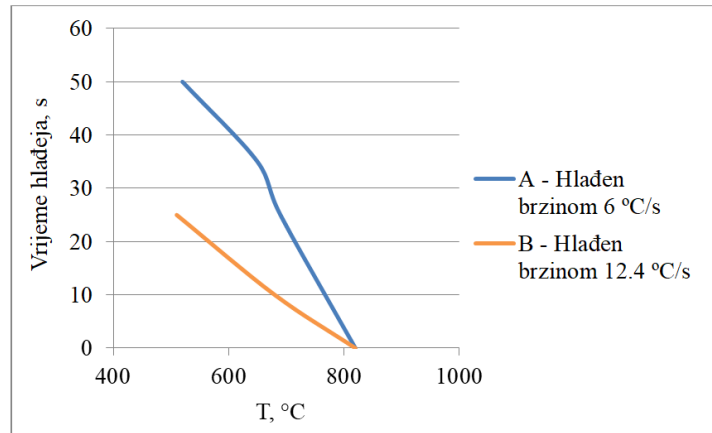
Ranije provedena istraživanja na čeliku s 0.048% Nb [40], [73] pokazala su da kod niobijem mikrolegiranih čelika s krupnozrnatom mikrostrukturom nisu zapažene Lüdersove linije. Istraživanja provedena u ovoj disertaciji, koja su nastavak istraživanja, na čelicima s 0.035% i 0.060% niobija, potvrdila su navedena istraživanja.

Čelici s 0.035% i 0.060% niobija hlađeni su različitim brzinama nakon termomehaničke obrade [39]. Iz parametara termomehaničke obrade [39] izračunate su brzine hlađenja te je konstruiran dijagram brzine hlađenja čelika s 0.035% niobija prikazan na slici 8-4 [40].

Čelici s 0% i 0.048% niobija valjani su u industrijskim uvjetima u toplovaljanu traku debljine 3 mm, a čelici s 0.035% i 0.060% niobija valjani su u poluindustrijskim uvjetima u traku iste debljine, 3 mm. Kod sva tri čelika mikrolegirana niobijem provedena je termomehanička obrada koja je rezultirala sitnozrnatom feritno-perlitnom mikrostrukturom.

Čelici s 0.035% i 0.060% niobija su nakon termomehaničke obrade hlađeni različitom brzinom. U prethodnim istraživanjima [73] utvrđeno je da početna mikrostruktura i veličina niobijevih precipitata utječu na pojavu Lüdersove linije. Ustanovljeno je da se nakon završetka termomehaničke obrade čelika, u fazi hlađenja, precipitacija nastavlja [32]. Izlučeni precipitati su sitni, veličine oko 10 nm i složeni u obliku gustosloženih karbonitridnih nizova, slika 2-3. Stupanj vezanja niobija u niobijeve karbonitride veći je kod trake hlađene brzinom 6 °C/s nakon termomehaničke obrade, a manji je kod trake hlađene brzinom 12.4 °C/s. Precipitati izlučeni na ovaj način predstavljaju snažne prepreke kretanju dislokacija.

Da bi se utvrdio utjecaj početne mikrostrukture i stupnja precipitacije, ispitani su uzorci toplovaljane trake čelika s 0.035% i 0.060% niobija koji su hlađeni brzinom 12.4 °C/s, slika 8-4.



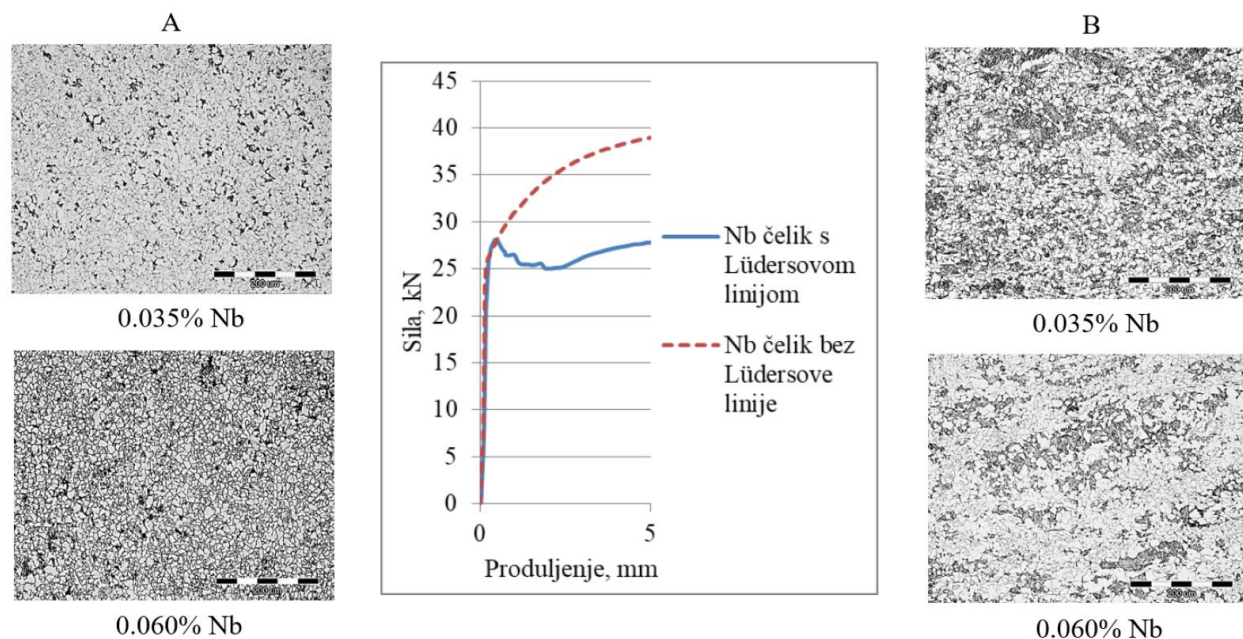
Slika 8-4. Brzina hlađenja trake čelika s 0.035% Nb [40]:

A) Traka hlađena na zraku, B) traka hlađena u vodi.

Traka A, nakon termomehantičke obrade, hlađena je prosječnom brzinom 6 °C/s na zraku, a traka B hlađena je u vodi prosječnom brzinom 12.4 °C/s.

Brzina hlađenja nakon završne termomehantičke obrade ima značajan utjecaj na mikrostrukturu čelika. U ovoj fazi termomehantičke obrade odvija se fazna  $\gamma \rightarrow \alpha$  transformacija. Veći udio karbidnih faza u mikrostrukturi bit će prisutan kod brzine hlađenja od 6 °C/s. S druge strane, što je brzina hlađenja veća (12.4 °C/s), manji je stupanj vezanja niobija u niobijeve karbonitride. Utvrđeno je proširenim istraživanjima u okviru projekta [40] da je stupanj vezanja niobija u niobijeve karbonitride u traci A s 0.035% niobija 37.2%, a u traci B 31.8%, dok je u toplovaljanoj traci A s 0.060% Nb 46.7%, a u traci B 37.7%.

Daljnjom analizom mikrostrukture utvrđeno je da čelici hlađeni brzinom 12.4 °C/s imaju nehomogenu feritno-perlitnu mikrostrukturu. Kod ovih čelika na početku plastičnog toka ne dolazi do pojave nehomogenih deformacija, odnosno ne dolazi do pojave Lüdersove linije, slika 8-5. Razlika u ponašanju čelika hlađenih manjom (6 °C/s) i većom brzinom (12.4 °C/s) prikazana je na slici 8-5 s ovisnostima sila-produljenje čelika s 0.060% niobija uz početnu mikrostrukturu.

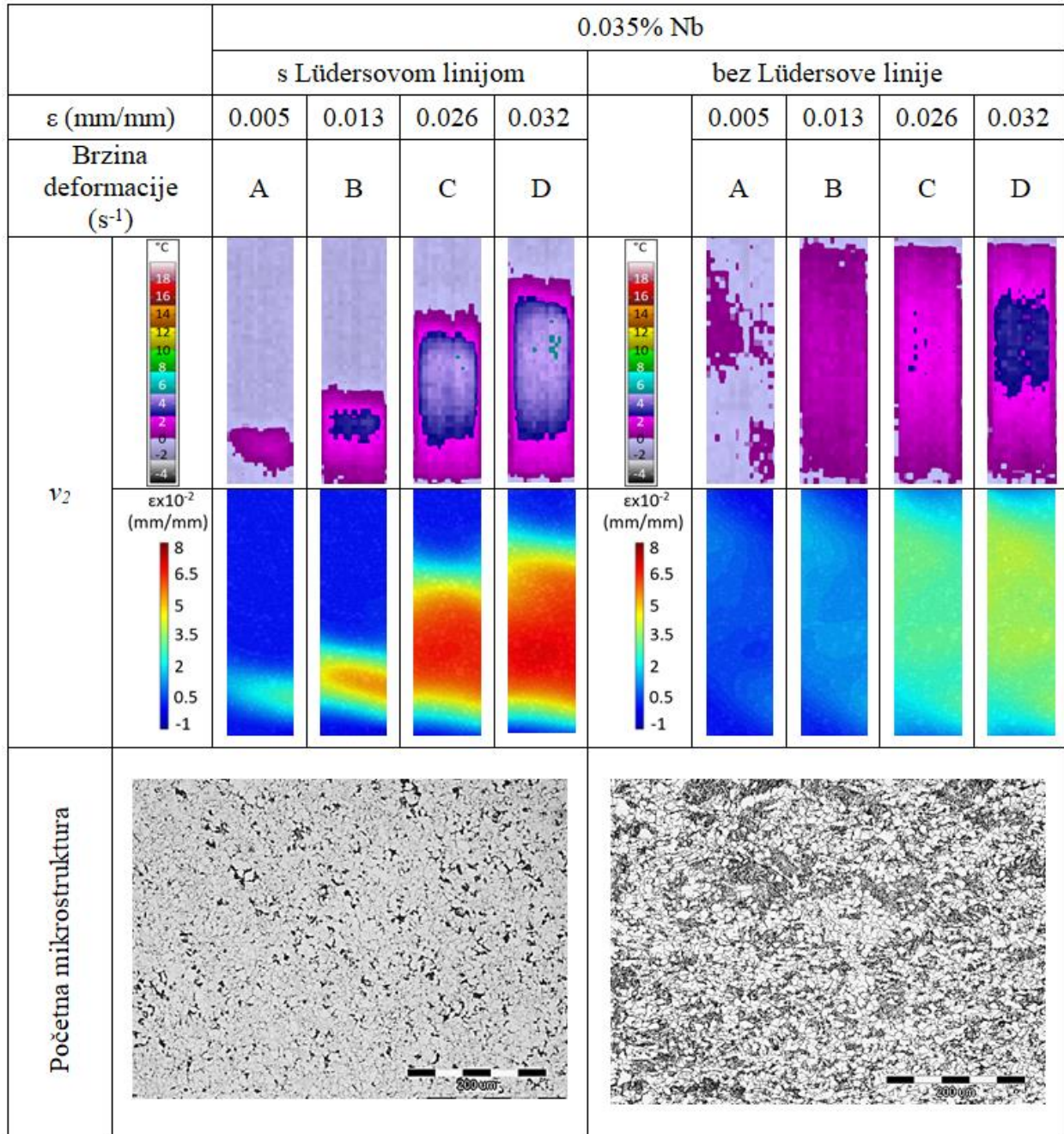


Slika 8-5. Ovisnosti sila-produljenje čelika s 0.060% Nb bez pojave i s pojavom Lüdersove linije pri brzini deformacije  $v_2$ .

Usporedba početne mikrostrukture i ovisnosti sila-produljenje jasno ukazuje da kod čelika koji nemaju homogenu mikrostrukturu ne dolazi do pojave nehomogenih deformacija, odnosno Lüdersove linije, na početku plastičnog toka, slika 8-5.

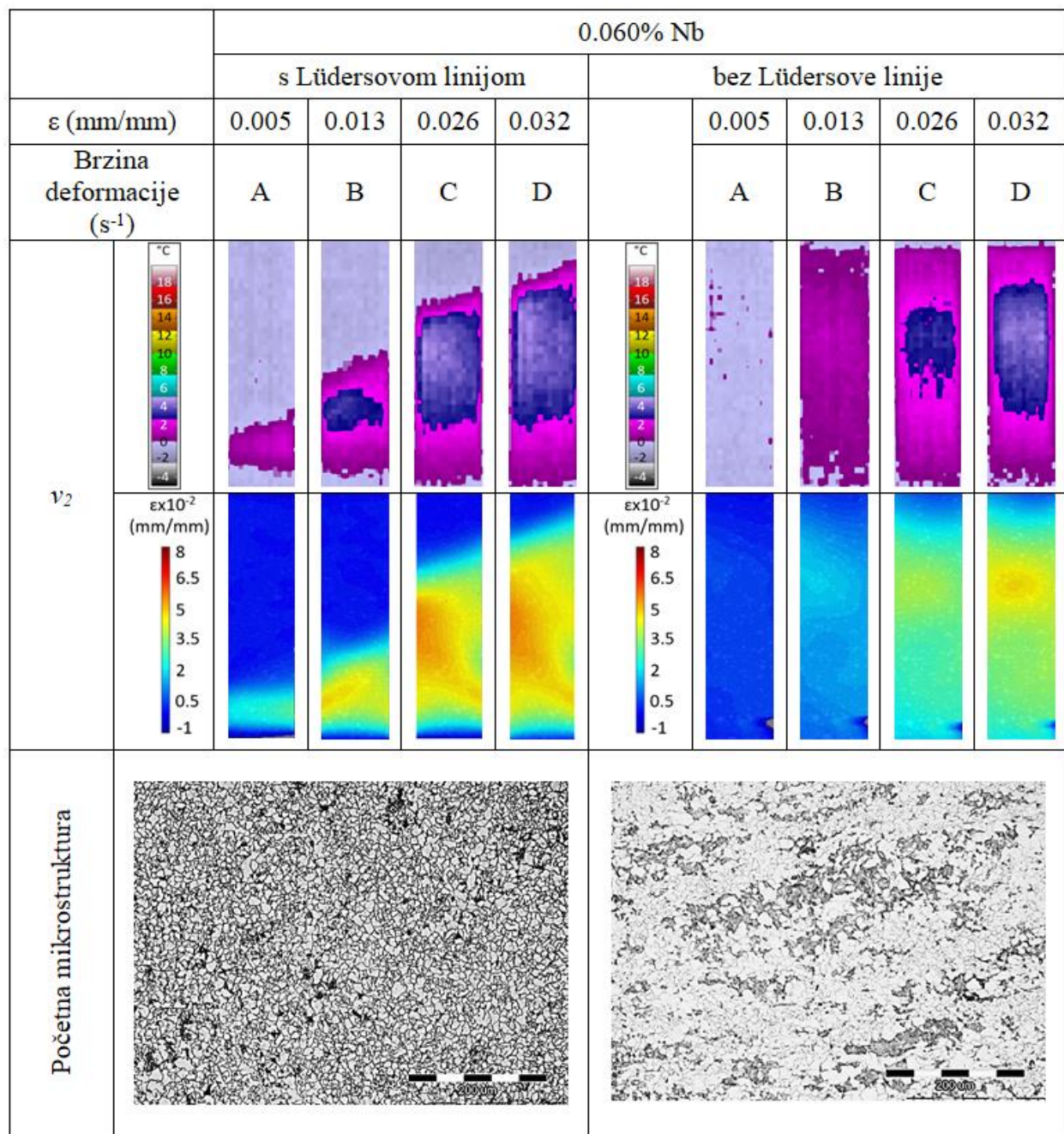
Prema dobivenim rezultatima statičkog vlačnog pokusa jasno se iz ovisnosti sila-produljenje iščitava da do pojave Lüdersovih linija dolazi samo kod niobijem mikrolegiranih čelika koji su hlađeni brzinom  $6\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ , odnosno koji imaju homogenu mikrostrukturu. Ovaj dio detaljnije je pojašnjen u istraživanju [172] u kojem se ovakvo ponašanje manjom i većom brzinom hlađenih čelika s pojavom i bez pojave Lüdersove linije povezuje s interakcijom sitnih precipitata s dislokacijama. Drugim istraživanjem kod čistog željeza [103] također je utvrđeno da do pojave Lüdersovih linija dolazi samo kod ispitnih uzoraka hlađenih manjom brzinom.

Detaljno provedena ispitivanja metodama termografije i digitalne korelacije slike potvrdila su da kod čelika mikrolegiranih niobijem s nehomogenom strukturom ne dolazi do pojave Lüdersovih linija na početku plastičnog toka. Rezultati kvalitativne analize prikazani su na slikama 8-6 i 8-7.



Slika 8-6. Usporedba rezultata promjene temperature i deformacija te početne mikrostrukture niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.035% Nb s pojavom i bez pojave Lüdersove linije pri brzini deformacije  $v_2$ .





Slika 8-7. Usporedba rezultata promjene temperature i deformacija te početne mikrostrukture niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.060% Nb s pojavom i bez pojave Lüdersove linije pri brzini deformacije  $v_2$ .

Provedena ispitivanja jasno su pokazala da kod čelika s nehomogenom mikrostrukturom nema pojave Lüdersove linije za razliku od čelika s homogenom mikrostrukturom u kojoj dolazi

do pojave Lüdersove linije, slike 8-6 i 8-7. Početak plastičnog toka čelika s nehomogenom mikrostrukturom isti je kao i kod čelika koji ne sadrži niobij.

Niobijem mikrolegirani čelici s 0.035% i 0.060% Nb hlađeni pri većoj brzini 12.4 °C/s pokazuju povećanje iznosa deformacije nasumično po cijeloj zoni deformacije na početku plastičnog toka. Nasumično povećanje iznosa deformacije po zoni deformacije ukazuje na činjenicu da kod ovih čelika nema pojave Lüdersove linije. Budući da kvalitativnom analizom nije utvrđena pojava Lüdersovih linija, provedena je i kvantitativna analiza promjene iznosa deformacija tijekom vremena kako bi se usporedilo ponašanje s ispitivanim čelicima dobivenim metodom termografije. Na slikama 8-8 i 8-9 prikazana je kvantitativna usporedba rezultata čelika s 0.035% Nb i 0.060% Nb koji su hlađeni brzinom 12.4 °C/s i koji nisu pokazali pojavu Lüdersove linije s čelikom hlađenim brzinom 6 °C/s koji su pokazali pojavu Lüdersove linije.

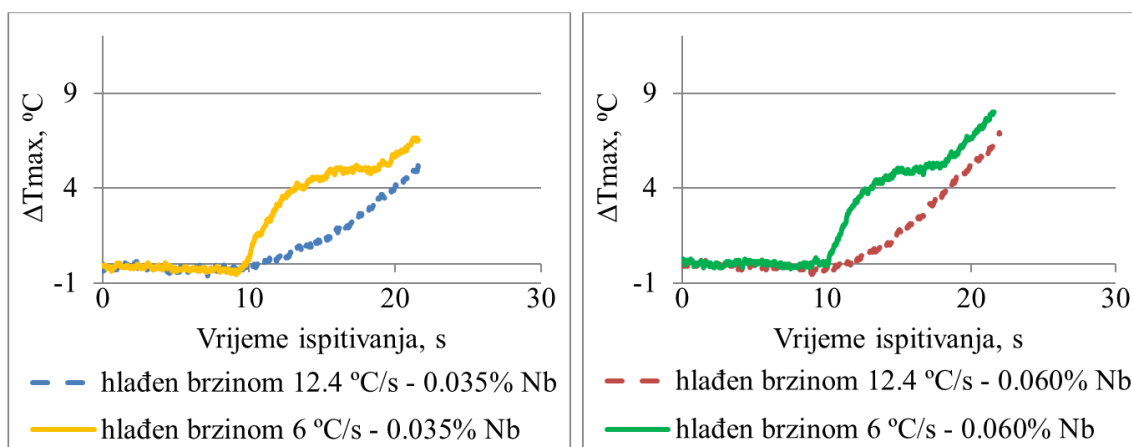
Kvantitativna analiza metodama termografije i digitalne korelacije slike pokazala je značajnu razliku u ponašanju čelika s 0.035% i 0.060% Nb hlađenih brzinama 6 °C/s i 12.4 °C/s, slike 8-8 i 8-9. Dokazano je da kod čelika s 0.035% i 0.060% Nb hlađenih brzinom 12.4 °C/s nema pojave Lüdersove linije s obzirom da na početku plastičnog toka nema naglog, ali malog porasta temperature i deformacije karakterističnog za pojavu Lüdersove linije. Čelici s 0.035% i 0.060% Nb hlađeni brzinom 6 °C/s pokazali su navedeno povećanje temperature i deformacije čime je dokazano da dolazi do pojave Lüdersove linije.

Metalografske snimke početne mikrostrukture prije deformacije kod mikrolegiranih čelika, hlađenih brzinama 6 °C/s i 12.4 °C/s, prikazane su na slikama 8-6 i 8-7 da bi se dobila jasnija informacija o ponašanjima ispitivanih čelika.

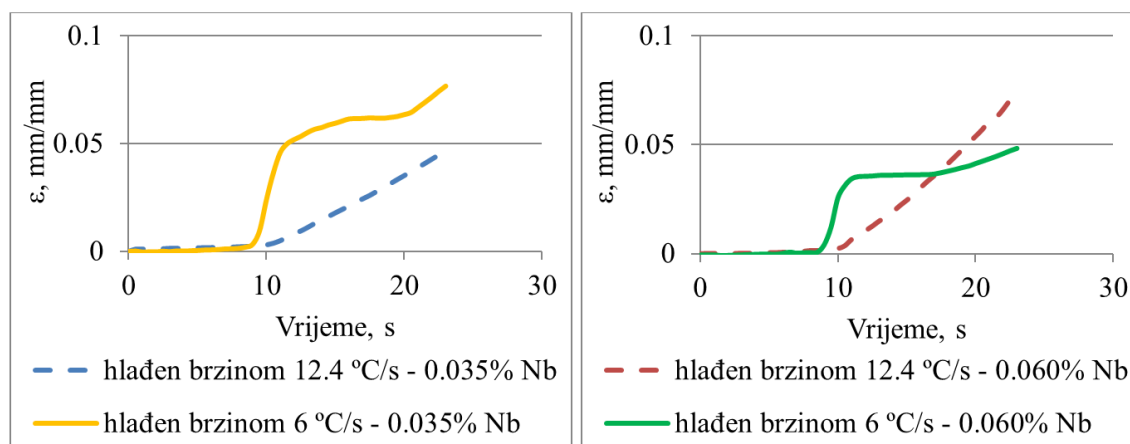
Metalografski snimci na slikama 8-6 i 8-7 ukazuju na činjenicu da je kod uzoraka hlađenih brzinom 6 °C/s manji udio perlita prisutan u mikrostrukтури. Čelici koji su hlađeni brzinom 12.4 °C/s pokazuju veći udio perlita u odnosu na čelike hlađene brzinom 6 °C/s. Ujedno je utvrđena homogenija početna mikrostruktura kod uzoraka hlađenih brzinom 6 °C/s u odnosu na uzorke hlađene brzinom 12.4 °C/s.

U literaturi [173] se navodi da hlađenjem niskougličnog čelika većom brzinom s visoke temperature otopljeni atomi ugljika i dušika ostaju „zamrznuti“ u njihovoj nasumičnoj raspodjeli u matriksu čelika. Drugo istraživanje kod čistog željeza [103] kao uzrok odsutnosti Lüdersove

linije kod brže hlađenih uzoraka u vodi navodi nedostatak vremena za stvaranje atmosfera ugljika i dušika oko dislokacija.



Slika 8-8. Kvantitativna usporedba rezultata maksimalne promjene temperature čelika hlađenih brzinama 6 °C/s i 12.4 °C/s s 0.035% i 0.060% Nb pri brzini deformacije  $v_2$ .



Slika 8-9. Kvantitativna usporedba rezultata deformacija čelika hlađenih brzinama 6 °C/s i 12.4 °C/s s 0.035% i 0.060% Nb pri brzini deformacije  $v_2$ .

Kod niobijem mikrolegiranih čelika hlađenih većom brzinom (12.4 °C/s), koji su istraživani u disertaciji, nastat će manje sitnih niobijevih precipitata te će biti manji stupanj vezanja niobija u karbonitride stoga će kod ovih čelika biti više slobodnih atoma ugljika i dušika, ali i niobija. Hlađenjem čelika većom brzinom atomi ugljika, dušika i niobija ostat će „zamrznuti“ u nasumičnim dijelovima čelika, a dislokacije će biti slobodne i neće doći do intenzivne interakcije s niobijevim precipitatima te atomima niobija, ugljika i dušika. S obzirom



da će kod veće brzine hlađenja atomi niobija biti nasumično „zarobljeni“ u matriksu čelika, neće se uspjeti vezati u sitne niobijeve precipitate za koje je poznato da predstavljaju čvrste prepreke kretanju dislokacija [1], [58]. Intenzivna interakcija dislokacija i sitnih niobijevih precipitata povezuje se u ovom istraživanju s nastajanjem Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranih čelika zato kod čelika hlađenih većom brzinom (12.4 °C/s) ne dolazi do pojave Lüdersove linije.

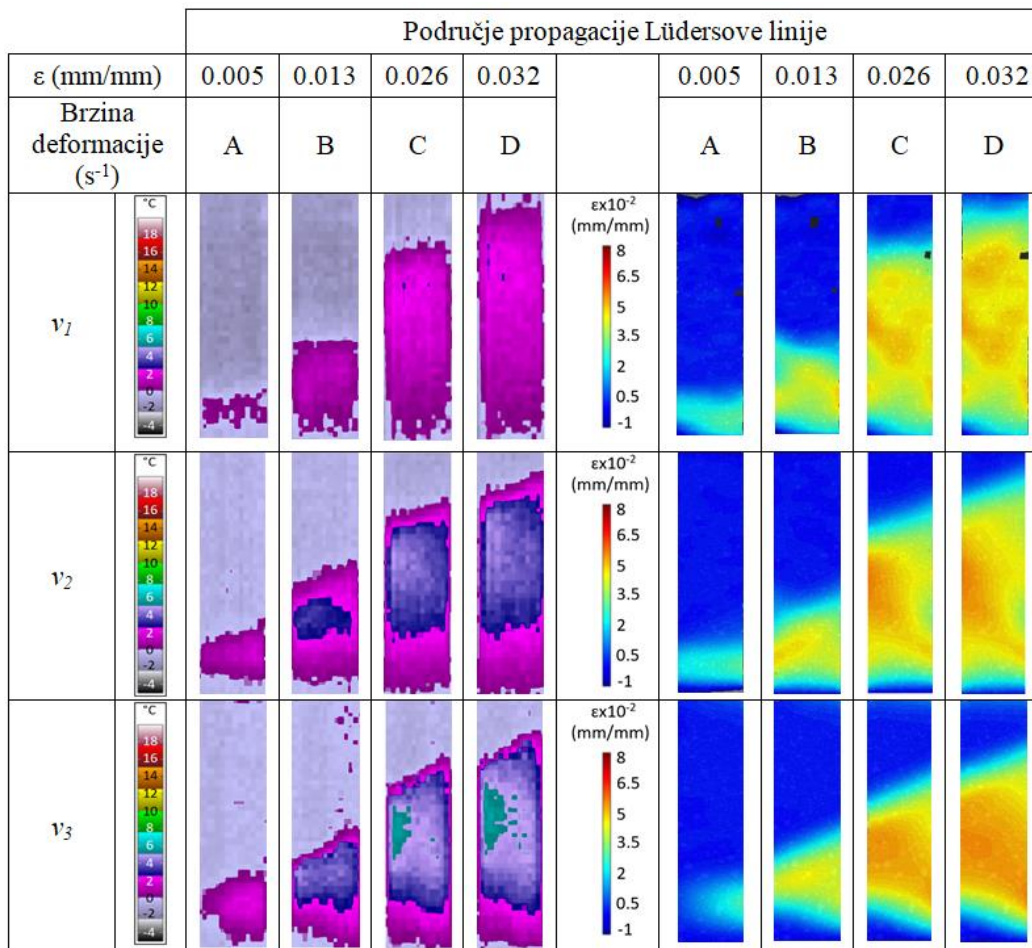
Činjenica da su kod čelika hlađenih brzinom 12.4 °C/s prisutna veća zrna perlita i nehomogena mikrostruktura pretpostavlja se da su kod tih čelika i veći razmaci lamela perlita. Iz literature je poznato da se veća plastična deformacija odvija kod perlita s manjim razmacima između lamela ferita i cementita [102]. U literaturama [174], [175], [176], [177] je navedeno da kod perlitnog čelika s većim razmakom lamela teže ili čak uopće ne dolazi do klizanja dislokacija. Zbog toga se pojava Lüdersove linije samo kod niobijem mikrolegiranih čelika hlađenih brzinom 6 °C/s s manjim udjelom perlita i homogenom mikrostrukturom može povezati s manjim razmakom između lamela perlita.

Sukladno prethodno navedenim rezultatima i pojašnjenjima dobivenih rezultata dolazi se do zaključka da početna mikrostruktura niobijem mikrolegiranih čelika ima utjecaj na pojavu Lüdersove linije. Niobijem mikrolegirani čelici hlađeni većom brzinom (12.4 °C/s) s većim udjelom perlita i nehomogenijom mikrostrukturom nemaju pojavu Lüdersove linije, slike 8-6 i 8-7.

### **8.1.3 Utjecaj brzine deformacije na pojavu Lüdersove linije**

Prethodna istraživanja provedena na mikrolegiranom čeliku s 0.048% niobija [73] pokazala su da brzina deformacije ne utječe na pojavu Lüdersove linije. Detaljna istraživanja na istom čeliku, kao i čelicima s 0.035% i 0.060% Nb, potvrdila su navedene rezultate.

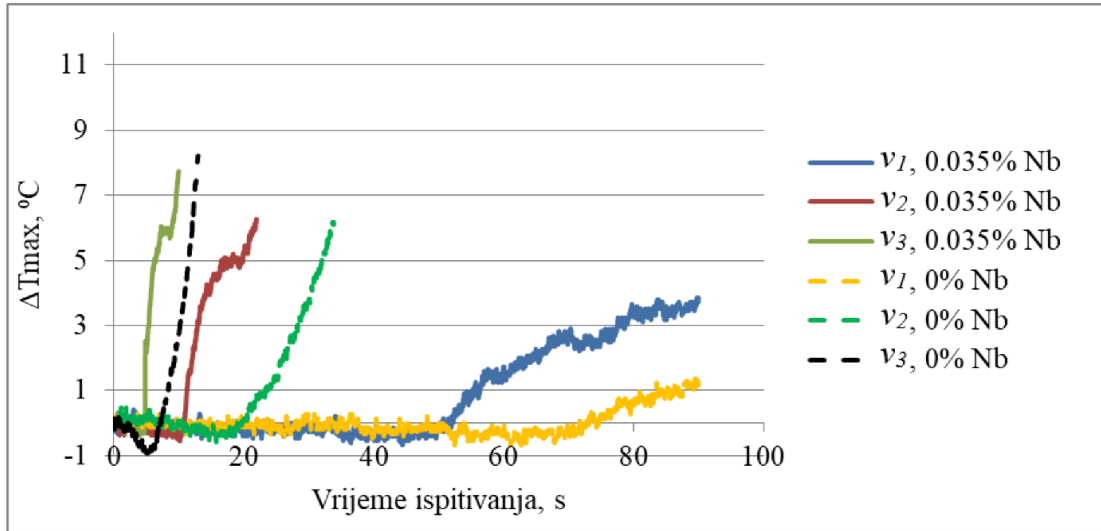
Da bi se dobile jasnije informacije o utjecaju brzine deformacije na pojavu Lüdersove linije, provedena je kvalitativna i kvantitativna analiza metodama termografije i digitalne korelacije slike. Slika 8-10 prikazuje kvalitativno ponašanje čelika s 0.060% Nb pri tri različite brzine deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .



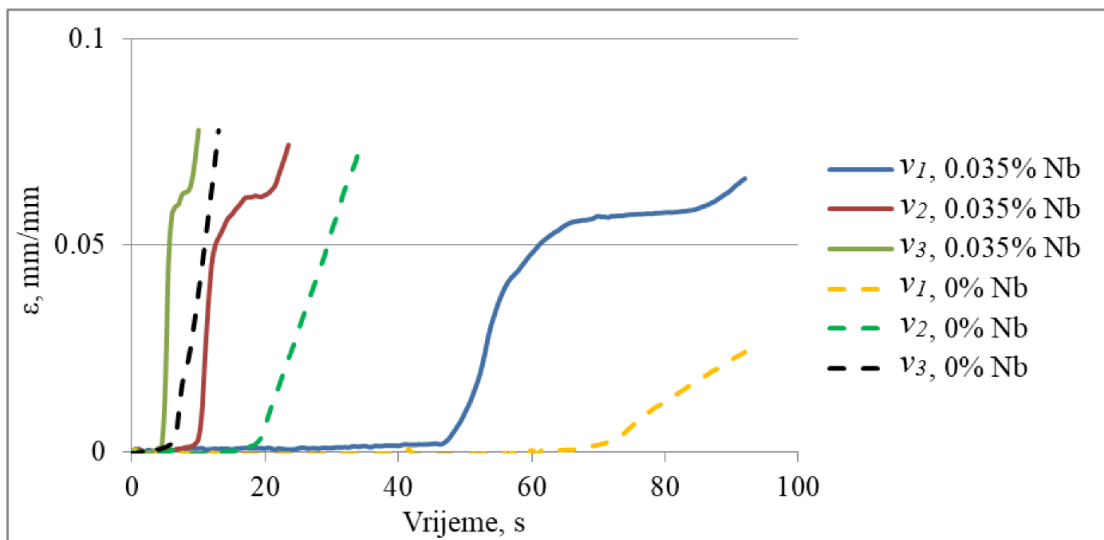
Slika 8-10. Usporedba Lüdersovih linija kod niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.060% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  metodama termografije i digitalne korelacije slike.

Usporedbom kvalitativnih rezultata pri različitim brzinama deformacija utvrđena je pojava Lüdersove linije kod sve tri ispitivane brzine deformacije. Iz rezultata se jasno vidi lokalizacija promjene temperature i deformacija na jednom kraju ispitnog uzorka te njihovo širenje prema drugom kraju ispitnog uzorka kod brzina deformacija  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ . Niskouglični čelik bez dodatka mikrolegirajućega elementa niobija nije pokazao pojavu Lüdersove linije kod nijedne brzine ispitivanja, slike 7-17 i 7-37.

Osim kvalitativne analize, provedena je i kvantitativna analiza kod sve tri iste brzine deformacije. Usporedba kvantitativnih rezultata termografije i digitalne korelacije slike pri različitim brzinama deformacija prikazane su na slikama 8-11 i 8-12.



Slika 8-11. Usporedba kvantitativnih rezultata maksimalne promjene temperature tijekom vremena kod čelika s 0.035% i 0% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .



Slika 8-12. Usporedba kvantitativnih rezultata deformacije tijekom vremena kod čelika s 0.035% i 0% Nb pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .

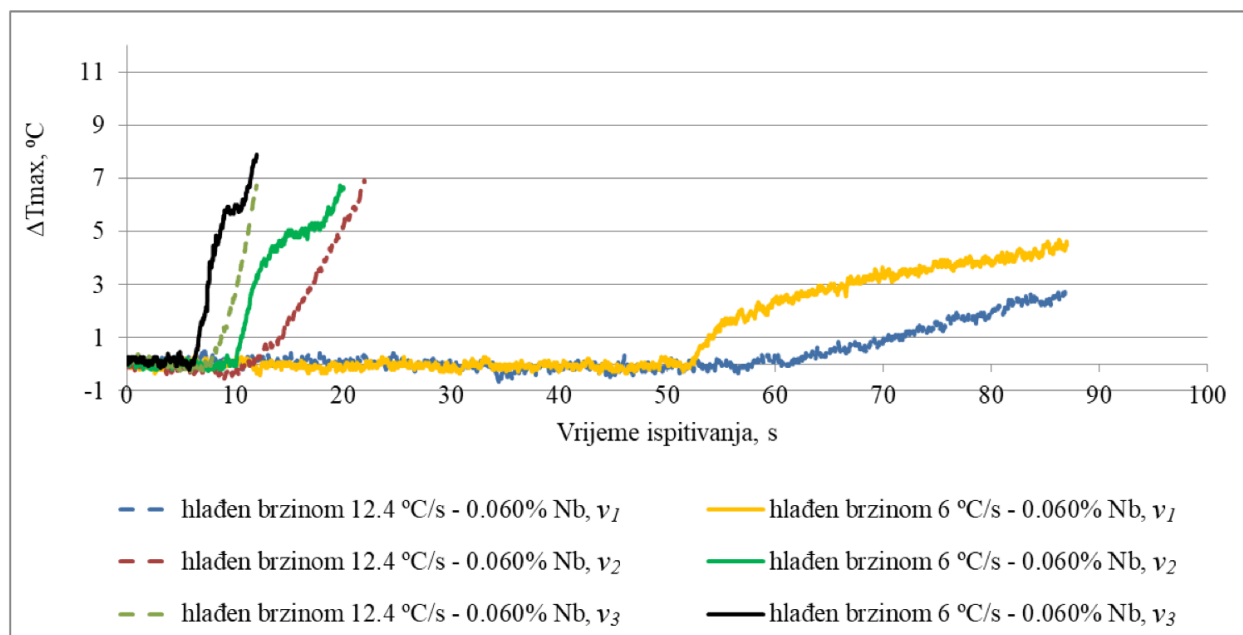
Kvantitativni rezultati promjene temperature i deformacije tijekom vremena također potvrđuju prethodnu činjenicu da samo kod niobijem mikrolegiranih čelika pri svim brzinama deformacije dolazi do pojave Lüdersove linije. Pojava Lüdersove linije na kvantitativnim dijagramima, slike 8-11 i 8-12, očituje se kao nagli porast iznosa promjene maksimalne

temperature i deformacije na početku plastičnog toka što se u literaturama [106], [110] povezuje s pojavom Lüdersove linije.

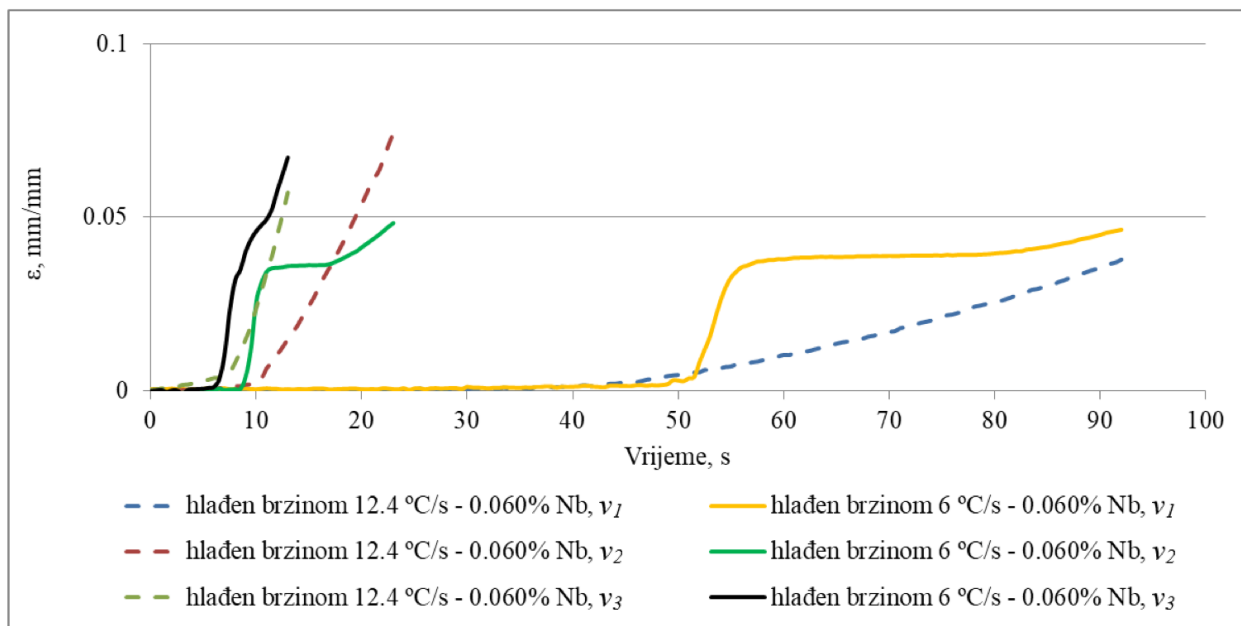
Kod čelika mikrolegiranih niobijem koji su nakon završne termomehaničke obrade hlađeni brzinom 12.4 °C/s, nije zabilježena pojava Lüdersove linije kod istih brzina deformacije. Slike 8-13 i 8-14 prikazuju kvantitativne rezultate termografije i digitalne korelacije slike.

Dobiveni rezultati jasno dokazuju da brzina deformacije nema utjecaj na pojavu Lüdersove linije. Pojava Lüdersove linije ovisna je o početnoj mikrostrukturi i stupnju precipitacije niobijevih karbonitrida. Isto ponašanje pri ispitivanim brzinama deformacije utvrđeno je i kod čelika s 0.035% niobija hlađenog brzinom 12.4 °C/s.

S obzirom na sve dobivene rezultate može se izvesti zaključak da brzina deformacije nema utjecaj na pojavu Lüdersovih linija na početku plastičnog toka svih ispitivanih čelika tijekom hladne deformacije.



Slika 8-13. Kvantitativna usporedba rezultata maksimalne promjene temperature čelika hlađenih brzinama 6 °C/s i 12.4 °C/s s 0.060% Nb pri tri brzine deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .



Slika 8-14. Kvantitativna usporedba rezultata deformacija čelika hlađenih brzinama 6 °C/s i 12.4 °C/s s 0.060% Nb pri tri brzine deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .

Rezultati kvalitativne analize termografijom i digitalnom korelacijom slike jasno pokazuju pojavu Lüdersove linije kod različitih stupnjeva deformacije kod sve tri brzine defromacije čelika s 0.060% niobija, slika 8-10. Povećanjem stupnja deformacije dolazi do širenja i propagacije Lüdersove linije. Ovakvo ponašanje utvrđeno je kod svih čelika koji pokazuju pojavu Lüdersove linije.

Ostali čelici koji nisu na početku plastičnog toka pokazali pojavu Lüdersove linije nisu je pokazali niti nakon daljnjeg povećanja stupnja deformacije, slike 7-17 i 7-37 stoga se ukupnim promatranjem dobivenih rezultata svih ispitivanih čelika dolazi do zaključka da stupanj deformacije nema utjecaj na pojavu Lüdersove linije.

## 8.2 Mehanizam formiranja Lüdersove linije

Mehanizam formiranja Lüdersove linije do sada se pokušalo pojasniti s različitih aspekata na više načina [71], [72]. Pretpostavka je da Lüdersova linija nastaje na mjestu najveće koncentracije naprezanja. Međutim, pojašnjenja nisu jednoznačna.

Prema teoriji oblikovanja deformiranjem početak plastične deformacije prvo će se početi odvijati po linijama klizanja koje se nalaze pod kutom od 45° u odnosu na smjer razvlačenja

ispitnog uzorka. Naime, maksimalno tangencijalno naprezanje za početak plastičnog tečenja prikazuje se za vrijednosti kuta  $2\alpha = \frac{\pi}{2}$ , odnosno  $45^\circ$ , stoga će uvjet za početak plastičnog tečenja materijala biti zadovoljen dostizanjem granice tečenja materijala pri razvlačenju materijala  $\tau_\alpha = \tau_{45^\circ} = \tau_{max} = \frac{\sigma}{2}$ .

Da bi se utvrdilo zašto formiranje Lüdersove linije počinje na određenom dijelu zone deformacije, provedena su istraživanja razlike unutarnjih naprezanja u materijalu na mjestu pojave Lüdersove linije.

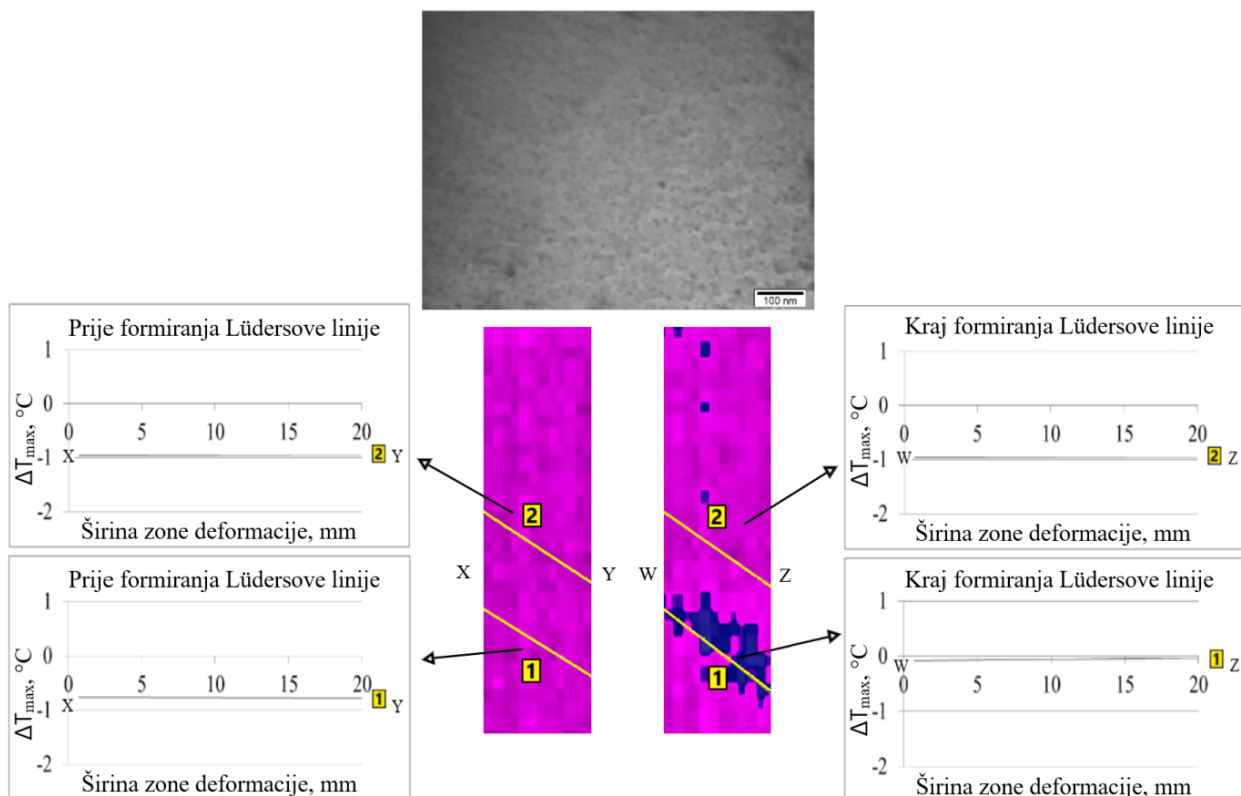
Rezultate provedenih ispitivanja termografijom, digitalnom korelacijom slike i mjerenjem tvrdoće prikazuju slike od 7-49 do 7-56 i slika 7-87. Usporedba dobivenih rezultata vidljiva je na slikama 8-15 i 8-16. Prije početka formiranja Lüdersove linije u zoni deformacije odvija se elastična deformacija, slika 8-15 (x-y). Metoda termografije pokazuje da će mjesto nastajanja Lüdersove linije biti tamo gdje su prije nastajanja i formiranja Lüdersove linije utvrđene veće promjene temperature, odnosno naprezanja, slika 8-15 u poziciji 1 x-y. Dokaz tome je naknadno formiranje Lüdersove linije u istom području u kojem su metodom termografije utvrđene veće promjene temperature, odnosno naprezanja, prije nastajanja Lüdersove linije, slika 8-15 u poziciji 1 w-z.

Ovo je potvrđeno provedenom linijskom analizom metodom termografije približno pod kutom od  $45^\circ$  gdje je mjerena promjena temperature, odnosno naprezanja, prije (x-y) i nakon formiranja (w-z) Lüdersove linije, slika 8-15. Pri tome je u području bez formirane Lüdersove linije, slika 8-15 (pozicija 1 x-y), utvrđena manja elastična deformacija, odnosno naprezanje, u odnosu na područje s Lüdersovom linijom, slika 8-15 (pozicija 1 w-z).

S obzirom da je područje bez formirane Lüdersove linije područje još uvijek elastične deformacije, neće biti većeg broja dislokacija u ovome području, slika 7-89. Činjenica da je formiranje Lüdersove linije povezano s pojavom veće gustoće dislokacija dokazuju rezultati metodama termografije, digitalne korelacije slike, tvrdoće i rendgenske difrakcije.

Iz mjesta nastajanja, Lüdersova linija nastavlja se dalje formirati po širini ispitnog uzorka. Pri tome dolazi do postepenog povećavanja iznosa promjene temperature, odnosno naprezanja, i deformacija kako se formira Lüdersova linija, slika 8-16 (pozicija 1  $y_1-x_1$  i  $y_2-x_2$ ). U

različitim fazama formiranja Lüdersove linije najveći lokalni iznosi promjene temperature ( $y_2$ ) i deformacija ( $y_1$ ) iza Lüdersove fronte javljaju se u području inicijalne pojave Lüdersove linije, slika 8-16 što se može povezati s povećanom gustoćom dislokacija, precipitata i slobodnih atoma niobija u tom području. Daljnjim formiranjem Lüdersove linije po širini ispitnog uzorka dolazi do povećanja iznosa promjene temperature i deformacije u ostalim područjima gdje se formirala Lüdersova linija. Međutim, tijekom formiranja Lüdersove linije nastaje razlika u iznosima promjene temperature, odnosno napreznaja, i deformacija. Ovo se odnosi na promjene između područja iza Lüdersove fronte (pozicija 1  $y_1-x_1$  i  $y_2-x_2$ ) te područja na i ispred Lüdersove fronte (pozicije 2 i 3  $y_1-x_1$  i  $y_2-x_2$ ), slika 8-16 stoga će na mjestu gdje je početno nastala Lüdersova linija ( $y_1$ ,  $y_2$ ) tijekom vremena njenog formiranja biti najveća akumulacija dislokacija i njihova interakcija sa sitnim niobijevim precipitatima. Interakcija dislokacija i precipitata dovodi do većih iznosa promjene temperature, odnosno napreznaja, a oslobađanje dislokacija do većih iznosa deformacija.



Slika 8-15. Mjesto formiranja Lüdersove linije niobijem mikrolegiranoga čelika.

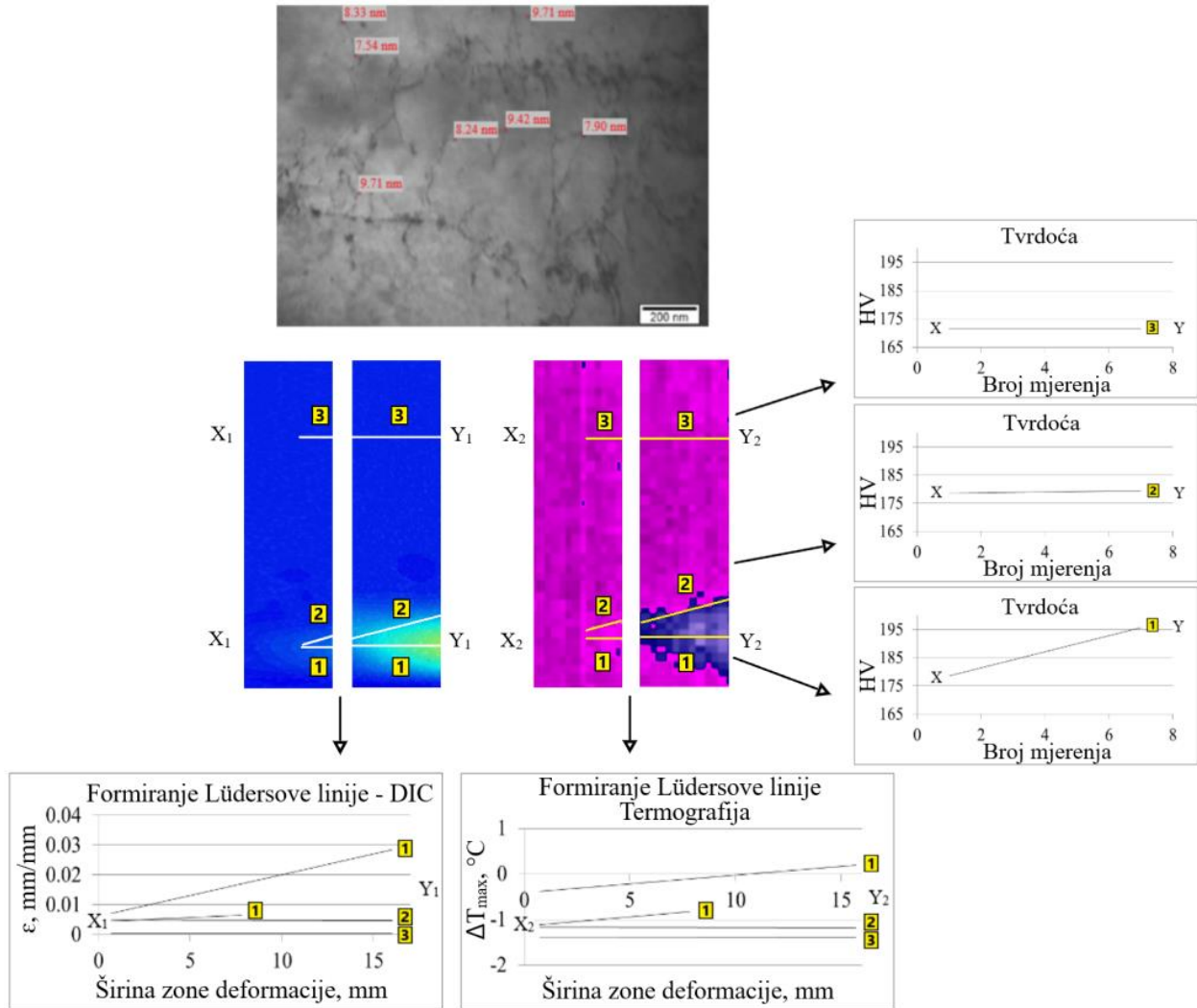
Dokaz ovakvog ponašanja niobijem mikrolegiranoga čelika tijekom formiranja Lüdersove linije izmjereni su iznosi tvrdoće koji jasno pokazuju kontinuirani porast tvrdoće od tek formiranog (pozicija 1 x) prema prvotno formiranom dijelu Lüdersove linije (pozicija 1 y) u području iza Lüdersove fronte, slika 8-16.

Od početka formiranja Lüdersove linije na Lüdersovoj fronti i ispred Lüdersove fronte (pozicije 2 i 3 y) utvrđeni su nepromijenjeni iznosi promjene temperature, odnosno naprezanja, deformacija i tvrdoće do kraja formiranja Lüdersove linije (pozicije 2 i 3 x), slika 8-16. Nepromijenjeni iznosi naprezanja, deformacija i tvrdoće na Lüdersovoj fronti tijekom formiranja Lüdersove linije mogu se povezati s činjenicom da u trenutku formiranja Lüdersove linije ne postoji jednaka intenzivnost interakcije dislokacija i precipitata na Lüdersovoj fronti kao u slučaju propagacije Lüdersove linije.

Formiranje Lüdersove linije započinje u području gdje će se kasnije razviti Lüdersova linija, slika 8-15 (pozicija 1 w-z), u odnosu na područje bez formirane Lüdersove linije, slika 8-15 (pozicija 1 x-y). Iznos promjene temperature u poziciji 1 (x-y) veći je od iznosa u poziciji 2 (x-y) prije formiranja Lüdersove linije. Formiranjem Lüdersove linije iznos promjene temperature u poziciji 1 (w-z) povećava se, a u poziciji 2 (w-z) ostaje isti te je manji od promjene temperature u poziciji 1 (w-z), slika 8-15.

U području elastične deformacije dolazi do povećanja udaljenosti između atoma niobija, dušika i ugljika. Udaljenost se povećava između atoma koji nisu vezani u precipitate i koji ne mijenjaju svoj ravnotežni položaj, odnosno nema pucanja međuatomskih veza. Time dolazi do distorzije kristalne rešetke jer su niobijevi atomi većeg promjera [178] od atoma ugljika i dušika. Niobijevi, ugljikovi i dušikovi atomi grupirat će se oko niobijevih precipitata što također uzrokuje povećanu distorziju kristalne rešetke u tome području. Na ovaj će način doći do veće koncentracije atoma oko velikog broja precipitata prisutnih u ovom području, slika 8-15. Veću koncentraciju niobija, ugljika i dušika uz precipitate potvrđuje istraživanje [73]. U istraživanju je naknadnim zagrijavanjem ispitivanog niobijem mikrolegiranoga čelika sa sitnim precipitatima veličine do 10 nm, slika 8-16, došlo do okrupnjavanja, odnosno povećanja, precipitata do veličine 40 nm. Ovo potvrđuje činjenicu da se niobijevi, ugljikovi i dušikovi atomi nalaze vrlo blizu sitnih niobijevih precipitata jer se naknadnim zagrijavanjem na više temperature vežu u veće precipitate.



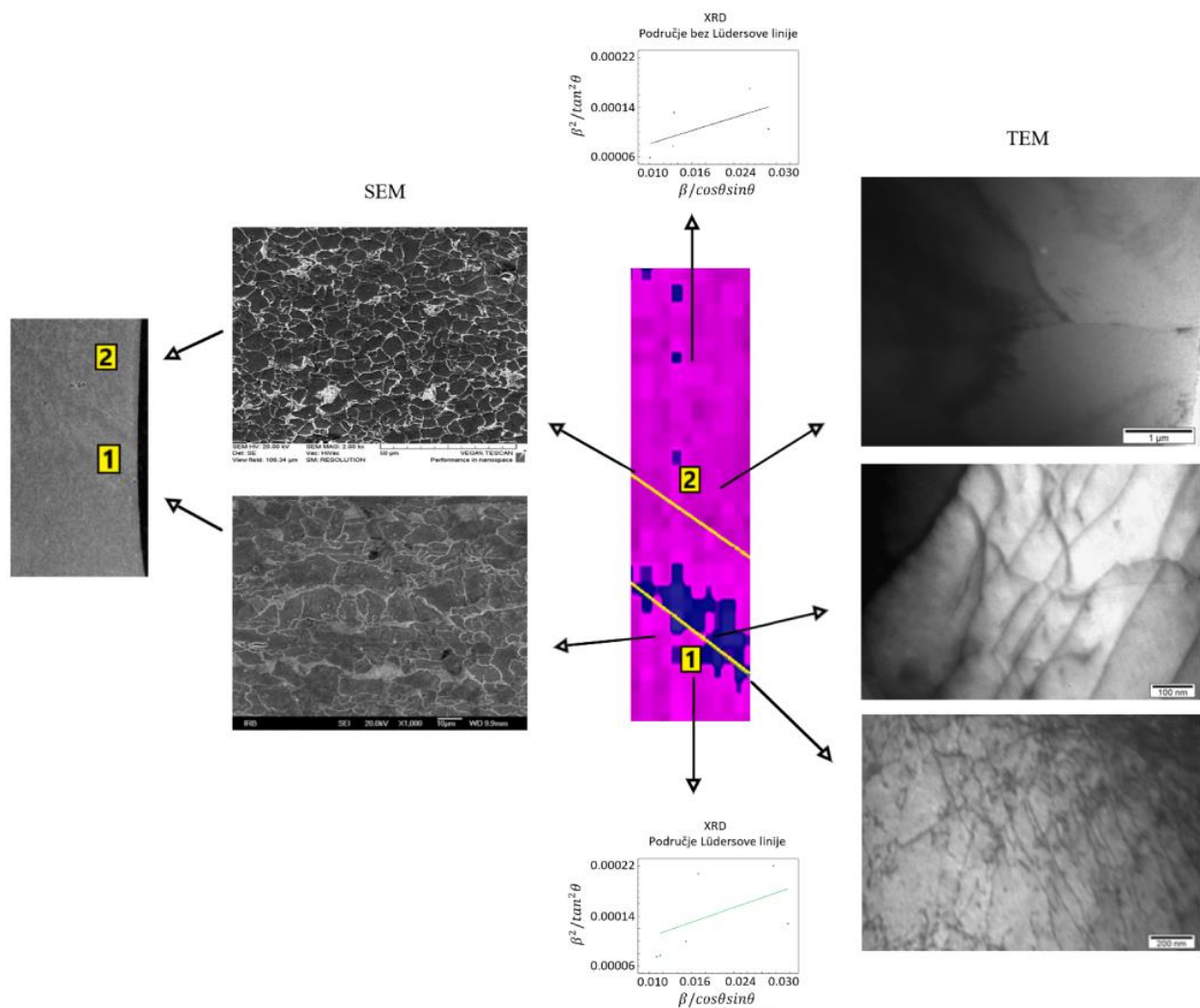


Slika 8-16. Usporedba kvalitativnih i kvantitativnih rezultata termografije i digitalne korelacije slike s tvrdoćom tijekom formiranja Lüdersove linije.

Tijekom elastične deformacije razmak između atoma se povećava te tada atomi niobija imaju veću mogućnost za kretanje s obzirom da su većeg promjera od atoma ugljika i dušika. Kretanjem atoma niobija doći će do pokretanja dislokacija, odnosno nastat će linije klizanja, čime počinje formiranje Lüdersove linije.

Budući da se atomi niobija, ugljika i dušika nakupljaju oko precipitata, dolazi se do zaključka da će u području povećane koncentracije prisutnih precipitata i njihovom interakcijom s dislokacijama doći do nastajanja Lüdersove linije.

Transmisijskom elektronskom mikroanalizom utvrđena je značajna razlika u gustoći dislokacija u području formiranja Lüdersove linije (pozicija 1), u odnosu na ostali dio zone deformacije u kojem se odvija elastična deformacija (pozicija 2), slika 8-17. Razliku u području formiranja Lüdersove linije u odnosu na ostali dio zone deformacije pokazuju i rezultati dobiveni rendgenskom difrakcijom. Rendgenskom difrakcijom utvrđena je veća distorzija kristalne rešetke u području formirane Lüdersove linije, tablica 7-2 i slika 7-86.



Slika 8-17. Usporedba rezultata mikrostrukturnih ispitivanja s mjestom formiranja Lüdersove linije.

Nakupljanje dislokacija i njihova interakcija sa sitnim deformacijom induciranim niobijevim precipitatima na granici zrna dokazana transmisijskom elektronskom mikroanalizom stvara koncentraciju naprezanja na granici zrna, slika 7-90. Na ovaj način stvorit će se izvor

novih dislokacija u susjednom zrnju. Izvor novih dislokacija u susjednom zrnju imat će interakciju sa sitnim deformacijom induciranim niobijevim precipitatima te atomima niobija, ugljika i dušika i širit će se kroz cijelo zrnjo. Proširenje kliznog naprezanja na susjedna zrna kod nehomogene deformacije potiče povećanje lokalne koncentracije naprezanja. Povećana lokalna koncentracija naprezanja uzrokovana je velikim brojem dislokacija i njihovom interakcijom sa sitnim deformacijom induciranim niobijevim precipitatima na granici zrna. Koncentracija naprezanja u tom je trenutku dovoljno velika da prenese klizanje kroz cijelo susjedno zrnjo, stoga će se deformacija brže širiti kroz zrna koja su povoljnije usmjerena. U tim zrnjima prije će se stvarati nehomogena deformacija u odnosu na ostala zrna koja imaju manje povoljnu orijentaciju gdje još nije započela nehomogena deformacija [71], što potvrđuju rezultati dobiveni pretražnom elektronskom mikroskopijom, slika 8-17.

Ovakvo ponašanje tijekom formiranja Lüdersove linije potvrđuju rezultati dobiveni EBSD analizom tijekom propagacije Lüdersove linije. Na Lüdersovoj fronti dobivena je jednaka orijentacija krupnijeg zrna za nastavak nehomogene deformacije u odnosu na sitnija zrna koja odgovaraju području neposredne blizine Lüdersove fronte. Sitnija zrna imaju drugu orijentaciju kristalne rešetke, slike 7-82 i 7-83. Na ovaj način će se određena područja s povoljnijom orijentacijom zrna za početak nehomogene deformacije brže deformirati i formirati Lüdersovu frontu u odnosu na ostalo ispitivano područje. Dokaz formiranja Lüdersove linije u području s povoljnijom orijentacijom zrna prikazana je većom usmjerenosti zrna rezultatima pretražne i transmisijske elektronske mikroskopije te rezultatima rendgenske difrakcije veće distorzije kristalne rešetke u području Lüdersove linije, slika 8-17.

Tijekom interakcije dislokacija sa sitnim deformacijom induciranim precipitatima doći će do orijentacije zrna u položaj povoljan za nastavak širenja nehomogene deformacije, odnosno Lüdersove linije. Jednako usmjeravanje dislokacija u području Lüdersove linije dokazuju rezultati dobiveni transmisijom elektronskom mikroskopijom. Naime, u području iza Lüdersove fronte kroz više zrna utvrđena je jednaka usmjerenost dislokacija, slika 7-92.

Mehanizam širenja nehomogene deformacije potvrđuju rezultati rendgenske difrakcije s obzirom da je ovom metodom utvrđena značajnija distorzija kristalne rešetke u području Lüdersove linije, tablica 7-2 i slika 8-17. Dokaz povećane distorzije kristalne rešetke u području formiranja Lüdersove linije prikazan je primjenom matematičkog modela prema jednadžbi (7-5).

Dobiven je izračun naprezanja ( $\sigma$ ) u području formiranja Lüdersove linije (pozicija 1) i području još uvijek elastične deformacije (pozicija 3).

$$\sigma = 622.9334 + 75.945\Delta T_{max} - 12078.3\varepsilon_{max} + 26.281\Delta T_{max}^2 + 281771\varepsilon_{max}^2 - 4063.16\Delta T_{max}\varepsilon_{max}$$

$$\sigma_{formiranje LL} = 622.9334 + 75.945 \cdot 0.42 - 12078.3 \cdot 0.01122 + 26.281 \cdot 0.42^2 + 281771 \cdot 0.01122^2 - 4063.16 \cdot 0.42 \cdot 0.01122 = 540.27 MPa$$

$$\sigma_{elastično područje} = 622.9334 + 75.945 \cdot (-0.75) - 12078.3 \cdot 0.0034 + 26.281 \cdot (-0.75)^2 + 281771 \cdot 0.0034^2 - 4063.16 \cdot (-0.75) \cdot 0.0034 = 523.74 MPa$$

Koristeći matematički model za izračun naprezanja ( $\sigma$ ) utvrđen je različiti iznos naprezanja u području formiranja Lüdersove linije u odnosu na područje elastične deformacije. Provedenim izračunom naprezanja ( $\sigma$ ) u području formiranja Lüdersove linije (pozicija 1) utvrđen je veći iznos naprezanja.

Veći iznosi promjene temperature, deformacije, tvrdoće i distorzije kristalne rešetke u području iza i na Lüdersovoj fronti u odnosu na područje bez nehomogene deformacije dokazuju ovaj mehanizam nastajanja i formiranja Lüdersove linije, slike 8-16 i 8-17.

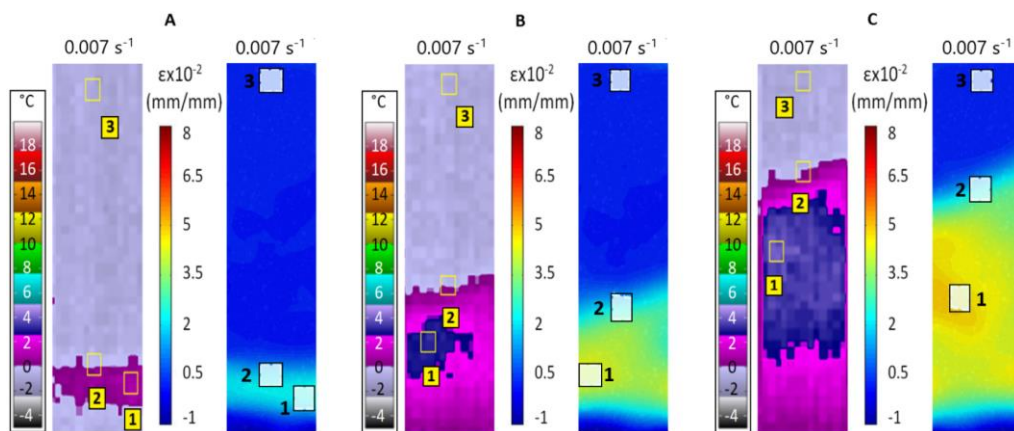
Rezultati povećane promjene temperature, odnosno naprezanja, utvrđene termografijom u području na i iza Lüdersove fronte (pozicije 1 i 2), odgovaraju području interakcije dislokacija i sitnih deformacijom induciranih niobijevih precipitata, slika 8-16. Dodatnu potvrdu prethodno navedenoj tvrdnji pridonose veći iznosi tvrdoće i distorzije kristalne rešetke u području iza i na Lüdersovoj fronti u odnosu na područje bez Lüdersove linije, slika 8-16 i 8-17. Povećana koncentracija atoma niobija, ugljika i dušika u područjima granica zrna uzrokuje povećani iznos deformacija koji su utvrđeni metodom digitalne korelacije slike u području na i iza Lüdersove fronte u odnosu na područje bez Lüdersove linije, slika 7-63. Interakcijom atoma i precipitata s dislokacijama doći će do oslobađanja dislokacija dostizanjem dovoljne energije tijekom deformacije. Kao uzrok formiranja Lüdersove linije utvrđena je interakcija dislokacija sa sitnim deformacijom induciranim precipitatima i atomima niobija, ugljika i dušika te oslobađanje dislokacija dostizanjem dovoljne energije. Tijekom formiranja Lüdersove linije dolazi do

naizmjeničnog povećanja i smanjenja iznosa naprežanja zbog zapinjanja i oslobađanja dislokacija na sitnim niobijevim precipitatima te na atomima niobija, ugljika i dušika.

### 8.3 Mehanizam propagacije Lüdersove linije

Nakon formiranja Lüdersove linije započinje njena propagacija kroz zonu deformacije. Detaljnije istraživanje propagacije Lüdersove linije provedeno je metodama termografije i digitalne korelacije slike.

Provedene su kvalitativna i kvantitativna analiza u tri karakteristične pozicije zone deformacije: A - na početku propagacije nakon formiranja, B - kod 0.013 mm ukupne deformacije i C - kod 0.026 mm/mm ukupne deformacije, slike 7-61 do 7-63. Rezultati kvalitativne analize jasno pokazuju ponašanje Lüdersove linije tijekom propagacije, slika 8-18.



Slika 8-18. Kvalitativni rezultati dobiveni metodama termografije i digitalne korelacije slike u tri ispitivane pozicije zone deformacije tijekom različitih faza propagacije Lüdersove linije pri brzini deformacije  $v_2$ .

Slika 8-18 jasno ukazuje da su najveći iznosi promjene temperature i deformacija u poziciji 1 iza Lüdersove fronte. U poziciji 1 iza Lüdersove fronte utvrđeni su maksimalni iznosi promjene temperature (4 °C), slika 7-62 a, i deformacija (0.048 mm/mm), slika 7-63 a, u točki C tijekom propagacije Lüdersove linije. Područje pozicije 3 ne pokazuje promjene u iznosima promjene temperature i deformacija. Rezultatima kvalitativne analize termografije i digitalne korelacije slike utvrđeno je da tijekom propagacije Lüdersove linije (točke A-C) dolazi do

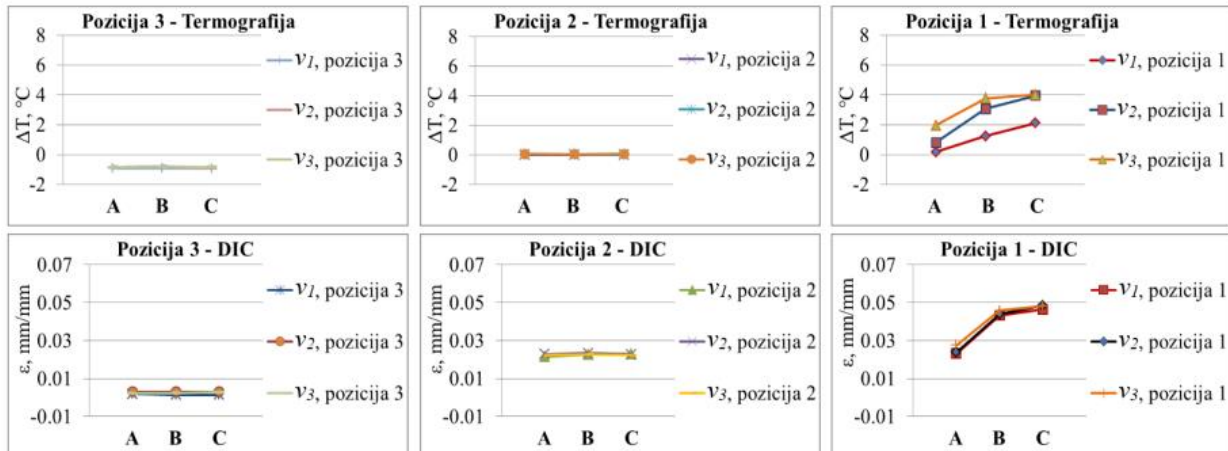
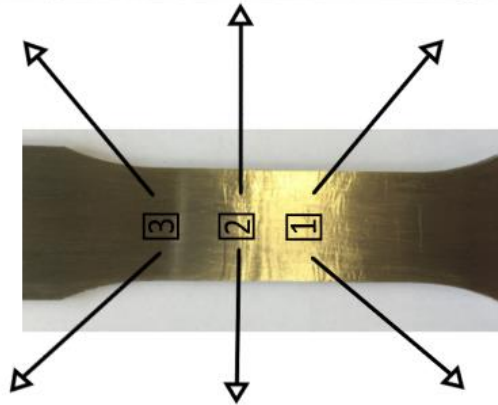
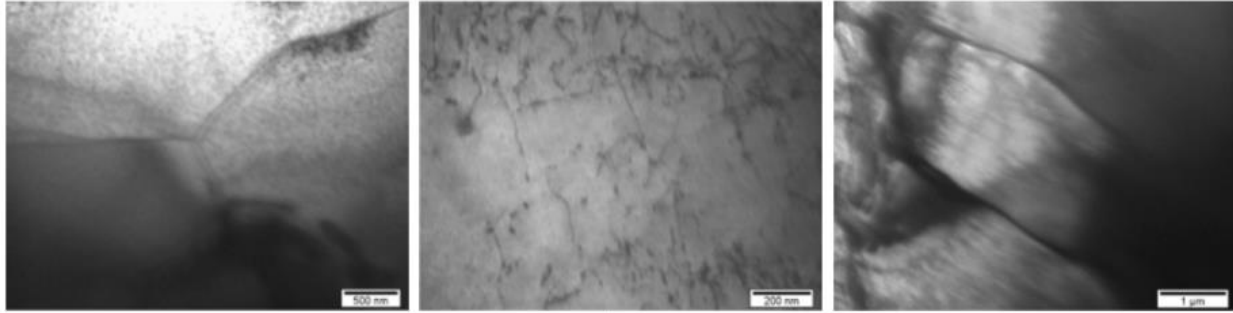
porasta iznosa promjene temperature, odnosno naprezanja, i deformacija iza Lüdersove fronte u poziciji 1.

Dokazano je da nakon formiranja Lüdersove linije, na mjestu najvećih naprezanja u zoni deformacije Lüdersova linija započinje propagaciju pod jednakim ili približno jednakim kutom od  $45^\circ$ . Kod analize Lüdersove linije termografijom i digitalnom korelacijom slike utvrđeno je da je područje Lüdersovih deformacija okarakterizirano Lüdersovom frontom i područjem izvršene deformacije iza Lüdersove fronte. Važno je napomenuti da Lüdersova fronta uvijek odvajava dio zone deformacije u kojem se odvija elastična deformacija od onog dijela u kojem je Lüdersova linija ispropagirala. Na tom se dijelu odvija plastična deformacija, slika 8-18.

Metodom rendgenske difrakcije provedena su mjerenja promjene deformacije, odnosno distorzije kristalne rešetke, u području s Lüdersovom linijom i bez Lüdersove linije, slika 7-85. Utvrđeni su veći iznosi deformacije u području Lüdersove linije u odnosu na područje bez Lüdersove linije, tablica 7-2. Veća distorzija kristalne rešetke u području Lüdersove linije ukazuje na prisutnost veće gustoće dislokacija i naprezanja.

Transmisijskom elektronskom mikroanalizom utvrđena je veća gustoća dislokacija u području s Lüdersovom linijom, slike 7-90 do 7-91, u odnosu na područje bez Lüdersove linije, slika 7-89. Ovo potvrđuje rezultate dobivene metodama termografije i digitalne korelacije slike pri brzini deformacije  $v_2$ , slike 7-62 i 7-63. Termografijom i digitalnom korelacijom slike pri brzini deformacije  $v_2$  dokazani su veći iznosi promjene temperature, odnosno naprezanja, i deformacija u području Lüdersove linije tijekom propagacije Lüdersove linije. U području u kojem još nije ispropagirala Lüdersova linija ti iznosi su manji, slike 7-62 i 7-63. Iste zakonitosti promjene temperature i deformacije vrijede i kod ostale dvije brzine deformacije  $v_1$  i  $v_3$ . Usporedba rezultata termografije i digitalne korelacije slike u odabranim pozicijama prikazana je na slici 8-19.

Područje iza Lüdersove fronte ima veće iznose tvrdoće, slika 7-87, u odnosu na područje bez Lüdersove linije što dodatno potvrđuje prisutnost veće gustoće dislokacija i distorzije kristalne rešetke u području Lüdersove linije.



Slika 8-19. Usporedba mikrostrukture i kvantitativnih rezultata termografijom i digitalnom korelacijom slike u području pozicije 1 (iza Lüdersove fronte), pozicije 2 (na Lüdersovoj fronti) i pozicije 3 (ispred Lüdersove fronte).

Rezultati transmisijske elektronske mikroanalize, slika 7-89, ukazuju da ispred Lüdersove fronte, pozicija 3, nema pojave dislokacija osim pojedinih područja u kojima dolazi do početka formiranja dislokacija. Naime, u ovom području još nije ispropagirala Lüdersova linija. Uznapredovalo formiranje dislokacija utvrđeno je na Lüdersovoj fronti u poziciji 2, slike 7-90 i 7-91. Područje Lüdersove fronte, pozicija 2, otkriva veliku gustoću dislokacija i njihovu

interakciju sa sitnim deformacijom induciranim niobijevim precipitatima. Utvrđeno je da na Lüdersovoj fronti uz granicu zrna, slika 7-90, dolazi do postepenog usmjeravanja dislokacija. Usmjeravanje dislokacija nastaje zbog njihove interakcije sa sitnim deformacijom induciranim niobijevim precipitatima te atomima niobija, ugljika i dušika. Daljnjim uznapredovalim usmjeravanjem dislokacija s povećanjem stupnja deformacije u području iza Lüdersove fronte, pozicija 1, utvrđena je veća gustoća jednako usmjerenih dislokacija, slika 7-92. Usporedba rezultata transmisivne elektronske mikroanalize prikazana je na slici 8-19.

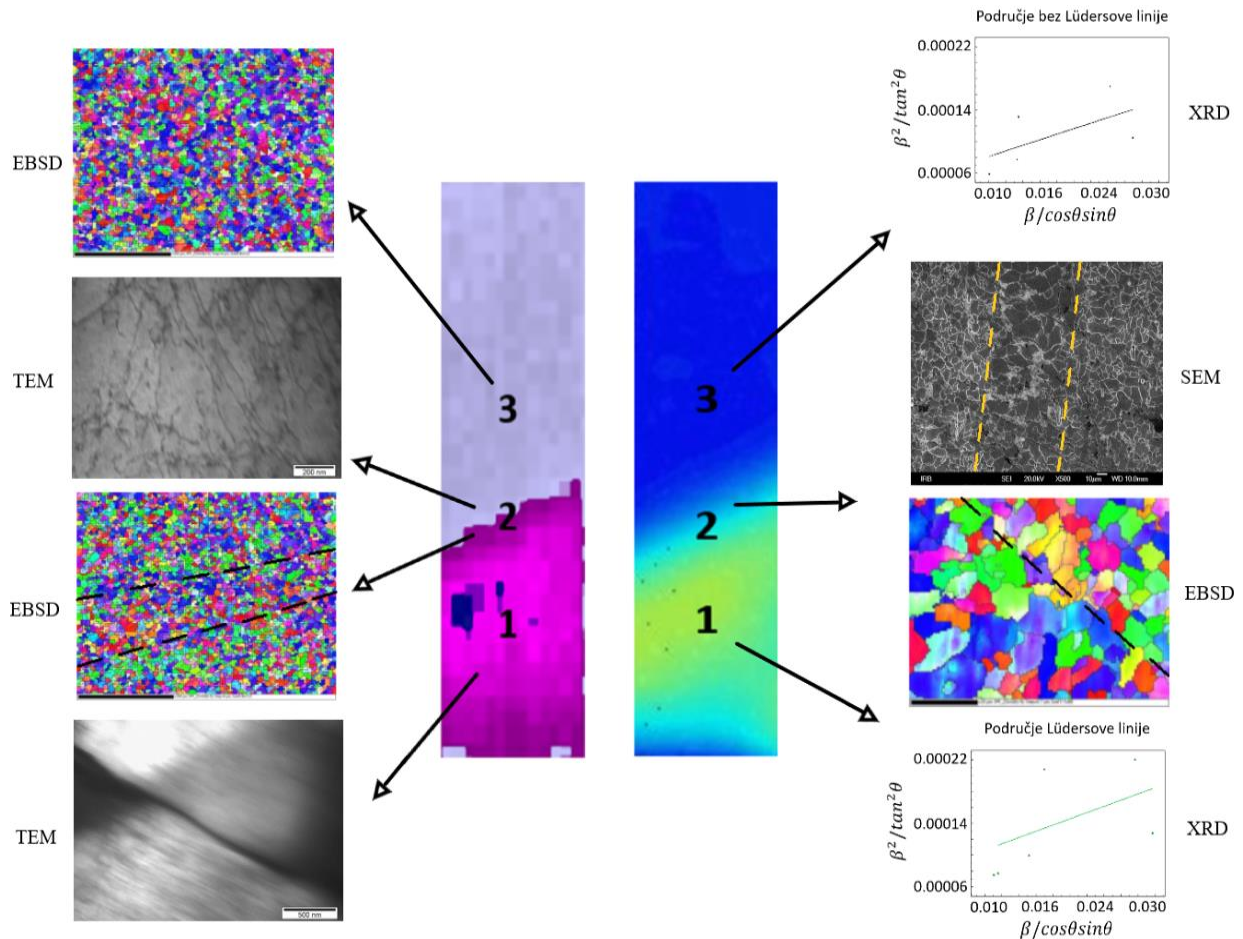
Povećanjem napreznja rast će i gustoća pokretnih dislokacija što odgovara rezultatima dobivenima u području s Lüdersovom linijom, odnosno na i iza Lüdersove fronte. U području s Lüdersovom linijom utvrđene su veće promjene temperature, odnosno napreznja, u odnosu na područje bez Lüdersove linije, ispred Lüdersove fronte, slika 8-19.

Sukladno prethodno navedenom, veća distorzija kristalne rešetke tijekom propagacije bit će u području Lüdersove linije u odnosu na područje bez Lüdersove linije zbog pojave veće gustoće pokretnih dislokacija. Dislokacije su u interakciji sa sitnim deformacijom induciranim niobijevim precipitatima te atomima niobija, ugljika i dušika što potvrđuje veća tvrdoća, distorzija kristalne rešetke i gustoća dislokacija u području Lüdersove linije, tablica 7-2, i slike 8-16 i 8-19. U isto vrijeme, povećanjem gustoće pokretnih dislokacija u čeliku dolazi do smanjenja razmaka između pokretnih dislokacija tijekom deformacije. Može se zaključiti da će u području s Lüdersovom linijom tijekom propagacije biti manje slobodnih mjesta za slobodno kretanje dislokacija. Ovo dokazuje da će u tome području doći do povećanja napreznja, a oslobađanjem dislokacija i do veće deformacije.

U području u kojem je ispropagirala Lüdersova linija prisutna je veća usmjerenost zrna zbog veće distorzije kristalne rešetke u odnosu na područje bez Lüdersove linije. Veća distorzija kristalne rešetke utvrđena je većim iznosom deformacije metodom rendgenske difrakcije, tablica 7-2 i slika 8-20. Dobiveni rezultati rendgenskom difrakcijom potvrđeni su EBSD analizom. EBSD analizom otkrivena je različita orijentacija kristalnih zrna na Lüdersovoj fronti, ali i u području neposredne blizine ispred i iza Lüdersove fronte. Različita orijentacija kristalnih zrna na Lüdersovoj fronti te u njenoj neposrednoj blizini potvrđuju pojavu distorzije kristalne rešetke dobivenu metodom rendgenske difrakcije, tablica 7-2 i slika 7-82. Pojava usmjerenosti zrna na Lüdersovoj fronti odgovara ravnini (111) (plava zrna), a u neposrednoj blizini ispred i iza



Lüdersove fronte odgovara ravnini (101) (zelena zrna), slika 7-82. Ispitivanja na pretražnom elektronskom mikroskopu potvrdila su da na Lüdersovoj fronti postoji usmjerenost zrna, slika 7-80. Rezultati dobiveni metodama rendgenske difrakcije i EBSD analize potvrđuju rezultate dobivene termografijom i digitalnom korelacijom slike. Utvrđena je razlika u iznosima promjene temperature, odnosno naprezanja, i deformacija između Lüdersove fronte te neposredne blizine ispred i iza Lüdersove fronte, slike 7-73 i 7-74.



Slika 8-20. Usporedba rezultata termografije, digitalne korelacije slike, XRD rendgenske difrakcije, EBSD analize i mikrostrukture u području pozicije 1 (iza Lüdersove fronte), pozicije 2 (na Lüdersovoj fronti) i pozicije 3 (ispred Lüdersove fronte).

Ispitivanjima transmisijskom elektronskom mikroskopijom dokazano je da na Lüdersovoj fronti, slike 8-20, dolazi do postepenog usmjeravanja dislokacija. Interakcija dislokacija sa sitnim deformacijom induciranim niobijevim precipitatima te atomima niobija, ugljika i dušika

uzrok je usmjeravanja dislokacija. Interakcija dislokacija sa sitnim deformacijom induciranim niobijevim precipitatima te atomima niobija, ugljika i dušika na Lüdersovoj fronti uzrokuje distorziju kristalne rešetke i time postepeno usmjeravanje zrna, slike 8-20. Činjenica da dolazi do postepenog jednakog usmjeravanja dislokacija kroz više zrna iza Lüdersove fronte, što odgovara području Lüdersove linije, dokazano je ispitivanjem na transmisijskom elektronskom mikroskopu, slike 8-19 i 8-20.

Pretražnim elektronskim mikroskopom otkriveno je postojanje krupnijih zrna koja odgovaraju Lüdersovoj fronti te sitnijih zrna koja odgovaraju području neposredne blizine ispred i iza Lüdersove fronte, slika 8-20. Pojava krupnijih zrna na Lüdersovoj fronti i sitnijih zrna u neposrednoj blizini Lüdersove fronte imaju za posljedicu razlike u iznosima promjene temperature, odnosno naprežanja, i deformacija. Ovo dokazuju razlike dobivene metodama termografije i digitalne korelacije slike na Lüdersovoj fronti te u neposrednoj blizini ispred i iza Lüdersove fronte, slike 7-73 i 7-74. Krupnija zrna na Lüdersovoj fronti, kao i sitnija zrna u neposrednoj blizini ispred i iza Lüdersove fronte tijekom propagacije, povezana su s kretanjem i nestajanjem granice zrna do koje dolazi zbog distorzije kristalne rešetke. Kod malih deformacija moguće je da tijekom razvlačenja ispitnih uzoraka unesena energija deformira pojedina zrna različito zbog orijentacije kristalnih ravnina. U trenutku kada se poklope ravnine dva susjedna zrna ili dva subzrna unutar jednog zrna, dolazi do nestajanja granice zrna i/ili subzrna i nastaje jedno krupnije zrno iste orijentacije, slika 8-20.

Pojava krupnijih zrna na Lüdersovoj fronti te sitnijih zrna u neposrednoj blizini ispred i iza Lüdersove fronte potvrđena je EBSD analizom, slika 7-84. Prethodno navedeno nestajanje granica zrna zbog poklapanja kristalnih ravnina dvaju susjednih zrna i/ili subzrna također potvrđuje EBSD analiza. Na Lüdersovoj fronti otkrivena su krupnija zrna približno jednake orijentacije. Ovaj način nastajanja Lüdersove fronte i propagacije dodatno potvrđuje veća distorzija kristalne rešetke u području Lüdersove linije, tablica 7-2 i slika 8-20. Nastavak deformacije i širenje Lüdersove fronte odvijat će se prethodno navedenim mehanizmom uz povećanje naprežanja te kretanjem i umnožavanjem dislokacija. Umnožavanjem dislokacija doći će do interakcije sa sitnim niobijevim precipitatima na Lüdersovoj fronti što je dokazano transmisijskom elektronskom mikroskopijom, slike 8-19 i 8-20, te atomima niobija, ugljika i dušika. Povećanjem naprežanja zbog djelovanja sile u zrnu, doći će do povećanja gustoće

dislokacija te njihove interakcije sa sitnim niobijevim precipitatima i atomima niobija, ugljika i dušika. Zbog toga će se značajnije povećati naprezanje uz granicu zrna i/ili između dva subzrna. Veliki broj jednako usmjerenih dislokacija dokazan je transmisijskom elektronskom mikroskopijom uz granicu zrna što dokazuje značajnije usmjeravanje dislokacija na granici zrna u odnosu na unutrašnjost zrna, slika 7-90. Povećanje naprezanja uz granicu zrna povećat će naprezanje koje aktivira izvore dislokacija susjedne granice zrna [71]. Daljnjim povećanjem sile povećat će se i deformacija pri čemu će doći do rotiranja susjednog zrna u položaj povoljan za nastajanje i daljnje širenje Lüdersove fronte uz nestajanje granice između pojedinih zrna.

Na Lüdersovoj fronti, slika 7-90, utvrđene su pokretne dislokacije u jednom zrnu koje se kreću prema granici zrna. Na granici zrna postepeno se usmjeravaju u smjeru Lüdersove fronte, slika 7-90. Međutim, istovremeno veća gustoća dislokacija na granici zrna ima i intenzivnu interakciju sa sitnim deformacijom induciranim niobijevim precipitatima te atomima ugljika, dušika i niobija. U trenutku oslobađanja dislokacija od atoma niobija, ugljika i dušika dislokacije će se nastaviti kretati na granici zrna te će se stvarati dodatna naprezanja i na taj način utjecati na kretanje granica zrna.

Difuzija atoma ugljika i dušika kroz granicu zrna, odnosno kretanje granice zrna, drugi je način s kojim se povezuje nastajanje krupnijih zrna na Lüdersovoj fronti, odnosno propagacija Lüdersove linije. Prijašnje teorije o kretanju granica zrna navode da se granice zrna mogu kretati s obzirom na kretanje atoma iz jednog zrna u susjedno zrno kada je broj atoma koji napušta jedno zrno i priključuje se drugom zrnu veći od broja atoma koji se kreće u suprotnom smjeru [54]. Brzina kretanja atoma bit će veća na granicama zrna u odnosu na unutrašnjost zrna ako se zamisli da je na granici zrna veća prisutnost praznina. Veća prisutnost praznina na granici zrna postoji s obzirom na određeni kut između granice dvaju različito orijentiranih zrna [54]. Mehanizam navedenog načina kretanja granice zrna difuzijom otopljenih atoma ugljika i dušika, koji su manji od atoma željeza [54], [179] i atoma niobija [178], može se povezati s pojavom veće koncentracije naprezanja, odnosno nehomogene deformacije, na granicama zrna čelika. Pri tome će doći do veće difuzije otopljenih atoma ugljika i dušika iz jednog zrna u drugo što će uzrokovati kretanje granice zrna. U tome trenutku povećat će se krupnija zrna u odnosu na susjedna sitnija zrna koja će se smanjivati. Prethodno postavljeni mehanizam nastajanja krupnijeg zrna na Lüdersovoj fronti potvrđuju rezultati EBSD analize i pretražne elektronske

mikroskopije. Ovim metodama prethodno je utvrđena prisutnost krupnijih zrna na Lüdersovoj fronti u odnosu na područje neposredne blizine Lüdersove fronte gdje su prisutna sitnija zrna, slika 8-20.

Krupnije zrno, koje ima manju unutarnju energiju, će, s obzirom na manju gustoću dislokacija u odnosu na sitnije zrno, širiti svoju granicu zrna nauštrb sitnijeg zrna. Naime, u sitnijem zrnu prisutan je veći tlak u odnosu na krupnije zrno [180]. S obzirom na veći tlak u sitnijem zrnu, atomi sitnijeg zrna težit će prolasku kroz granicu zrna i izlasku u okolnu matricu krupnijeg zrna. U tome trenutku postojat će tok atoma iz područja višeg tlaka u područje nižeg tlaka, odnosno iz područja sitnijeg zrna u područje krupnijeg zrna. U krupnijem zrnu bit će prisutna veća subzrna na granici zrna uz manju gustoću dislokacija u odnosu na sitnije zrno [54] stoga će, s obzirom na prethodno navedeni mehanizam, doći do povećanja krupnijeg zrna nauštrb sitnijeg zrna.

Mehanizam difuzije atoma uzrokovan razlikom tlakova može se povezati s dobivenim rezultatima pretražne elektronske mikroskopije i EBSD analize. Atomi ugljika i dušika iz sitnijeg zrna brže će difundirati kroz granicu zrna u krupnije zrno zbog razlike tlakova između dva susjedna zrna. Napredovanjem mehanizma difuzije atoma na Lüdersovoj fronti doći će do postupne pojave krupnijih zrna nauštrb sitnijih zrna. Posljedica mehanizma difuzije atoma i širenja Lüdersove fronte je nastajanje slojeva između krupnijih i sitnijih zrna utvrđenih pretražnom elektronskom mikroskopijom i EBSD analizom, slika 8-20. Slojevi sitnijih zrna prisutnih uz krupnija zrna Lüdersove fronte posljedica su nakupljanja velikog broja dislokacija u sitnijim zrnima zbog navedene difuzije atoma ugljika i dušika iz sitnijeg u krupnije zrno. Utvrđeni slojevi krupnijih i sitnijih zrna mogu se povezati s rezultatima dobivenima metodama termografije i digitalne korelacije slike. Manifestiraju se kao područja različitog lokalnog napreznja i deformacija. Tada se pojavljuje lokalno nehomogena raspodjela napreznja i deformacija iza Lüdersove fronte izmjerena termografijom i digitalnom korelacijom slike, slike 7-18 do 7-20 i 7-38 do 7-40.

Prisutnost većih područja perlita u krupnijim zrnima na Lüdersovoj fronti i sitnijim zrnima uz Lüdersovu frontu, u odnosu na početno stanje mikrostrukture čelika, može se povezati s difuzijom atoma ugljika i dušika kroz granicu zrna i kretanjem granice zrna. Difuzijom atoma

ugljika i dušika, koji prolaze kroz granice zrna i ulaze u susjedna zrna, dolazi do njihovog nakupljanja na područjima gdje je prisutan perlit.

Osim povećanja zrna i stvaranja većeg kuta granice zrna te povećanja energije na granici zrna, moguće dodatno povećanje distorzije kristalne rešetke uzrokuju atomi niobija koji su veći od atoma ugljika i dušika [180]. Prisustvom atoma niobija dolazi do pojave veće energije koja se prenosi prilikom elastičnog sudara s atomima kristalne rešetke (Fe) u odnosu na sudar između atoma kristalne rešetke (Fe) i ugljika gdje će se pojaviti manja energija.

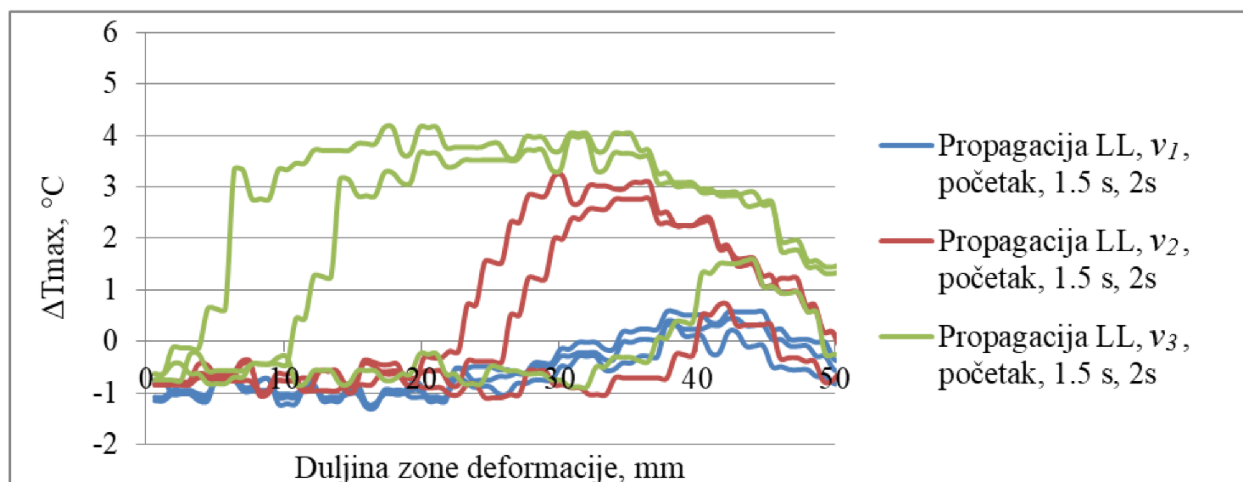
Energija povećana zbog atoma niobija dovest će do povećanja oscilacija atoma u rešetki, a pri tome će doći do značajnijeg povećanja distorzije kristalne rešetke. Dostizanjem dovoljne energije za pomicanjem atoma niobija, koji su veći od atoma ugljika i dušika, dolazi do povećane distorzije kristalne rešetke. S obzirom da će doći do pomicanja atoma niobija, u tome trenutku doći će do pojave klizanja i daljnjeg širenja Lüdersove fronte, odnosno propagacije Lüdersove fronte.

### **8.3.1 Utjecaj brzine i stupnja deformacije na propagaciju Lüdersove linije**

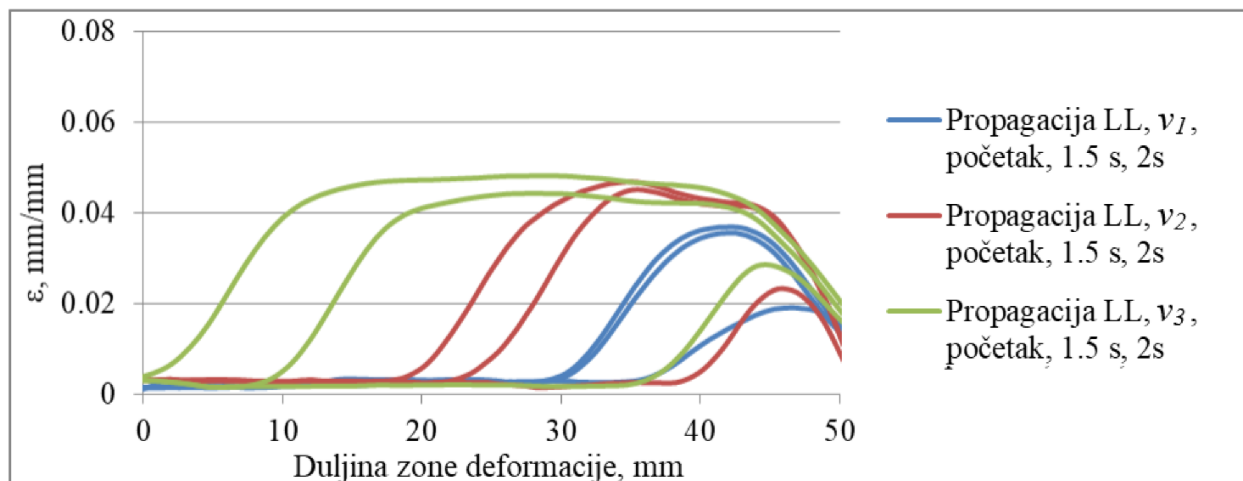
Istraživanja su pokazala da brzina deformacije nema utjecaj na pojavu Lüdersove linije. Međutim, provedena istraživanja pokazala su da brzina deformacije ima utjecaj na propagaciju Lüdersove linije.

Prijašnja istraživanja utvrdila su da brzina deformacije ima određeni utjecaj na propagaciju Lüdersove linije. Utvrđeno je kako mijenjanje brzine deformacije [73], [74] uzrokuje promjene u brzini propagacije Lüdersove linije, što je potvrđeno ovim istraživanjem.

Istraživanja su provedena na čeliku s 0.048% Nb na kojemu je napravljena detaljnija analiza utjecaja brzine deformacije. Rezultati kvantitativne linijske analize promjene temperature i deformacija tijekom propagacije Lüdersove linije pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  prikazani su na slikama 7-58 i 7-59. Njihova usporedba prikazana je slikama 8-21 i 8-22.



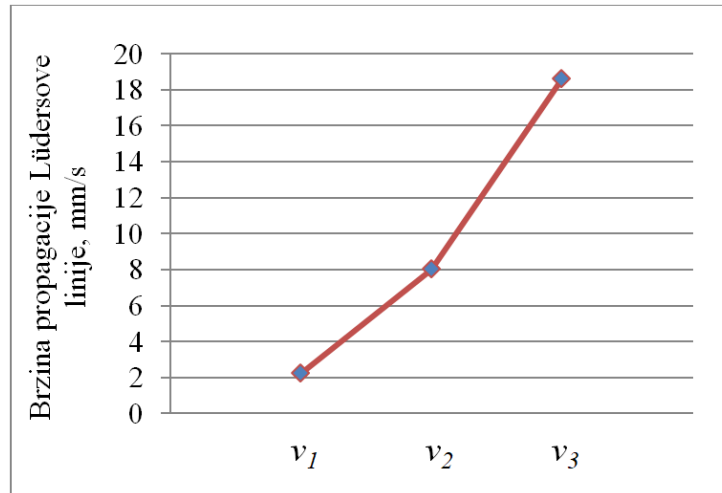
Slika 8-21. Usporedba rezultata kvantitativne linijske analize promjene temperature tijekom propagacije Lüdersove linije (LL) pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  na početku, nakon 1.5 s i 2 s propagacije Lüdersove linije.



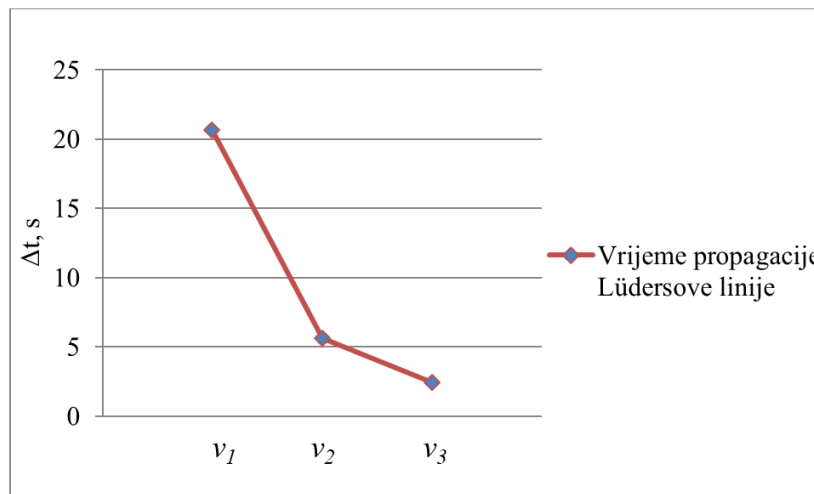
Slika 8-22. Usporedba rezultata kvantitativne linijske analize iznosa deformacija tijekom propagacije Lüdersove linije (LL) pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  na početku, nakon 1.5 s i 2 s propagacije Lüdersove linije.

Na slikama 8-21 i 8-22 se vidi da povećanjem brzine razvlačenja, odnosno brzine deformacije ( $v_1$  do  $v_3$ ), raste i brzina formiranja zone deformacije, odnosno propagacije Lüdersove linije, što potvrđuje rezultate istraživanja [73], [74]. Veća brzina propagacije Lüdersove linije potvrđena je kod većih brzina deformacije  $v_2$  i  $v_3$  u odnosu na brzinu  $v_1$ , slika 8-

23. Dobivenim rezultatima potvrđeno je da se povećanjem brzine deformacije vrijeme propagacije Lüdersove linije smanjuje, slika 8-24.



Slika 8-23. Brzina propagacije Lüdersove linije kroz zonu deformacije pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  kod Nb čelika s 0.048% Nb.



Slika 8-24. Vrijeme propagacije Lüdersove linije kroz zonu deformacije pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  kod Nb čelika s 0.048% Nb.

Promatranjem duljine propagacije Lüdersove linije kod različitih brzina deformacije u točkama ukupne deformacije (B i C) tijekom propagacije Lüdersove linije, slike 7-61 b i 7-61 c, uočavaju se razlike. Dolazi se do zaključka da će kod iste točke (B ili C), Lüdersova linija više ispropagirati kod manje brzine deformacije, slike 7-65 i 7-66. Razlog ovakvog ponašanja čelika

tijekom propagacije Lüdersove linije leži u činjenici da su kod većih brzina deformacije utvrđeni veći iznosi promjene temperature i deformacija u području iza Lüdersove fronte. S obzirom da su u točkama B i C uzeti ukupni iznosi deformacije kroz cijelu zonu deformacije, jasno je da će u tom slučaju Lüdersova linija po duljini manje ispropagirati kod većih brzina deformacije. Naime, Lüdersova linija će u tome trenutku dosegnuti kraću duljinu propagacije zbog koncentriranja većih lokalnih iznosa naprezanja i deformacija u kraćem dijelu iza Lüdersove fronte pri većim brzinama deformacije, slike 7-65 i 7-66.

Ispitivanje pojedinih područja zone deformacije tijekom propagacije Lüdersove linije provedeno je na način da su odabrane tri pozicije u kojima su ispitivani iznosi promjene temperature i deformacija. Pozicija 1 odnosi se na područje iza Lüdersove fronte, ali na mjestu maksimalnog iznosa deformacije. Pozicije 2 i 3 nalaze se u istoj ravnini po sredini zone deformacije, slika 8-18. Područje na Lüdersovoj fronti, pozicija 2, i područje ispred Lüdersove fronte, pozicija 3, prikazuje slika 8-18.

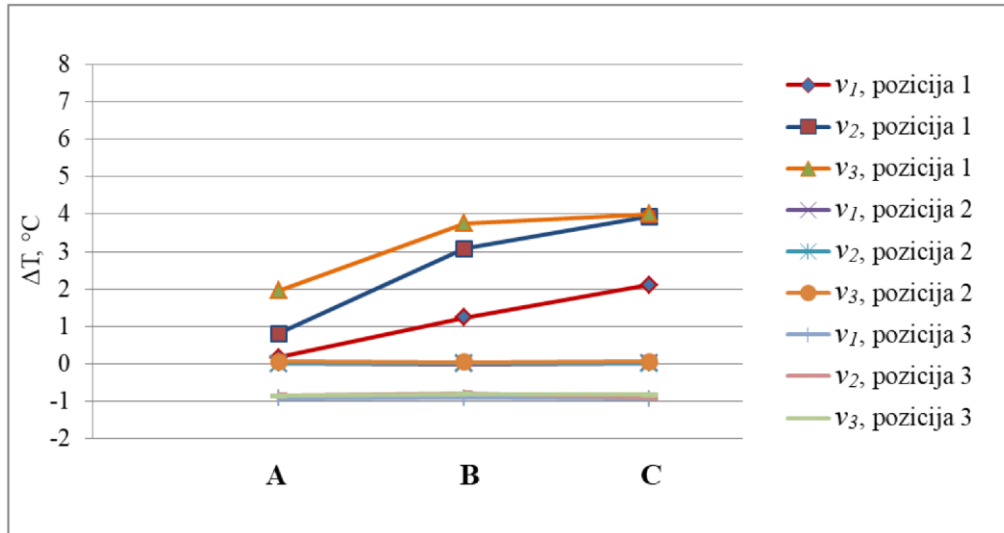
Kvalitativni rezultati pokazali su razlike u iznosima promjene temperature i deformacija u tri ispitivane pozicije zone deformacije tijekom različitih faza propagacije Lüdersove linije u točkama A-C, slika 7-61.

Jasno je prikazano da postoji utjecaj brzine deformacije na propagaciju Lüdersovih linija u lokalnim ispitivanim područjima zone deformacije, slika 7-61. Veći porast promjene naprezanja, odnosno promjene temperature, utvrđen je u području iza Lüdersove fronte (pozicija 1) kod svih brzina ispitivanja. Najveći porast promjene naprezanja kod pozicije 1 iza Lüdersove fronte zabilježen je kod najveće brzine deformacije  $v_3$ . Utjecaj brzine deformacije na iznose deformacija znatno je manji, ali ipak postoji.

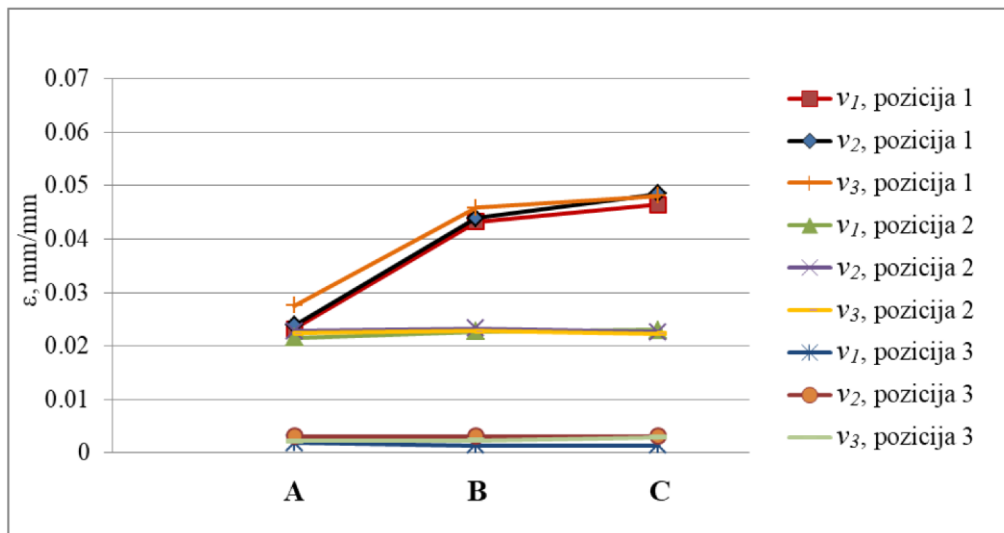
Povećanjem iznosa ukupne deformacije, odnosno stupnja deformacije (točke A-C), kod svih brzina deformacija dolazi do promjene naprezanja i iznosa deformacija iza Lüdersove fronte (pozicija 1), slika 8-18. U pozicijama 2 i 3 na i ispred Lüdersove fronte kvalitativnom analizom termografijom i digitalnom korelacijom slike nisu utvrđene promjene naprezanja i iznosa deformacije s porastom brzine deformacije kod točaka A-C.



Usporedbom kvantitativnih rezultata analizirane su vrijednosti lokalnih promjena temperature i iznosa deformacija u pozicijama 1, 2 i 3 pri različitim brzinama deformacija  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  u različitim stupnjevima deformacije (A-C), slike 8-25 i 8-26.



Slika 8-25. Usporedba kvantitativnih rezultata promjena temperature u pozicijama 1, 2 i 3 pri različitim brzinama deformacija  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  kod stupnjeva deformacije (točke A-C).



Slika 8-26. Usporedba kvantitativnih rezultata promjene deformacija u pozicijama 1, 2 i 3 pri različitim brzinama deformacija  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  kod stupnjeva deformacije (točke A-C).

Kvantitativni rezultati potvrđuju kvalitativne rezultate s obzirom da u području iza Lüdersove fronte (pozicija 1) povećanje brzine deformacije ima utjecaj na promjene naprezanja

kod propagacije Lüdersovih linija. Povećanjem brzine deformacije ( $v_2$  i  $v_3$ ) veće su i značajnije promjene temperature, odnosno naprezanja, u odnosu na manju brzinu deformacije  $v_1$  kod svih ispitivanih točaka (A-C), tijekom propagacije Lüdersove linije, slika 8-25.

Promjene iznosa deformacije manje su s povećanjem brzine deformacije. Maksimalni iznosi deformacija u području pozicije 1 iza Lüdersove fronte u točki A veći su za 0.004 mm/mm kod veće brzine deformacije ( $v_3$ ) u odnosu na manje brzine deformacije  $v_1$  i  $v_2$ . Kod točke B iznosi deformacija u poziciji 1 veći su za 0.002 mm/mm kod najveće brzine deformacije  $v_3$ , slika 8-26. Kod veće ukupne deformacije (točka C) zabilježeni su veći iznosi deformacija od 0.002 mm/mm kod brzina deformacije  $v_2$  i  $v_3$  u odnosu na brzinu deformacije  $v_1$ , slika 8-26.

Ukoliko se promatra promjena naprezanja kod iste brzine deformacije, ali kod različitih točaka ukupne deformacije (A-C), odnosno kod različitih stupnjeva deformacije, mogu se opaziti sljedeće promjene. Jasno je vidljivo da su promjene naprezanja i iznosi deformacija veće kod točke C u odnosu na točke A i B u poziciji 1 iza Lüdersove fronte. Slijedom navedenog može se zaključiti da promjene naprezanja i iznosi deformacija u poziciji 1 iza Lüdersove fronte rastu s porastom stupnja deformacije od točke A do točke C.

Kao dokaz porasta naprezanja iza Lüdersove fronte u poziciji 1 s porastom stupnja deformacije primijenjen je matematički model prema jednadžbi (7-6) dobiven za izračun naprezanja ( $\sigma$ ) tijekom propagacije Lüdersove linije.

$$\sigma = 640.894 - 90.392\Delta T_{max} - 1049.07\varepsilon_{max} - 86.8013\Delta T_{max}^2 - 399310\varepsilon_{max}^2 + 13425.7\Delta T_{max}\varepsilon_{max}$$

$$\sigma_{točka A,propagacija LL} = 640.894 - 90.392 \cdot 0.76 - 1049.07 \cdot 0.0234 - 86.8013 \cdot 0.76^2 - 399310 \cdot 0.0234^2 + 13425.7 \cdot 0.76 \cdot 0.0234 = 517.63 MPa$$

$$\sigma_{točka B,propagacija LL} = 640.894 - 90.392 \cdot 3.04 - 1049.07 \cdot 0.044 - 86.8013 \cdot 3.04^2 - 399310 \cdot 0.044^2 + 13425.7 \cdot 3.04 \cdot 0.044 = 540.52 MPa$$

$$\sigma_{točka c,propagacija LL} = 640.894 - 90.392 \cdot 3.42 - 1049.07 \cdot 0.047 - 86.8013 \cdot 3.42^2 - 399310 \cdot 0.047^2 + 13425.7 \cdot 3.42 \cdot 0.047 = 543.16 MPa$$

Provedenim izračunom naprezanja ( $\sigma$ ) u trenutku početka propagacije Lüdersove linije (točka A) i tijekom propagacije Lüdersove linije (točke B i C) utvrđen je veći iznos naprezanja u točkama B i C pri većem stupnju deformacije. Najveće naprezanje dobiveno je za najveći stupanj deformacije (točka C).

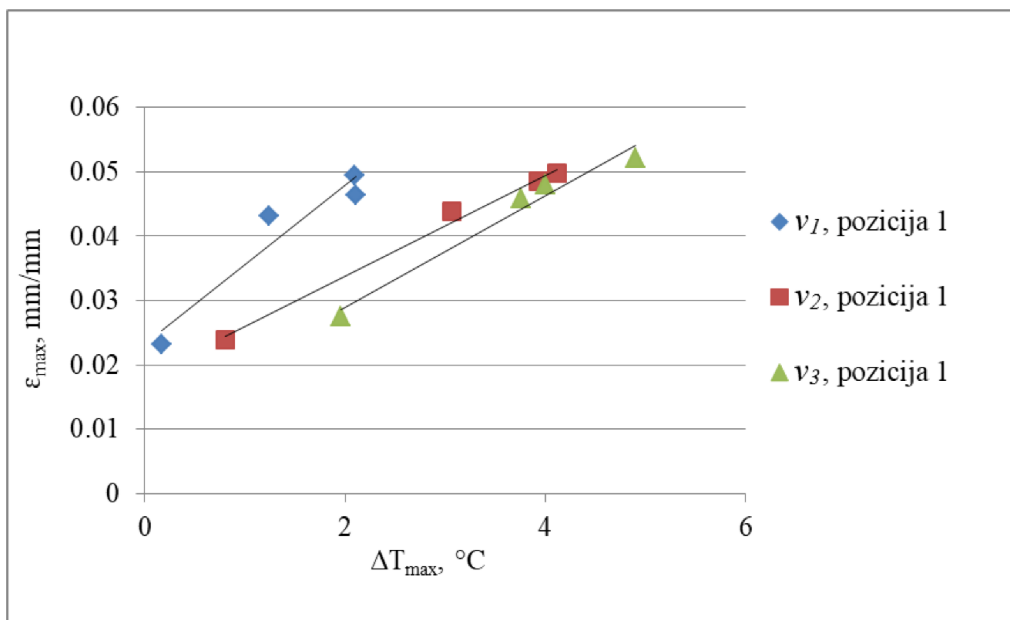
Na Lüdersovoj fronti, pozicija 2, nema promjena temperature, odnosno naprezanja, i iznosa deformacije s povećanjem brzine deformacije u točkama A-C u područjima ispitivanja, slika 8-18. Iz navedenog se može izvesti zaključak da tijekom propagacije Lüdersove linije postoji isti iznos deformacije na Lüdersovoj fronti, slike 8-25 i 8-26.

U području ispred Lüdersove fronte, pozicija 3, nema promjena temperature, odnosno naprezanja, i iznosa deformacije s povećanjem brzine deformacije, slike 8-25 i 8-26. Povećanjem stupnja deformacije od točke A do točke C, odnosno propagacijom Lüdersove linije, ne postoje razlike u promjenama temperature, odnosno naprezanja, i iznosa deformacija u poziciji 3 ispred Lüdersove fronte stoga se može izvesti zaključak da se ispred Lüdersove fronte odvija samo elastična deformacija.

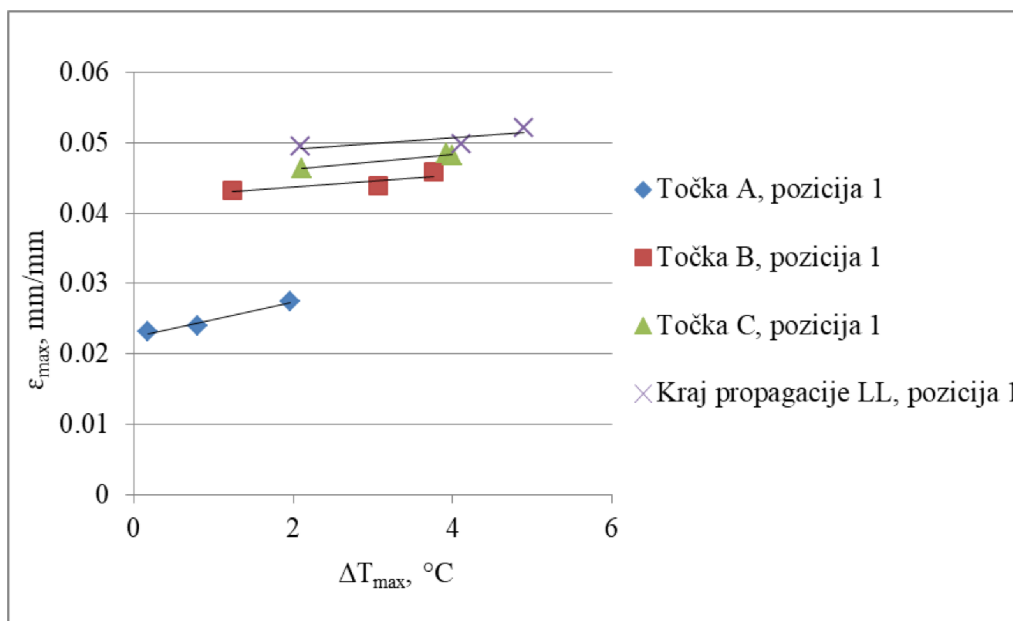
Kvantitativne linijske analize kroz poziciju 1 provedene metodama termografije i digitalne korelacije slike, slike 7-64 do 7-66, potvrđuju prethodno dobivene rezultate da su u poziciji 1 iza Lüdersove fronte najveći iznosi promjene temperature.

U točki C tijekom propagacije Lüdersove linije kod najveće brzine deformacije  $v_3$  izmjereni su najveći iznosi promjene temperature (4.5 °C), odnosno naprezanja, i deformacija (0.047 mm/mm). Potvrđeni su prethodno dobiveni rezultati da su u području ispred i na Lüdersovoj fronti manje promjene temperature, odnosno naprezanja, i deformacije u usporedbi s lokalnim područjima iza Lüdersove fronte. Ovi rezultati ukazuju na to da se u području ispred Lüdersove fronte još uvijek odvija elastična deformacija dok se iza Lüdersove fronte odvija plastična deformacija, slike 7-65 i 7-66.

Dobivene ovisnosti iznosa maksimalne deformacije ( $\varepsilon_{max}$ ) i maksimalne promjene temperature ( $\Delta T_{max}$ ) u poziciji 1 iza Lüdersove fronte, slika 7-61, pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$  prikazane su dijagramima, slike 8-27 i 8-28.



Slika 8-27. Ovisnost  $\epsilon_{max}$  -  $\Delta T_{max}$  u poziciji 1 pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .

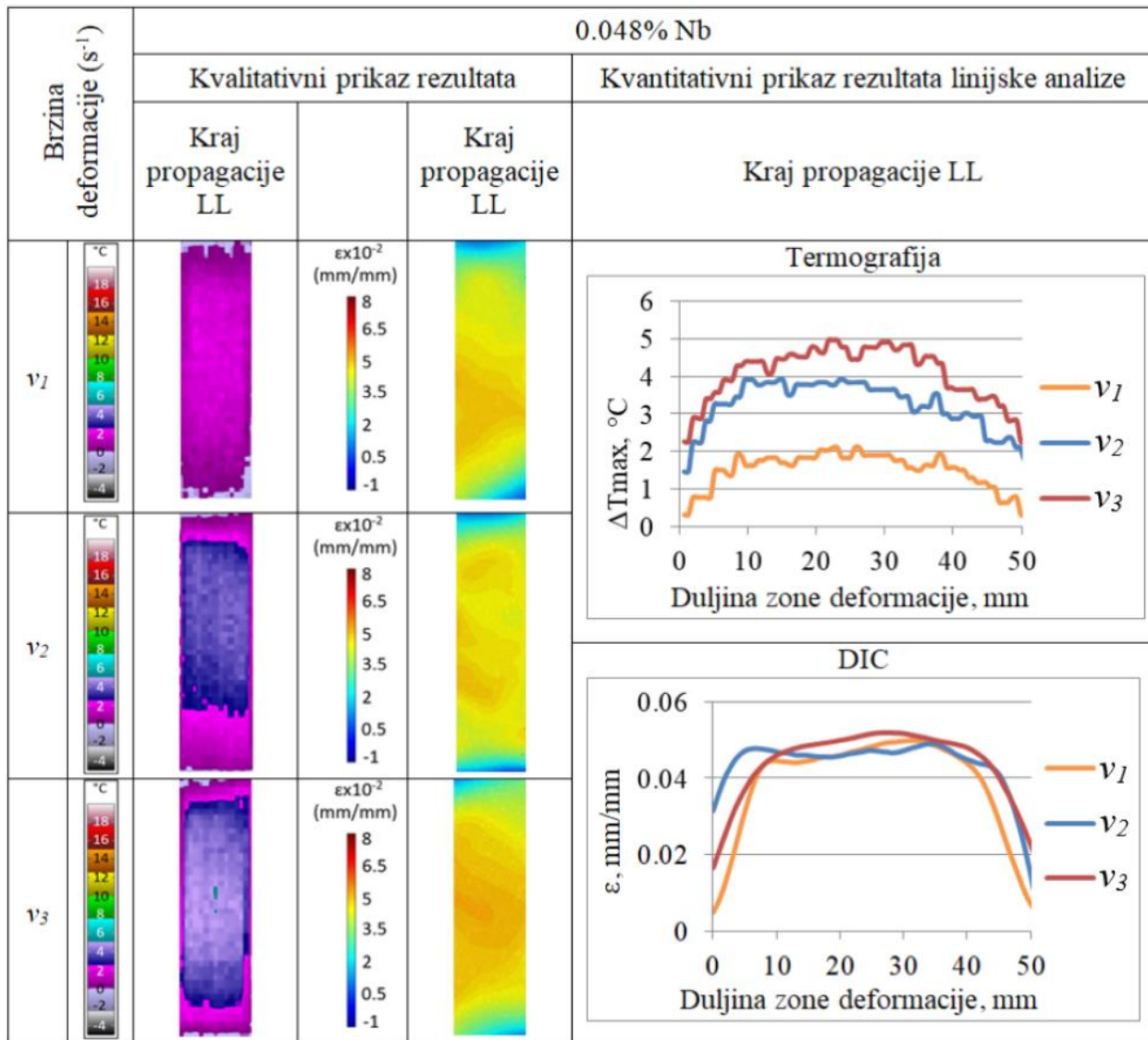


Slika 8-28. Ovisnost  $\epsilon_{max}$  -  $\Delta T_{max}$  u poziciji 1 tijekom propagacije Lüdersove linije pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .

Dobivenim ovisnostima  $\epsilon_{max}$  -  $\Delta T_{max}$  dolazi se do zaključka da povećanjem brzine deformacije od  $v_1$  do  $v_3$  u poziciji 1 dolazi do povećanja maksimalne deformacije ( $\epsilon_{max}$ ) iza Lüdersove fronte s povećanjem maksimalne promjene temperature ( $\Delta T_{max}$ ), slika 8-27.

Utvrđeno je da propagacijom Lüdersove linije od točke A do kraja propagacije kroz poziciju 1 iza Lüdersove fronte povećanjem maksimalne promjene temperature ( $\Delta T_{max}$ ) dolazi do povećanja maksimalne deformacije ( $\epsilon_{max}$ ), slika 8-28.

Dostizanjem kraja propagacije Lüdersove linije dokazano je da postoje promjene u iznosima promjene temperature, odnosno naprezanja, kod različitih brzina deformacije ( $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ ) u području gdje je ispropagirala Lüdersova linija, slika 8-29.



Slika 8-29. Usporedba kvalitativnih i kvantitativnih rezultata termografije i digitalne korelacije slike u trenutku kraja propagacije Lüdersove linije (LL) pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .

Slika 8-29 pokazuje da se povećanjem brzine deformacije povećava promjena temperature u cijelom području propagacije Lüdersove linije. Jasno su vidljivi veći iznosi promjene temperature kod većih brzina deformacije  $v_2$  (3.9 °C) i  $v_3$  (5 °C) u odnosu na manju brzinu deformacije  $v_1$  (2.1 °C) u trenutku kraja propagacije Lüdersove linije, slika 8-29.

Razlike u iznosima deformacija vrlo su male u odnosu na promjene temperature u trenutku kraja propagacije Lüdersove linije. Vrijednosti deformacija kod različitih brzina deformacija su između 0.049 i 0.052 mm/mm i njihova razlika nije konstantna stoga se može zaključiti da brzina deformacije ima utjecaj na promjenu temperature, odnosno naprezanja, ali nema utjecaj na iznose deformacija u trenutku kraja propagacije Lüdersove linije.

Detaljnijom linijskom analizom na sredini propagacije Lüdersove linije dokazane su razlike u područjima iza, ispred i na Lüdersovoj fronti, slike 7-67 do 7-70. Analiza je provedena u više pozicija linijskih analiza po dužini i širini zone deformacije. Detaljna analiza utvrdila je da po širini Lüdersove fronte postoje male razlike, odnosno oscilacije, u promjenama temperature, odnosno naprezanja, dok se iznosi deformacija ne mijenjaju po širini ispitnog uzorka na Lüdersovoj fronti.

Najveći iznosi promjene temperature i deformacija linijskom analizom po duljini i širini ispitnog uzorka utvrđeni su u području iza Lüdersove fronte, a najmanji u području ispred Lüdersove fronte.

Detaljna linijska analiza područja nesporedno ispred i neposredno iza Lüdersove fronte pokazuje razliku, odnosno oscilacije, u iznosima promjene temperature po širini ispitnog uzorka, slika 7-73. Iznosi deformacija u istim su područjima nepromijenjeni po širini ispitnog uzorka, slika 7-74.

Procesi koji se odvijaju u mikrostrukturi tijekom propagacije Lüdersove linije smatraju se odgovornima za ovakvo ponašanje Lüdersovih linija kod niobijem mikrolegiranoga čelika u različitim područjima. Oscilacije i promjene temperature, odnosno naprezanja, u području na i u neposrednoj blizini Lüdersove fronte ukazuju da postoji značajna interakcija dislokacija i sitnih niobijevih precipitata tijekom propagacije Lüdersove linije. U istim područjima nije dobivena promjena u iznosima deformacija s obzirom da promjene nisu bile očekivane. Ne postoji intenzivno oslobađanje dislokacija što bi omogućilo njihovo daljnje kretanje i povećanje

deformacije s obzirom da se odvija intenzivna interakcija i zapinjanje dislokacija na sitnim niobijevim precipitatima na i oko Lüdersove fronte. Promjene iznosa deformacije po širini ispitnog uzorka utvrđene su samo u području iza Lüdersove fronte. Nakon prolaska Lüdersove fronte dolazi do značajnijih oslobađanja dislokacija i nastavka njihovog kretanja u pojedinim područjima što dovodi do porasta lokalnog iznosa deformacije.

Provedena istraživanja potvrdila su da niobijem mikrolegirani čelici imaju sitnozrnatu feritno-perlitnu mikrostrukturu, slike 7-78 a, gdje se tijekom završne termomehaničke obrade izlučuju vrlo sitni deformacijom inducirani niobijevi precipitati. S obzirom da je utvrđena interakcija dislokacija s deformacijom induciranim sitnim precipitatima, slika 7-93, može se zaključiti da ovakvo ponašanje niobijem mikrolegiranoga čelika pri različitim brzinama deformacije uzrokuje gustoća i kretanje dislokacija kroz ispitivani materijal. Utvrđena je određena gustoća dislokacija unutar zrna, slika 7-91, i na granicama zrna, slika 7-90, u niobijem mikrolegiranom čeliku tijekom deformacije.

Iz teorije oblikovanja deformiranjem poznato je [51], [54] da se deformacija širi zrno po zrno kroz cijeli ispitni uzorak. Dislokacije se tijekom deformacije nakupljaju unutar, ali i na granicama zrna, te dolazi do njihove interakcije s niobijevim precipitatima što dovodi do povećanja naprezanja u zrnu s obzirom da dolazi do povećanja broja manje pokretnih dislokacija. Povećanje naprezanja u jednom zrnu povećava naprezanje u susjednom zrnu. Ovaj proces traje sve dok ne započne plastična deformacija. Susjedno zrno se rotira dok ne dođe u povoljan položaj za početak plastične deformacije. S obzirom da se procesi unutar zrna i na granicama zrna odvijaju brže kod veće brzine deformacije, veće lokalne promjene temperature, odnosno naprezanja, javljaju se tijekom propagacije Lüdersove linije.

Povećanjem brzine deformacije povećava se i gustoća dislokacija čime se povećava unutarnja energija zbog intenzivne interakcije dislokacija sa sitnim deformacijom induciranim precipitatima i atomima niobija, ugljika i dušika. Interakcija dislokacija s precipitatima i atomima očituje se kao porast promjene temperature, odnosno naprezanja. Dostizanjem određene energije dislokacije postaju pokretne što omogućuje povećanje lokalne deformacije.

Dokaz koji potvrđuje dobivene rezultate je značajno umnožavanje dislokacija prema Johnston Gilman teoriji [59] tijekom propagacije Lüdersove linije što prikazuju i TEM rezultati

na slikama 7-90 i 7-91. Značajniji porast broja dislokacija kod propagacije Lüdersove linije odvija se pri većim brzinama deformacije zbog intenzivnije interakcije sa sitnim deformacijom induciranim precipitatima te atomima niobija, ugljika i dušika. Stoga su pri većim brzinama deformacije prisutna veća naprezanja, odnosno promjena temperature.

S druge strane većim generiranjem novih dislokacija u zrnima pri većim brzinama deformacije bit će više pokretnih dislokacija. Pokretne dislokacije dolaze u interakciju s atomima ugljika i dušika te dolazi do povećanja lokalne Lüdersove deformacije njihovim oslobađanjem što potvrđuju dobiveni rezultati. Veći broj dislokacija pri većoj brzini deformacije znači i više dislokacija za interakciju s prisutnim NbC, NbN i Nb(C,N) precipitatima što znači da će biti veće lokalno naprezanje kod ispitnih uzoraka pri većoj brzini deformacije što potvrđuje istraživanje kod Mn čelika [181].

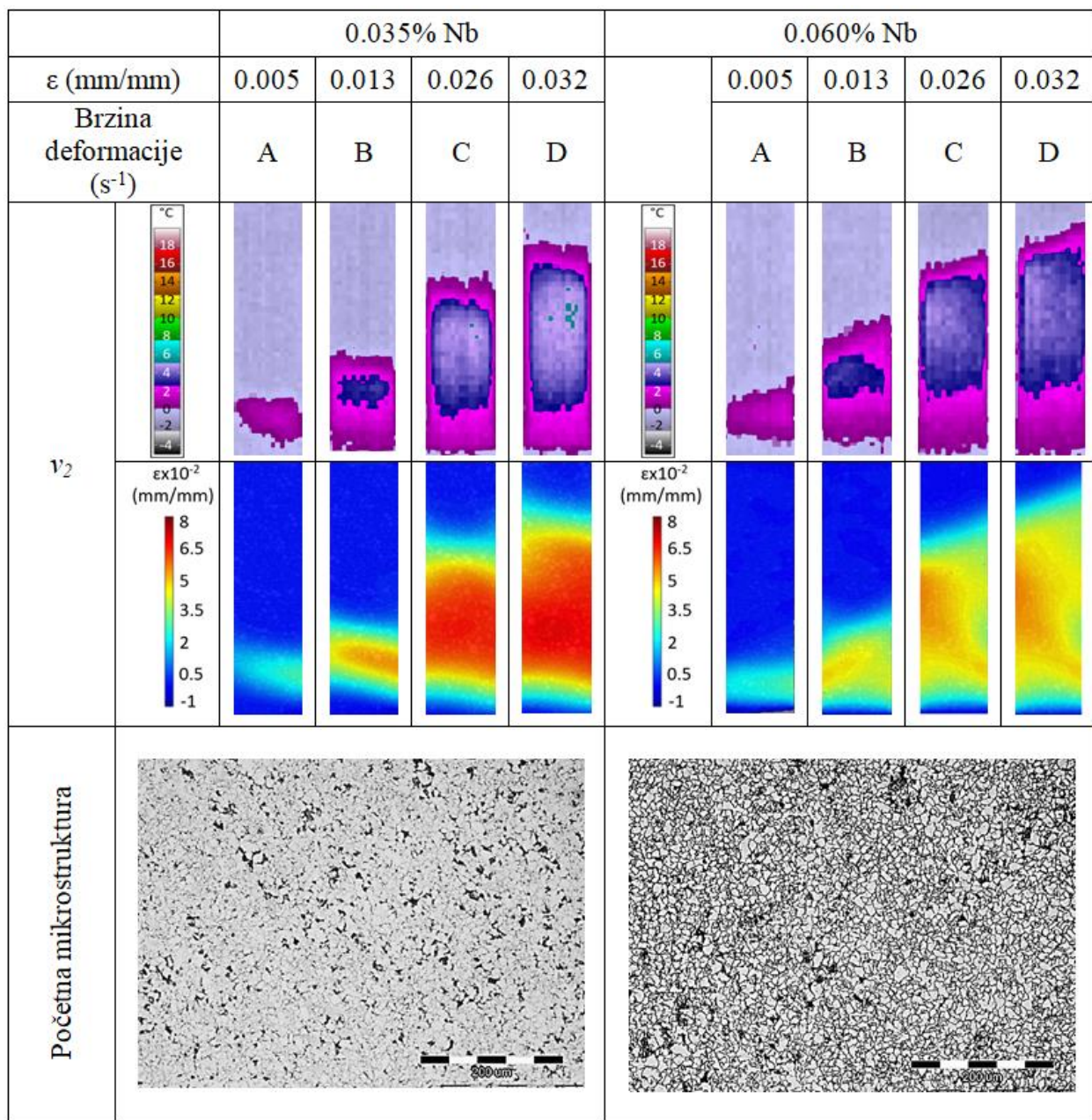
### **8.3.2 Utjecaj sadržaja niobija i početne mikrostrukture na propagaciju Lüdersove linije**

Istraživanjem je utvrđeno da različiti sadržaji mikrolegirajućega elementa niobija nemaju utjecaj na pojavu Lüdersove linije, slike 8-2 i 8-3, dok početna mikrostruktura ima utjecaj na pojavu Lüdersove linije, slike 8-6 i 8-7. Različiti sadržaji mikrolegirajućega elementa niobija i početna mikrostruktura pokazali su utjecaj na propagaciju Lüdersove linije, slika 8-30.

Promatrajući rezultate kvalitativne analize dobivene termografijom i digitalnom korelacijom slike za čelike s 0.035% i 0.060% niobija može se zaključiti da čelik s nižim sadržajem niobija (0.035% niobija) ima veće iznose deformacija tijekom propagacije Lüdersove linije, slika 8-30. Propagacijom Lüdersove linije dolazi do pojave većih iznosa deformacija kod čelika s 0.035% niobija u odnosu na čelik s 0.060% niobija, slika 8-3 b. Promjene temperature, koje se mogu povezati s promjenom naprezanja, približno su jednake za oba čelika.

Istraživanjima provedenim u [40] utvrđen je manji stupanj vezanja niobija u niobijeve karbonitride kod čelika s 0.035% niobija (37.2%) u odnosu na stupanj vezanja kod čelika s 0.060% niobija (46.7%) stoga će u čeliku s 0.060% niobija biti više niobija vezano u NbC i Nb(C, N) precipitate.





Slika 8-30. Usporedba rezultata kvalitativne analize promjene temperature i deformacija te početne mikrostrukture niobijem mikrolegiranih čelika s 0.035% Nb i 0.060% Nb pri brzini deformacije  $v_2$ .

Rezultatima je potvrđeno da su sitni deformacijom inducirani niobijevi precipitati prisutni kod niobijem mikrolegiranoga čelika veličine do 10 nm, slika 8-16. Dokazano je da sitni precipitati predstavljaju snažne prepreku kretanju dislokacija.

S obzirom da čelik s 0.060% Nb ima veći broj precipitata, čelik s 0.035% Nb imat će više slobodnih atoma ugljika, dušika i niobija zbog manjeg vezanja niobija u NbC i Nb (C, N) precipitate. Ovo predstavlja razlog pojavljivanja većih iznosa deformacije u području u kojemu je ispropagirala Lüdersova linija kod čelika s 0.035% Nb što je u skladu s rezultatima istraživanja [182]. Ovaj dio detaljnije je pojašnjen u istraživanju [183] u kojem je utvrđeno da kod oba čelika dolazi do promjene iznosa deformacija u dijelu iza Lüdersove fronte tijekom propagacije Lüdersove linije. Tijekom propagacije Lüdersove linije iznosi deformacija veći su kod čelika s 0.035% niobija u odnosu na čelik s 0.060% niobija, slika 8-3 b.

Istraživanja su pokazala da različit sadržaj niobija ima utjecaj na iznose deformacija tijekom propagacije Lüdersove linije. Naime, veći iznosi deformacija (0.062 mm/mm) kod čelika s 0.035% niobija utvrđeni su tijekom propagacije Lüdersove linije. Od početka do kraja propagacije Lüdersove linije deformacije su veće kod čelika s 0.035% niobija u odnosu na čelik s 0.060% niobija (0.036 mm/mm).

Kako čelici s 0.035% i 0.060% niobija imaju različitu početnu mikrostrukturu s obzirom na različiti stupanj vezanja niobija u precipitate, slika 8-30, dolazi se do zaključka da početna mikrostruktura ima utjecaj na iznose deformacije tijekom propagacije Lüdersove linije.

Veći iznosi deformacije kod čelika s 0.035% niobija tijekom propagacije Lüdersove linije povezani su s manjim stupnjem vezanja niobija u precipitate. S obzirom na manji stupanj vezanja niobija u precipitate kod čelika s 0.035% niobija bit će na raspolaganju veći udio slobodnih atoma ugljika, dušika i niobija za interakciju s dislokacijama te njihovo oslobađanje. Njihovo oslobađanje od dislokacija uzrokuje porast deformacije.

Ovakav način ponašanja niobijem mikrolegiranih čelika na početku plastičnog toka tijekom hladne deformacije dokazuje da različit sadržaj mikrolegirajućega elementa niobija i početna mikrostruktura imaju utjecaj na propagaciju Lüdersove linije te iznose deformacije iza Lüdersove fronte.

## 8.4 Matematički modeli za opisivanje utjecajnih parametara na pojavu i propagaciju Lüdersove linije

Istraživanjem formiranja i propagacije Lüdersove linije više autora pokušalo je ovaj problem opisati matematičkim modelom [68], [184], [185], [186]. Svaki od opisanih modela uglavnom je dobiven prema rezultatima vlastitih istraživanja, stoga su i razlike među njima očite i ne daju jasnu sliku utjecaja pojedinih faktora. Preliminarnim istraživanjima u okviru projekta [40], [184], [185], [186] za opisivanje ponašanja niobijem mikrolegiranoga čelika matematičkim modelima korištena je regresijska analiza i faktorski plan pokusa.

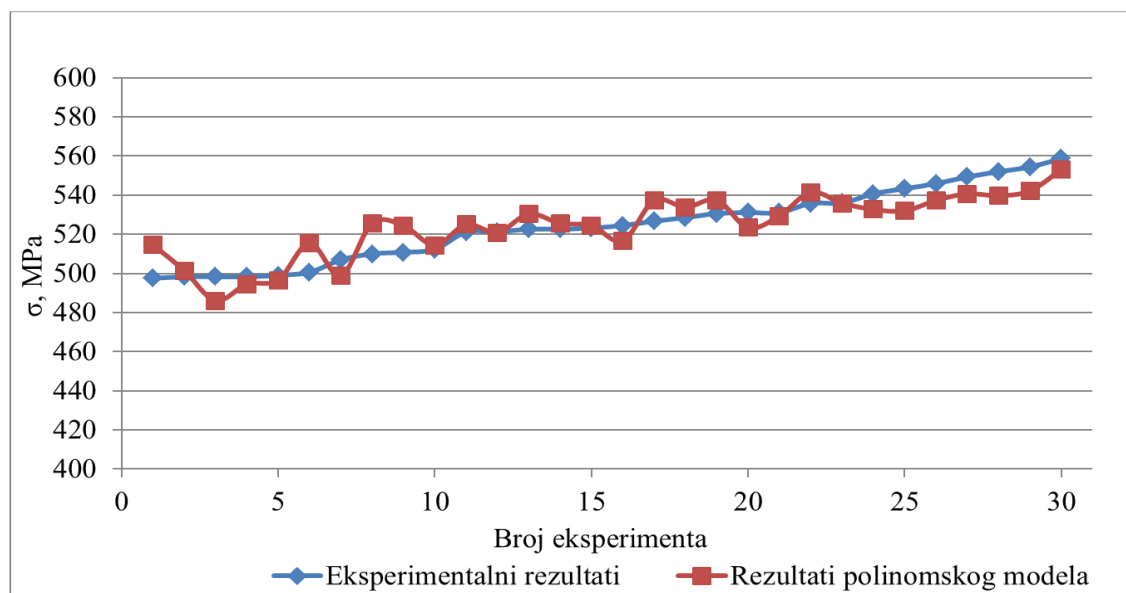
Metodom faktorskog plana pokusa s ponavljanjem utvrđen je utjecaj različitih faktora na granicu proporcionalnosti nakon koje se javljaju Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranoga čelika tijekom hladne deformacije [184].

U ovom radu postavljeni su jednostavni matematički modeli za formiranje i propagaciju Lüdersove linije metodom regresijske analize. Opisan je utjecaj analiziranih parametara ( $\varepsilon_{max}$ ,  $\Delta T_{max}$ ,  $\sigma$ ,  $\nu$ ) na pojavu, odnosno formiranje i propagaciju Lüdersove linije. Pomoću očitavanih vrijednosti analiziranih utjecajnih parametara dobivenih tijekom razvlačenja niobijem mikrolegiranoga čelika s 0.048% niobija, metodama termografije i digitalne korelacije slike, dobiveni su odgovarajući matematički modeli za određivanje odnosa analiziranih utjecajnih parametara na formiranje i propagaciju Lüdersove linije.

Matematički modeli određivanih utjecajnih parametara pri pojavi, odnosno formiranju, Lüdersove linije, ali i tijekom propagacije Lüdersove linije pokazali su visoku pouzdanost s obzirom na visoke koeficijente determinacije dobivene regresijskom analizom.

Dobiveni matematički model omogućava određivanje naprezanja ( $\sigma$ ) kod maksimalne promjene temperature ( $\Delta T_{max}$ ) i maksimalne deformacije ( $\varepsilon_{max}$ ). Utvrđeno je vrlo dobro podudaranje izmjerenih eksperimentalnih rezultata i rezultata postavljenih polinomskih modela tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije, slika 8-31. Potvrđeno je da se preko maksimalne promjene temperature ( $\Delta T_{max}$ ) može pratiti promjena naprezanja u čeliku. Dobivenim matematičkim modelima utvrđena je međuovisnost naprezanja, deformacije i promjene temperature koje su opisane jednadžbama (7-5) i (7-6).

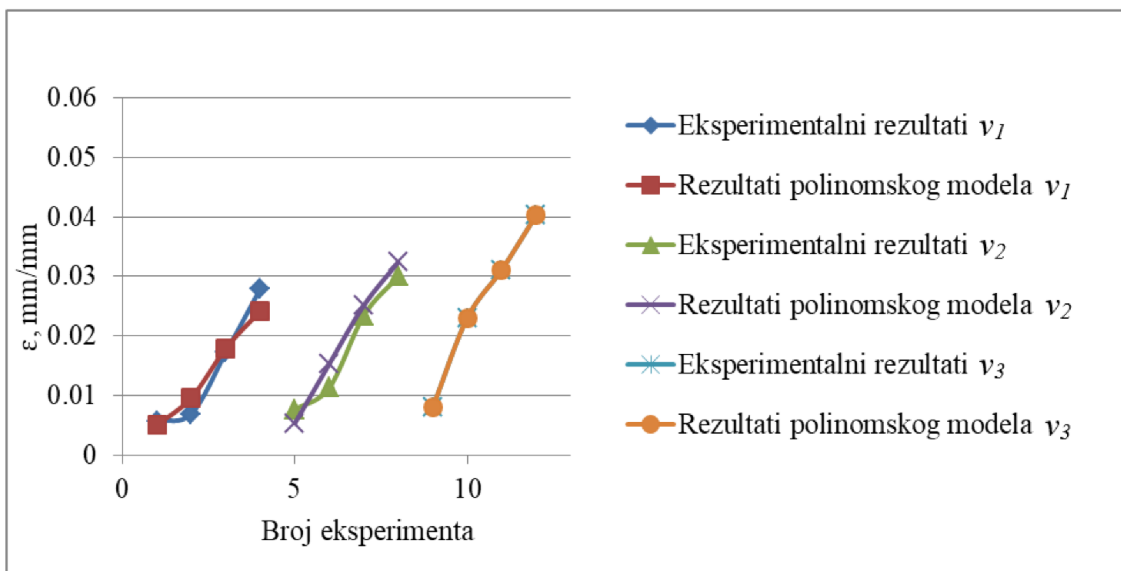
Usporedba eksperimentalnih mjerenja i rezultata dobivenih matematičkim modelom tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije dana je na slici 8-31.



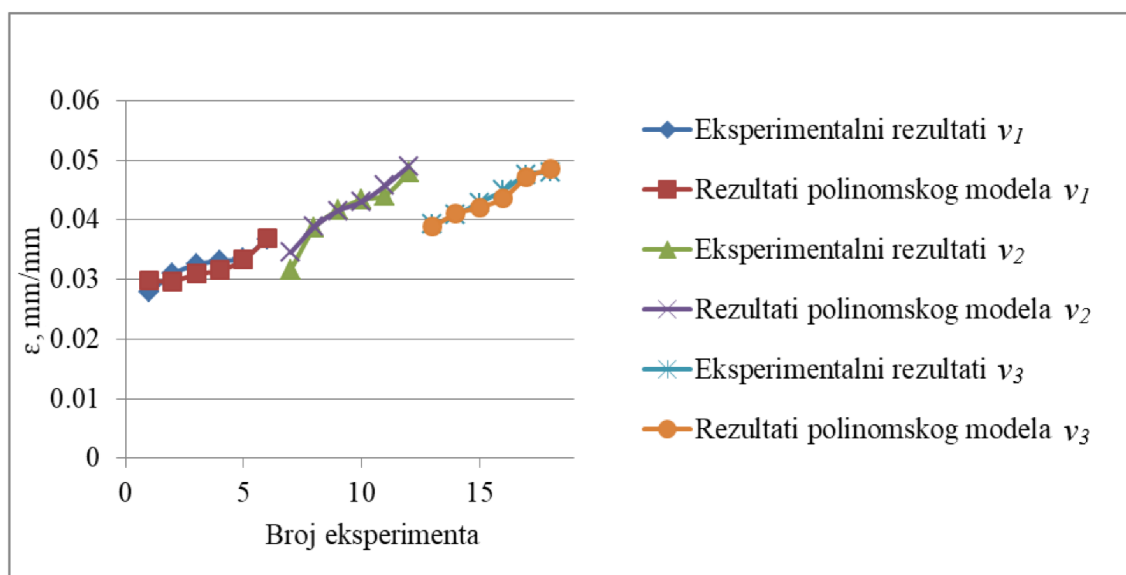
Slika 8-31. Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih matematičkim modelom za izlazni parametar  $\sigma$  tijekom pojave, formiranja i propagacije Lüdersove linije pri brzini deformacije  $v_2$ .

Osim za naprezanje, postavljeni su matematički modeli i za ostale značajne utjecajne parametre ( $\varepsilon_{max}$ ,  $\Delta T_{max}$ ) na formiranje i propagaciju Lüdersove linije. Usporedba eksperimentalnih rezultata s rezultatima dobivenim matematičkim modelima za utjecajne parametre ( $\varepsilon_{max}$ ,  $\Delta T_{max}$ ) tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije prikazana je na slikama od 8-32 do 8-34. Dobivene vrijednosti pokazuju zadovoljavajuće dobru točnost modela tijekom formiranja Lüdersove linije pri svim brzinama ispitivanja.

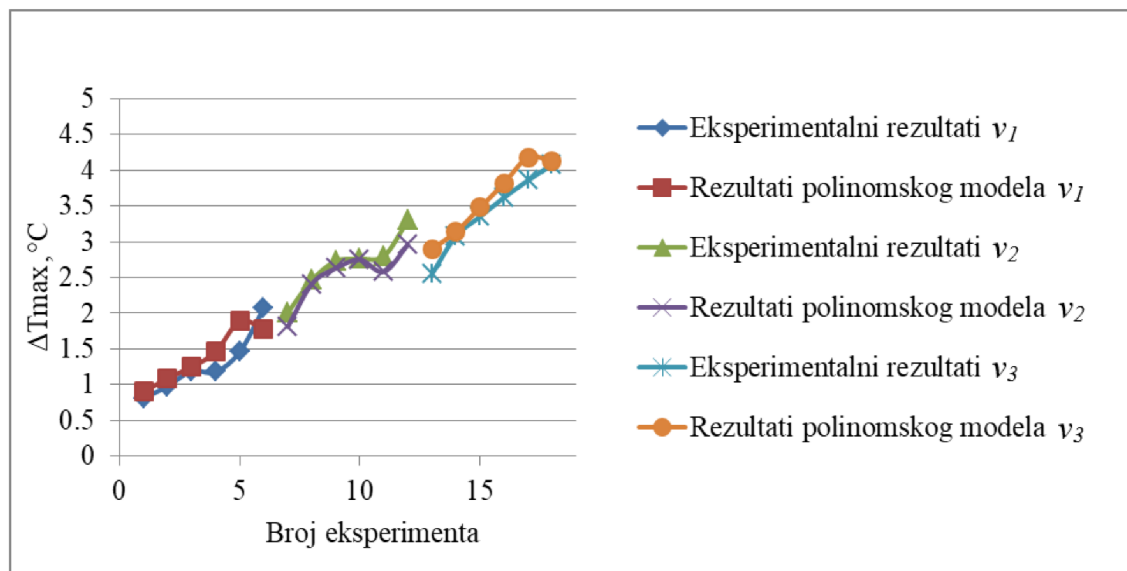
Matematičkim modelima dobiveno je dobro podudaranje eksperimentalnih rezultata mjerenja i modela tijekom propagacije Lüdersove linije pri svim brzinama ispitivanja, slike 8-33 i 8-34.



Slika 8-32. Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih matematičkim modelom za izlazni parametar  $\epsilon_{max}$  tijekom formiranja Lüdersove linije pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .



Slika 8-33. Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih matematičkim modelom za izlazni parametar  $\epsilon_{max}$  tijekom propagacije Lüdersove linije pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .



Slika 8-34. Usporedba eksperimentalnih rezultata i rezultata dobivenih matematičkim modelom za izlazni parametar  $\Delta T_{max}$  tijekom propagacije Lüdersove linije pri brzinama deformacije  $v_1$ ,  $v_2$  i  $v_3$ .

Usporedbom eksperimentalnih rezultata s rezultatima postavljenih matematičkih modela za utjecajne parametare ( $\epsilon_{max}$ ,  $\Delta T_{max}$ ) utvrđeno je vrlo dobro podudaranje rezultata tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije. Rezultati matematičkih modela pokazuju vrlo dobro podudaranje s eksperimentalnim rezultatima. Time je dokazano da će postavljeni matematički modeli vrlo dobro funkcionirati kod navedene tri različite brzine deformacije tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije.

Dobivenim matematičkim modelima će se, zbog njihove visoke pouzdanosti, a preko ispitivanih utjecajnih parametara, moći kod budućih ispitivanja vrlo dobro opisati i predvidjeti ponašanje Lüdersove linije, odnosno odrediti iznose utjecajnih parametara kojima će se predvidjeti formiranje i kretanje Lüdersove linije.

Naime, Lüdersova linija smatra se nepoželjnim fenomenom koji se pojavljuje kod niobijem mikrolegiranoga čelika tijekom hladne deformacije kod raznih tehnologija oblikovanja deformiranja. Iz tog se razloga dobiveni matematički modeli smatraju korisnima jer mogu predvidjeti ponašanje niobijem mikrolegiranoga čelika tijekom hladne deformacije.

## 9. ZAKLJUČAK

Iz provedenih ispitivanja pojave Lüdersove linije na početku plastičnog toka kod hladne deformacije niobijem mikrolegiranih čelika proizašli su zaključci koji potvrđuju dosadašnja saznanja i daju nove spoznaje o pojavi i propagaciji Lüdersove linije. Na čelicima s različitim sadržajem mikrolegirajućega elementa niobija provedena su istraživanja uz različite brzine i stupanj deformacije. Istražen je utjecaj početne mikrostrukture, veličine zrna, orijentacije kristalne rešetke, veličine i sastava niobijevih precipitata te stupnja precipitacije na propagaciju Lüdersove linije. Postavljen je mehanizam formiranja i propagacije Lüdersove linije.

Iz provedenih istraživanja proizašli su sljedeći zaključci:

- Potvrđeno je da mikrolegirajući element niobij ima utjecaj na pojavu Lüdersove linije. Kod niskougličnih čelika istog baznog kemijskog sastava i vrlo slične mikrostrukture koji ne sadrže niobij na početku plastičnog toka, nema pojave Lüdersove linije.
- Dokazano je da sadržaj niobija u čeliku nema utjecaja na pojavu Lüdersove linije. Istraživanja provedena na čelicima s najmanjim, optimalnim i najvećim sadržajem niobija, koji se koriste u industrijskoj praksi, pokazala su da kod svih ispitivanih čelika dolazi do pojave Lüdersove linije na početku plastičnog toka kod hladne deformacije.
- Potvrđeno je da početna mikrostruktura ima utjecaj na pojavu Lüdersove linije. Utvrđeno je da kod čelika s homogenom sitnozrnatom feritno-perlitnom mikrostrukturom i različitim sadržajem niobija uvijek dolazi do pojave Lüdersove linije. Kod čelika s nehomogenom početnom mikrostrukturom nisu zabilježene Lüdersove linije.
- Brzina i stupanj deformacije nemaju utjecaj na pojavu Lüdersove linije, ali utječu na propagaciju Lüdersove linije. Kod svih brzina ispitivanja između 5 i 50 mm/min utvrđena je pojava Lüdersove linije. Utvrđeno je da porast brzine i stupnja deformacije kod različitih brzina deformacije nema utjecaj na pojavu Lüdersove linije.
- Dokazano je da se Lüdersove linije pojavljuju u zoni deformacije na mjestu najvećih naprezanja. Mjesta u zoni deformacije s najvećim naprezanjima povezana su s povećanom koncentracijom precipitata i njihovom interakcijom s dislokacijama. U području Lüdersove linije utvrđena je veća distorzija kristalne rešetke. Mehanizam formiranja Lüdersove linije usko je povezan s pokretanjem dislokacija blokiranih

slobodnim atomima niobija, ugljika i dušika. Kretanje atoma niobija, ugljika i dušika ima utjecaj na pojave linija klizanja čime počinje formiranje Lüdersove linije.

- Različita orijentacija kristalnih zrna na Lüdersovoj fronti posljedica je postepenog usmjeravanja dislokacija u smjeru ravnina klizanja što je rezultat interakcije dislokacija sa sitnim deformacijom induciranim niobijevim precipitatima.
- Kada se formira Lüdersova linija, započinje njena propagacija kroz zonu deformacije. Lüdersova linija dijeli zonu deformacije na područja elastične i plastične deformacije. Ispred Lüdersove fronte, u elastičnom području, tijekom propagacije Lüdersove linije nisu zabilježene nikakve promjene. Iza Lüdersove fronte tijekom propagacije Lüdersove linije odvijaju se Lüdersove deformacije. Utvrđeno je da je na Lüdersovoj fronti iznos deformacije kroz cijelo vrijeme propagacije konstantan i iznosi 0.02 mm/mm.
- Veličina zrna na Lüdersovoj fronti ima utjecaj na propagaciju Lüdersove linije. Krupnija zrna odgovaraju Lüdersovoj fronti. Nastajanje zrna različite veličine na Lüdersovoj fronti povezano je s kretanjem i nestajanjem granice zrna.
- Distorzija kristalne rešetke ima utjecaj na propagaciju Lüdersove linije. U području Lüdersove linije utvrđena je veća distorzija kristalne rešetke. Distorzija kristalne rešetke posljedica je velike gustoće dislokacija i njihove interakcije sa sitnim deformacijom induciranim niobijevim precipitatima te atomima niobija, ugljika i dušika.
- Različit sadržaj mikrolegirajućega elementa niobija i početna mikrostruktura dokazano imaju utjecaj na iznose deformacija tijekom propagacije Lüdersove linije. Veći iznosi deformacije tijekom propagacije Lüdersove linije povezani su s manjim sadržajem niobija u čeliku i manjim stupnjem vezanja niobija u precipitate.
- Brzina i stupanj deformacije imaju utjecaj na propagaciju Lüdersove linije. Utjecaj brzine i stupnja deformacije na propagaciju Lüdersove linije dokazan je izmjerenim većim naprezanjima i deformacijama iza Lüdersove fronte. Pri većim brzinama deformacije izmjerena su veća naprezanja i veće deformacije. Utjecaj brzine deformacije na povećanje naprezanja i Lüdersove deformacije povezan je s povećanjem gustoće i kretanjem dislokacija.
- Prisutnost niobijevih precipitata pokazala se kao jedan od ključnih uzroka pojave Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranih čelika. Niobijevi precipitati imaju utjecaj na pojavu Lüdersove linije. Veličina i sastav niobijevih precipitata imaju utjecaj na



pojavu i propagaciju Lüdersove linije. Samo sitni deformacijom inducirani niobijevi precipitati u obliku niobijevih karbida, nitrida i karbonitrda veličine do 10 nm, koji se nalaze na međusobnoj udaljenosti dovoljnoj za zaustavljanje dislokacija, imaju utjecaj na formiranje i propagaciju Lüdersove linije.

- Postavljenim matematičkim modelima moguće je predvidjeti ponašanje ispitivanog niobijem mikrolegiranoga čelika kod kojeg dolazi do pojave Lüdersove linije. Dokazano je da se pomoću maksimalne promjene temperature ( $\Delta T_{max}$ ) i maksimalne deformacije ( $\epsilon_{max}$ ) može odrediti naprezanje ( $\sigma$ ) tijekom formiranja i propagacije Lüdersove linije. Matematički modeli za utjecajne parametre kod formiranja i propagacije Lüdersove linije mogu se primijeniti na čelike u industriji.
- Buduća detaljnija istraživanja promjene mikrostrukture u različitim fazama tijekom propagacije Lüdersove linije omogućila bi bolje razumijevanje pojedinačnog utjecaja slobodnih atoma niobija i niobijevih precipitata.

Izvedenim zaključcima potvrđena je postavljena hipoteza istraživanja da sitni deformacijom inducirani niobijevi precipitati u niobijem mikrolegiranom čeliku te njihova veličina i sastav, početna mikrostruktura i parametri deformacije imaju utjecaj na formiranje i propagaciju Lüdersove linije.

Znanstveni doprinos doktorske disertacije očituje se u, po prvi puta, detaljno postavljenom mehanizmu formiranja i propagacije Lüdersove linije kod niobijem mikrolegiranoga čelika. Utvrđen je, do sada detaljno nepoznat, utjecaj niobijevih precipitata, početne mikrostrukture, brzine deformacije i stupnja deformacije na pojavu i propagaciju Lüdersove linije. Poseban znanstveni doprinos ovom istraživanju donose postavljeni pouzdani matematički modeli za analizu utjecaja analiziranih parametara kod formiranja i propagacije Lüdersove linije.

**10. LITERATURA**

- [1] Rešković S. Studij mehanizma precipitacije i rekristalizacije u području završnog oblikovanja mikrolegiranog čelika [doktorski rad]. Sisak: Sveučilište u Zagrebu, Metalurški fakultet Sisak; 1997.
- [2] Pavlović P. Materijal čelik. Zagreb: SKTH / Kemija u industriji; 1990.
- [3] Preloščan A. Omekšanje mikrolegiranog konstrukcionog čelika pri termomehaničkoj obradi s posebnim osvrtom na preddeformaciju. [disertacija]. Sisak: Sveučilište u Zagrebu, Metalurški fakultet Sisak; 1984.
- [4] Klinkenberg C, Hulka K, Bleck W. Niobium Carbide Precipitation in Microalloyed Steel. *Steel Research International*. 2004;75:744-752.
- [5] Gong P, Palmiere EJ, Rainforth WM. Dissolution and precipitation behaviour in steels microalloyed with niobium during thermomechanical processing. *Acta Materialia*. 2015;97:392-403.
- [6] Hong SG, Jun HJ, Kang KB, Park CG. Evolution of precipitates in the Nb-Ti-V microalloyed HSLA steels during reheating. *Scripta Materialia*. 2003;48(8):1201-1206.
- [7] Rešković S, Jandrić I. Influence of Niobium on the Beginning of the Plastic Flow of Material during Cold Deformation. *The Scientific World Journal* 2013;2013:723725.
- [8] Torkamani H, Raygan S, Garcia Mateo C, Rassizadehghani J, Palizdar Y, San-Martin D. Tensile Behavior of Normalized Low Carbon Nb-microalloyed Steel in the Presence of Rare Earth Elements. *Materials Science and Engineering: A*. 2019;749:56-64.
- [9] Kutin MM, Ristić SS, Prvulović MR, Prokolab MM, Marković NM, Radosavljević MR. Application of Thermography during Tensile Testing of Butt Welded Joints. *FME Transactions*. 2011;39:133-138.
- [10] De Strycker M, Lava P, Van Paepegem W, Schueremans L, Debruyne D. Measuring Welding Deformations with the Digital Image Correlation Technique. *Welding Journal*. 2011;90(6):107S-112S 8.
- [11] Gao S, Bai Y, Zheng R, Tian Y, Mao W, Shibata A, Tsuji N. Mechanism of huge Lüders-type deformation in ultrafine grained austenitic stainless steel. *Scripta Materialia*. 2019;159:28-32.

- [12] Petit J, Wagner D, Ranc N, Montay G, François M. Comparison of different techniques for the monitoring of the Lüders bands development. 13th International Conference on Fracture ICF13, Beijing 2013; Beijing, China, June 16-21. 3797-3809, 2013.
- [13] Tsuchida N, Tomota Y, Nagai K, Fukaura K. A simple relationship between Lüders elongation and work-hardening rate at lower yield stress. *Scripta Materialia*. 2006;54:57-60.
- [14] Coër J, Manach PY, Laurent H, Oliveira MC, Menezes LF. Piobert-Lüders plateau and Portevin-Le Chatelier effect in an Al-Mg alloy in simple shear, *Mechanics Research Communications*. 2013;48:1-7.
- [15] Emadoddin E, Akbarzadeh A, Daneshi GH. Correlation between Luder strain and retained austenite in TRIP-assisted cold rolled steel sheets. *Materials Science and Engineering: A*. 2007;447(1-2):174-179.
- [16] Tian YZ, Gao S, Zhao LJ, Lu S, Pippin R, Zhang ZF, Tsuji N. Remarkable transitions of yield behavior and Lüders deformation in pure Cu by changing grain sizes. *Scripta Materialia*. 2018;142:88-91.
- [17] Zheng L, He Y, Moumni Z. Luders-like band motion and fatigue life of pseudoelastic polycrystalline NiTi shape memory alloy. *Scripta Materialia*. 2016;123:46-50. doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.05.042.
- [18] Han J, Lu C, Wu B, Li J, Li H, Lu Y, Gao Q. Innovative analysis of Luders band behaviour in X80 pipeline steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2017;683:123-128.
- [19] Baker TB. Microalloyed steels. *Ironmaking & Steelmaking*. 2016;43:264-307.
- [20] Morrison WB. Overview of Microalloying in Steel. The Proceedings of the Vanitec Symposium, Guilin, China 2000, The Vanadium International Technical Committee, Vanitec Limited, Westerham Kent, England, 2000., 25-35.
- [21] Rešković S, Preloščan A, Pašalić H. Poboľjšanje svojstava toplovaljane trake mikrolegirane niobijem. *Metalurgija*. 1988;27:127-134.
- [22] Pavlović P. Suvremene tendencije u razvoju konstrukcionih čelika. Zagreb: TVAKV; 1978.
- [23] Mamuzić I, Drujan VM. Teorija, materijali, tehnologija čeličnih cijevi. Zagreb: Hrvatsko metalurško društvo; 1996.

- [24] Vodopivec F. Microalloying of Steel. Kovine, zlitine, tehnologije. 1992:319-328.
- [25] Pogorzelskyi VJ, Matrosov YJ, Nasibov AG. Controlled Rolling of Microalloyed Steel. Micro Alloying 75. Union Carbide Corporation. New York. 1977:100-106.
- [26] Pickering FB. High-Strength, Low-Alloy Steel-A Decade of Progress. Micro Alloying 75. Union Carbide Corporation. New York. 1977:9-31.
- [27] Vodopivec F, Rešković S, Mamuzić I. Evolution of substructure during continuous rolling of microalloyed steel strip. Materials Science and Technology. 1999;15:1293-1299.
- [28] Craven AJ, He K, Garvie LAJ, Baker TN. Complex heterogeneous precipitation in titanium–niobium microalloyed Al-killed HSLA steels-I. (Ti, Nb)(C, N) particles. Acta Materialia. 2000;48:3857-3868.
- [29] Vervynckt S, Verbeken K, Lopez B, Jonas JJ. Modern HSLA steels and role of non-recrystallisation temperature. International Materials Reviews. 2012;57:187-207.
- [30] Karmakar A, Biswas S, Mukherjee S, Chakrabarti D, Kumar, V. Effect of composition and thermo-mechanical processing schedule on the microstructure, precipitation and strengthening of Nb-microalloyed steels. Materials Science & Engineering A. 2017;690:158-169.
- [31] LeBon AB, Saint-Martin LN. Using Laboratory Simulations to Improve Rolling Schedules and Equipment. Micro Alloying 75. Union Carbide Corporation. New York. 1977:90-99.
- [32] Rešković S, Slokar Benić Lj, Lovrenić-Jugović M. The Interdependence of the Degree of Precipitation and Dislocation Density during the Thermomechanical Treatment of Microalloyed Niobium Steel. Metals. 2020;10:294.
- [33] Rešković S, Vodopivec F, Novosel-Radović Vj, Mamuzić I. Recrystallization during the final rolling niobium microalloyed steel. Proceedings of the 9<sup>th</sup> International Conference on Production Engineering, CIM 2003 - Computer Integrated Manufacturing and High Speed Machining, Lumbarda, Korčula, Croatia, 2003, IV85-92.
- [34] Gladman T, Dulieu D, McIvor ID. Structure-Property Relationships in High-Strength Microalloyed Steels. Micro Alloying 75. Union Carbide Corporation. New York. 1977:32-55.

- [35] Irvine KJ, Pickering FB, Gladman T. Grain-Refined C-Mn Steels. *Journal of The Iron and Steel Institute*. 1967;205:161-182.
- [36] Chen Y, Zhang D, Liu Y, Li H, Xu D. Effect of dissolution and precipitation of Nb on the formation of acicular ferrite/bainite ferrite in low-carbon HSLA steels. *Materials Characterization*. 2013;84:232-239.
- [37] Leslie WC, Datson RL. *Transactions ASM*. 1954;46:27.
- [38] Cuddy LJ. Grain Refinement of Nb Steels by Control of Recrystallization during Hot Rolling. *Metallurgical Transactions A*. 1984;15:87-98.
- [39] Rešković S. Ponašanje mikrolegiranih čelika s niobijem pri termomehaničkoj obradi [magistarski rad]. Sisak: Sveučilište u Zagrebu, Metalurški fakultet Sisak; 1987.
- [40] Rešković S. Study of the Beginning of Plastic Flow of Metals During Cold Deformation. Projektna dokumentacija. HRZZ projekt: HRZZ-IP-2016-06-1270: Sisak; 2017-2020.
- [41] Taylor GI. The mechanism of plastic deformation of crystals. *Proceeding of the Royal Society A*. 1934;145A: 362-388.
- [42] Rešković S, Vodopivec F. An investigation of the stretch reducing of welded tubes. *Materiali in tehnologije*. 2008;42:257-262.
- [43] Križanić R. Karakteristične veličine predoblikovanja i materijala pri visokotemperaturnoj termomehaničkoj obradi. [doktorska disertacija]. Sisak: Metalurški fakultet u Sisku, Sveučilišta u Zagrebu; 1995.
- [44] Hall EO. The Deformation and Ageing of Mild Steel: II Characteristics of the Lüders Deformation. *Proceedings of the Physical Society. Section B*. 1951;64:742-747.
- [45] Petch NJ. The cleavage strength of polycrystals. *Journal of the Iron and Steel Institute*. 1953;174:25-28.
- [46] Franz M, Ćorić D. Odabrana poglavlja iz mehaničkih svojstava materijala. Zagreb: Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje; interna skripta, 2008/2009.
- [47] Grizelj B. Oblikovanje metala deformiranjem, Umformtechnik, Metal Forming. Slavonski Brod: Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku; Strojarski fakultet u Slavonskom Brodu; 2018.
- [48] Čaušević M. Teorija plastične prerade metala. Sarajevo: Svjetlost; 1979.
- [49] Grizelj B. Oblikovanje metala deformiranjem. Slavonski Brod: Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku; Strojarski fakultet u Slavonskom Brodu; 2002.

- [50] Mamuzić I. Teorija plastične deformacije metala. Sisak: Metalurški fakultet Sveučilišta u Zagrebu; 2000.
- [51] Rešković S. Teorija oblikovanja deformiranjem. Sisak: Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet; 2014.
- [52] Brepohl E. Metal Rolling and Drawing. Ganoksin Jewelry Making Community. [Online]. Preuzeto 11.03.2019. s: <https://www.ganoksin.com/article/metal-rolling-and-drawing/>.
- [53] Gromov NL. Teoria obrabotki metalov davleniem. Moskva: Metalurgija; 1987.
- [54] Drobnjak Dj. Fizička metalurgija: Fizika čvrstoće i plastičnosti 1. Beograd: Univerzitet u Beogradu; Tehnološko-metalurški fakultet; 1981.
- [55] Math M. Uvod u tehnologiju oblikovanja deformiranjem. Zagreb: Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2010.
- [56] Cottrell H, Bilby BA. Dislocation Theory of Yielding and Strain Ageing of Iron. Proceedings of Physical Society Section A. 1949;62:49-62.
- [57] Brlić T, Rešković S, Vodopivec F, Jandrlić I. Lüders bands at the beginning of the plastic flow of materials. Metalurgija. 2018;57(4):357-359.
- [58] Jandrlić I, Rešković S, Brlić T. Distribution of Stress in Deformation Zone of Niobium Microalloyed Steel. Metals and Materials International. 2018;24(4):746-751.
- [59] Johnston WG, Gilman JJ. Dislocation Velocities, Dislocation Densities, and Plastic Flow in Lithium Fluoride Crystals. Journal of Applied Physics. 1959;30:129-144.
- [60] Hahn GT. A model for yielding with special reference to the yield-point phenomena of iron and related bcc metals. Acta Metallurgica. 1962;10(8):727-738.
- [61] Venkatraman B, Mukhophadyay CK, Raj B. Prediction of tensile failure of 316 stainless steel using infrared thermography. Experimental Techniques. 2004;28:35-38.
- [62] Wang XG, Witz JF, El Bartali A, Dufrénoy P, Charkaluk E. Investigation of grain-scale surface deformation of a pure aluminium polycrystal through kinematic-thermal full-field coupling measurement. 13th International Conference on Fracture, Beijing 2013; Beijing, China, June 16-21. 1-10, 2013.
- [63] Kutin M, Ristić S, Burzić Z, Puharić M. Testing the Tensile Features of Steel Specimens by Thermography and Conventional Methods. Scientific Technical Review. 2010;60(1):66-70.

- [64] Louche H, Chrysochoos A. Thermal and dissipative effects accompanying Lüders band propagation. *Materials Science and Engineering A*. 2001;307(1-2):15-22.
- [65] Kutin M, Adamovic Ž. Tensile Features of Welded Joint Testing by Thermography. *Russian Journal of Nondestructive Testing*. 2010;46(5):386-393.
- [66] Hallai JF, Kyriakides S. On the effect of Lüders bands on the bending of steel tubes. Part I: Experiments. *International Journal of Solids and Structures*. 2011;48(24):3275-3284.
- [67] Schwab R, Ruff V. On the nature of the yield point phenomenon. *Acta Materialia*. 2013;61(5):1798-1808.
- [68] Kyriakides S, Miller JE. On the Propagation of Lüders Bands in Steel Strips. *Journal of Applied Mechanics*. 2000;67(4):645-654.
- [69] Srinivasan N, Narayanaswamy R, Venkatraman B. Study On The Deformation Band Characteristics In Mild Steel Using Digital Image Correlation. *Journal of Multidisciplinary Engineering Science and Technology*. 2014;1(5):400-403.
- [70] Beardsmore DW, Quinta da Fonseca J, Romero J, English CA, Ortner SR, Sharples J, Sherry AH, Wilkes MA. Study of Lüders phenomena in reactor pressure vessel steels. *Materials Science and Engineering: A*. 2013;588:151-166.
- [71] Barišić B. Analiza pojave Lüdersovih traka u procesu izrade proizvoda iz tankostjenog lima [doktorski rad]. Rijeka: Sveučilište u Rijeci; Tehnički fakultet; 2005.
- [72] Hultgren A. The Morphology of Lüders Deformation in Polycrystals. *Scandinavian Journal of Metallurgy*. 1972:17-22.
- [73] Jandrić I. Raspodjela naprezanja u zoni deformacije niobijem mikrolegiranog čelika [doktorski rad]. Sisak: Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet; 2015.
- [74] Rešković S, Jandrić I, Vodopivec F. Influence of testing rate on Lüders band propagation in niobium microalloyed steel. *Metalurgija*. 2016;55(2):157-160.
- [75] Srinivasan N, Narayanaswamy R, Venkatraman B. Advanced imaging for early prediction and characterization of zone of Lüders band nucleation associated with pre-yield microstrain. *Materials Science and Engineering: A*. 2013;561:203-211.
- [76] Jandrić I, Rešković S, Vodopivec F. Determining the amount of Lüders band in niobium microalloyed steel. *Metalurgija*. 2016;55(4):631-634.

- [77] Delwiche DE, Moon DW. Orientation of Lüders Band Fronts. *Materials Science and Engineering*. 1971;7:203-207.
- [78] Polukhina ON, Vichuzhanin DI, Khotinov VA, Schapov GV, Farber VM. Luders Deformation Mechanisms on Yield Point in X80 Grade Pipeline with Ultrafine Structure, XIX International scientific-technical conference „The Ural school-seminar of metal scientists-young researchers“, *KnE Engineering*, 2019, 293-299.
- [79] Srinivasan N, Narayanaswamy R, Venkatraman B. Study on local zones constituting to band growth associated with inhomogeneous plastic deformation. *Materials Letters*. 2013;105:209-212.
- [80] Johnson DH, Edwards MR, Chard-Tuckey P. Microstructural effects on the magnitude of Luders strains in a low alloy steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2015;625:36-45.
- [81] Sun HB, Yoshida F, Ohmori M, Ma X. Effect of strain rate on Lüders band propagating velocity and Lüders strain for annealed mild steel under uniaxial tension. *Materials Letters*. 2003;57:4535-4539.
- [82] Srinivasan N, Narayanaswamy R, Venkatraman B. An Insight into Lüders Deformation Using Advanced Imaging Techniques. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2013;22(10):3085-3092.
- [83] Kamikawa N, Huang X, Tsuji N, Hansen N. Strengthening mechanisms in nanostructured high-purity aluminium deformed to high strain and annealed. *Acta Materialia*. 2009;57:4198-4208.
- [84] Saha R, Ueji R, Tsuji N. Fully recrystallized nanostructure fabricated without severe plastic deformation in high-Mn austenitic steel. *Scripta Materialia*. 2013;68:813-816.
- [85] An H, Wu S, Zhang Z, Figueiredo RB, Gao N, Langdon TG. Enhanced strength–ductility synergy in nanostructured Cu and Cu–Al alloys processed by high-pressure torsion and subsequent annealing. *Scripta Materialia*. 2012;66:227-230.
- [86] Li Z, Fu L, Fu B, Shan A. Yield point elongation in fine-grained titanium. *Materials Letters*. 2013;96:1-4.
- [87] Hyun Ryu J, In Kim J, Kim HS, Oh CS, Bhadeshia HKDH, Suh D-W. Austenite stability and heterogeneous deformation in fine-grained transformation induced plasticity assisted steel. *Scripta Materialia*. 2013;68:933-936.



- [88] Tsuchida N, Masuda H, Harada Y, Fukaura K, Tomota Y, Nagai K. Effect of ferrite grain size on tensile deformation behavior of ferrite-cementite low carbon steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2008;488(1-2):446-452.
- [89] Zhou T, Zurob H, Zhang P, Kuuskman K, Cho SH, Burella D. Control of edge breaks during cold mill processing of commercial and drawing quality low-carbon steels. *Ironmaking & Steelmaking*. 2019;46:656-662.
- [90] Huang CX, Yang G, Wang C, Zhang ZF, Wu SD. Mechanical Behaviors of Ultrafine-Grained 301 Austenitic Stainless Steel Produced by Equal-Channel Angular Pressing. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2011;42A:2061-2071.
- [91] Gao S, Chen M, Chen S, Kamikawa N, Shibata A, Tsuji N. Yielding Behavior and Its Effect on Uniform Elongation of Fine Grained IF Steel. *Materials Transactions*. 2014;55:73-77.
- [92] Wang H, Zhang Y, Yuan G, Kang J, Wang Y, Misra R.D.K., Wang G. Significance of cold rolling reduction on Lüders band formation and mechanical behavior in cold-rolled intercritically annealed medium-Mn steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2018;737:176-181.
- [93] Hickey JLR, Rouland S, Britton TB. Heterogeneous local plastic deformation of interstitial free steel revealed using in-situ tensile testing and high angular resolution electron backscatter diffraction. *arXiv: Materials Science*. 2018.
- [94] Johnson DH. Lüders bands in RPV steel [Doctoral dissertation]. Cranfield: Cranfield University; 2012.
- [95] Wang XG, Liu CH, He BB, Jiang C, Huang MX. Microscopic strain partitioning in Lüders band of an ultrafine-grained medium Mn steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2019;761:138050.
- [96] Torkamani H, Raygan S, Garcia Mateo C, Rassizadehghani J, Vivas J, Palizdar Y, San-Martin D. The influence of La and Ce addition on inclusion modification in cast niobium microalloyed steels. *Metals*. 2017;7(9):377-395.
- [97] Torkamani H, Raygan S, Garcia Mateo C, Rassizadehghani J, Palizdar Y, San-Martin D. Contributions of rare earth element (La,Ce) addition to the impact toughness of low carbon cast niobium microalloyed steels. *Metals and Materials International*. 2018;24(4):773-788.

- [98] Cai ZH, Jing SY, Li HY, Zhang KM, Misra RDK, Ding H, Tang ZY. The influence of microstructural characteristics on yield point elongation phenomenon in Fe-0.2C-11Mn-2Al steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2019;739:17-25.
- [99] Ma J, Lu Q, Sun L, Shen Y. Two-Step Intercritical Annealing to Eliminate Lüders Band in a Strong and Ductile Medium Mn Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2018;49(10):4404-4408.
- [100] Hutanu R, Clapham L, Rogge RB. Intergranular strain and texture in steel Lüders bands. *Acta Materialia*. 2005;53:3517-3524.
- [101] Stüwe HP, Tóth LS. Plastic instability and Lüders bands in the tensile test: the role of crystal orientation. *Materials Science and Engineering A*. 2003;358:17-25.
- [102] Umamoto M, Todaka Y, Tsuchiya K. Mechanical properties of cementite and fabrication of artificial pearlite. *Materials Science Forum*. 2003;462-432:859-864.
- [103] Gao S, Shibata A, Chen M, Park N, Tsuji N. Correlation between Continuous/Discontinuous Yielding and Hall-Petch Slope in High Purity Iron. *Materials Transactions*. 2014;55:69-72.
- [104] Cai Y-L, Yang S-L, Fu S-H, Zhang Q-C. The Influence of Specimen Thickness on the Lüders effect of a 5456 Al-based alloy: Experimental Observations. *Metals*. 2016;6:120.
- [105] Zheng L, He Y, Moumni Z. Effects of Lüders-like bands on NiTi fatigue behaviors. *International Journal of Solids and Structures*. 2016;83:28-44.
- [106] Nogueira De Codes R, Hopperstad OS, Engler O, Lademo O-G, Embury JD, Benallal A. Spatial and Temporal Characteristics of Propagating Deformation Bands in AA5182 Alloy at Room Temperature. *The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International*. 2011;42A:3358-3369.
- [107] San Juan M, Martín O, Santos FJ, De Tiedra P, Daroca F, López R. Application of thermography to analyse the influence of the deformation speed in the forming process. *Procedia Engineering* 2013;63:821-828.
- [108] Chrysochoos A, Louche H. An infrared image processing to analyse the calorific effects accompanying strain localisation. *International Journal of Engineering Science*. 2000;38:1759-1788.

- [109] Wullink J, Van den Berg F, Van Liempt P, De Haas M. Thermography applied to the evaluation of non-uniform deformation heat of metals. *Quantitative InfraRed Thermography Journal*. 2008;5:69-80.
- [110] Srinivasan N, Narayanaswamy R, Venkatraman B. Intermittent Yielding Behavior of Welded Mild Steel: A Thermomechanical Study. *Experimental Mechanics*. 2016;56:957-968.
- [111] Gao Q, Lu C, Li H, Li J, Han J, Chen L. Anisotropy and microstructural evolutions of X70 pipeline steel during tensile deformation. *Journal Materials Research Society*. 2018;33:3512-3520.
- [112] Fu L, Li Z, Wang H, Wang W, Shan A. Lüders-like deformation induced by delta-ferrite-assisted martensitic transformation in a dual-phase high-manganese steel. *Scripta Materialia*. 2012;67(3):297-300.
- [113] Cai MH, Zhu WJ, Stanford N, Pan LB, Chao Q, Hodgson PD. Dependence of deformation behavior on grain size and strain rate in an ultrahigh strength-ductile Mn-based TRIP alloy. *Materials Science and Engineering: A*. 2016;653:35-42.
- [114] Tovee JP. Microstructural influence on the effects of forward and reverse mechanical deformation in HSLA X65 and X80 linepipe steels [Doctoral dissertation]. Birmingham: University of Birmingham, Department of Metallurgy and Materials; 2014.
- [115] Wilkinson AJ, Britton TB. Strains, planes, and EBSD in materials science. *Materials Today*. (2012);15(9):366-376.
- [116] Stojakovic D. Electron backscatter diffraction in materials characterization. *Processing and Application of Ceramics*. 2012;6:1-13.
- [117] Lei C, Li X, Deng X, Wang Z, Wang G. Deformation mechanism and ductile fracture behavior in high strength high ductility nano/ultrafine grained Fe-17Cr-6Ni austenitic steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2018;709:72-81.
- [118] Zhang J, Jiang Y. A Study of Inhomogeneous Plastic Deformation of 1045 Steel. *Journal of Engineering Materials and Technology*. 2004;126(2):164-171.
- [119] Krušič V, Mašera S, Pepelnjak T, Kuzman K, Rodič T, Pristovšek A. The impact of the forming system parameters on tool service life and product accuracy in cold forming. *International Journal of Microstructure and Materials Properties*. 2009;4(5/6):547-561.

- [120] Krušič V, Rodič T, Pristovšek A. The impact of the forming system parameters on tool service life and product accuracy in cold forming. *International Journal of Microstructure and Materials Properties*. 2009;4(5/6):547-561.
- [121] Barišić B, Pepelnjak P, Math MD. Predicting of the Lüders' bands in the processing of TH material in computer environment by means of stochastic modeling. *Journal of Materials Processing Tehnology*. 2008;203:154-165.
- [122] Jurković Z. Modeliranje i optimizacija parametara obrade primjenom evolucijskih algoritama kod inteligentnih obradnih sustava [doktorski rad]. Rijeka: Sveučilište u Rijeci; Tehnički fakultet; 2007.
- [123] Jurković M, Jurković Z, Buljan S, Obad M. An experimental and modelling approach for improving utilization rate of the cold roll forming production line. *Advances in Production Engineering & Management*. 2018;13:57-68.
- [124] Franz M. Mehanička svojstva materijala. Zagreb: Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje; 1998.
- [125] ISO 6892-1, (2016), Metallic materials - Tensile testing - Part 1: Method of test at room temperature.
- [126] Ćorić D, Alar Ž. Odabrana poglavlja iz mehaničkih svojstava materijala. Zagreb: Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje; predavanja, 2016/2017.
- [127] Jandrić I, Rešković S. Choosing the optimal coating for thermographic inspection. *The Holistic Approach to Environment*. 2015;5(3):127-134.
- [128] Basic Principles Of Non-Contact Temperature Measurement. [Online]. Preuzeto 11.03.2019. s: [http://www.optris.com/applications?file=tl\\_files/pdf/Downloads/Zubehoer/IRBasics.pdf](http://www.optris.com/applications?file=tl_files/pdf/Downloads/Zubehoer/IRBasics.pdf).
- [129] Jandrić I, Rešković S, Lazić L, Alar Ž, Udiljak T, Brlić T. Possibility of using thermography and digital image correlation for determination of stress and strain distribution in deformation zone. *International conference on materials corrosion, heat treatment, testing and tribology, MTECH 2017, Zadar, Croatia, 04.-07.10.2017., 2017., 35-43.*
- [130] Lava P, Pierron F, Reu P. Digital Image Correlation Course. Ghent: MatchID; 2017.

- [131] Yang L, Smith L, Gothekar A, Chen X. Measure Strain Distribution Using Digital Image Correlation (DIC) for Tensile Tests. Final report. The Advanced High Strength Steel Stamping Team of the Auto/Steel Partnership (A/SP), Southfield, MI, January 30, 2010.
- [132] Sutton MA, Orteu JJ, Schreier H. Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements. New York: Springer; 2009.
- [133] MatchID. Theory manual. [Online]. Preuzeto 11.03.2019. s: <http://matchidmbc.be/Documentation/doku.php?id=matchid:training:lessons:dic>.
- [134] Di Lorenzo E, Lava P, Balcaen R, Manzato S, Peeters B. Full-field modal analysis using high-speed 3D digital image correlation. IOP conference series. Journal of Physics: Conf. Series 1149. 2018;1149:012007.
- [135] Badaloni M, Rossi M, Chiappini G, Lava P, Debruyne D. Impact of Experimental Uncertainties on the Identification of Mechanical Material Properties using DIC. Experimental Mechanics. 2015;55:1411–1426.
- [136] Balcaen R, Wittevrongel L, Reu PL, Lava P, Debruyne D. Stereo-DIC Calibration and Speckle Image Generator Based on FE Formulations. Experimental Mechanics. 2017;57:703-718.
- [137] Wang Y, Lava P, Debruyne D. Using super-resolution images to improve the measurement accuracy of DIC. International Conference on Optical Measurement Techniques for Structures and Systems 2015. Antwerpen 2015; Antwerpen, Belgium, April 8-9. 353-361, 2015.
- [138] Khoo S-W, Karuppanan S, Tan C-S. A review of surface deformation and strain measurement using two-dimensional digital image correlation. Metrology and Measurement Systems. 2016;23(3):461-480.
- [139] Wittevrongel L, Badaloni M, Balcaen R, Lava P, Debruyne D. Evaluation of Methodologies for Compensation of Out of Plane Motions in a 2D Digital Image Correlation Setup. Strain. 2015;51:357–369.
- [140] Štamborská M, Mareš V, Kvičala M. Stress-strain analysis of plane specimens made from R7T steel. Kovove Materialy. 2014;52:377-385.
- [141] Lava P. Practical considerations in DIC measurements. DIC course. Cambridge: 2014. Preuzeto 14.05.2019. s: <https://manualzz.com/doc/31565627/practical-considerations-in-dic-measurements>.

- [142] Huang YH. Development of digital image correlation method for displacement and shape measurement [Master Thesis]. Singapore: National University of Singapore, Department of mechanical engineering; 2004.
- [143] Swapp S. Scanning Electron Microscopy (SEM). University of Wyoming. [Online]. Preuzeto 11.03.2019. s: [https://serc.carleton.edu/research\\_education/geochemsheets/techniques/SEM.html](https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html).
- [144] Mršić G, Žugaj S. The analysis of GSR particles with the scanning electron microscope (SEM/EDX). *Policija i sigurnost*. 2007;16(3-4):179-200.
- [145] Electrochemical & Surface engineering Research Group: SURF [Online]. preuzeto 19.05.2020. s: <https://www.surfgroup.be/semedx> .
- [146] Godec M. EBSD Analitička tehnika-moćan alat za karakterizaciju metalnih materijala. Zbornik radova. Okrugli Sto: Značaj i uloga Metalurškog instituta „Kemal Kapetanović“ Zenica u razvoju obrazovnog i privrednog sistema BiH povodom 50 godina postojanja i rada Metalurškog instituta, Zenica 2011; Zenica, Bosna i Hercegovina, 25.10.2011. 32-45; 2011.
- [147] Oxford Instruments. EBSD Explained-From data acquisition to advanced analysis. [Online]. preuzeto 30.03.2018. s: <http://www.ebsd.com/ebsd-explained/13-solving-problems-with-ebsd>.
- [148] Maitland T, Sitzman S. Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples. *Scanning Microscopy for Nanotechnology Techniques and Applications*. Springer. 2007.
- [149] Neogy S, Savalia RT, Tewari R, Srivastava D, Dey GK. Transmission electron microscopy of nanomaterials. *Indian Journal of Pure & Applied Physics*. 2006;44:119-124.
- [150] Walther T. Transmission Electron Microscopy of Nanostructures. *Microscopy Methods in Nanomaterials Characterization: Micro and Nano Technologies*: Elsevier; 2017.
- [151] Smith DJ. Characterization of Nanomaterials Using Transmission Electron Microscopy. *Nanocharacterisation: 2nd Edition*: The Royal Society of Chemistry; 2015.
- [152] Trnak M. Elektronska mikroskopija [diplomski rad]. Osijek: Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku Odjel za fiziku; 2010.

- [153] Modrić S. Rendgenska difrakcija u polikristalu [diplomski rad]. Zagreb: Sveučilište u Zagrebu; Prirodoslovno-matematički fakultet: Fizički odsjek; 2016.
- [154] Tonejc A. Što je difrakcija ili ogib?. [Online]. Preuzeto 02.01.2020. s: [http://www.phy.pmf.unizg.hr/fizgeo/tonejc/difrakcijska\\_svjetlost\\_kul.pdf](http://www.phy.pmf.unizg.hr/fizgeo/tonejc/difrakcijska_svjetlost_kul.pdf).
- [155] Gavrilović TV. Sinteze, optička i strukturna svojstva luminescentnih prahova na bazi gadolinijum-vanadata dopiranog jonima retkih zemalja [doktorski rad]. Beograd: University of Belgrade; Faculty of Chemistry; 2015.
- [156] Prabhu YT, Rao KV, Sai Kumar VS, Kumari BS. X-Ray Analysis by Williamson-Hall and Size-Strain Plot Methods of ZnO Nanoparticles with Fuel Variation. *World Journal of Nano Science and Engineering*. 2014;4:21-28.
- [157] Hammond C. *The Basics of Crystallography and Diffraction*, 3<sup>rd</sup> Edition. Oxford University Press Inc.; New York; 2009.
- [158] Azaroff LV. *Elements of X-Ray Crystallography*. Mac Grow Hill Book Company; New York; 1968.
- [159] Nath D, Singh F, Das R. X-ray diffraction analysis by Williamson-Hall, Halder-Wagner and size-strain plot methods of CdSe nanoparticles- a comparative study. *Materials Chemistry and Physics*. 2020;239:122021.
- [160] Bindu P, Thomas S. Estimation of lattice strain in ZnO nanoparticles: X-ray peak profile analysis. *Journal of Theoretical and Applied Physics*. 2014;8:123-134.
- [161] Khorsand Zak A, Abd Majid WH, Abhrishami ME, Yousefi R. X-ray analysis of ZnO nanoparticles by Williamson-Hall and size-strain plot methods. *Solid State Sciences*. 2011;13:251-256.
- [162] De M, Sen Gupta SP. Lattice imperfection studies in polycrystalline materials by x-ray diffraction line-profile analysis. *Pramana*. 1984;23:721-744.
- [163] Požek M. Strukturna istraživanja, part I: difrakcijske metode. [Online]. cited Preuzeto 02.01.2020. s: <http://www.phy.pmf.unizg.hr/~mpozek/PSEI/materijali/pxrd.pdf>.
- [164] Rietveld HM. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*. 1969;2:65-71.
- [165] Cheary RW, Coelho AA, Cline JP. Fundamental Parameters Line Profile Fitting in Laboratory Diffractometers. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*. 2004;109:1-25.

- [166] Kumar S, C. Das B. Effect of Lattice Strain on X-Ray Diffraction, Raman Spectroscopy and Optical Properties of as Synthesis Nanocomposite ZnO-SnO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> Thin Film by Spray Pyrolysis Method. viXra. 2017.
- [167] Torić F. Seminar iz eksperimentalnih istraživanja u fizici kondenzirane materije: Strukturna analiza MgB<sub>2</sub> dopiranog magnetskim nanočesticama Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. 2014.
- [168] Jurković M. Matematičko modeliranje i optimizacija obradnih procesa. Rijeka: Sveučilište u Rijeci; Tehnički fakultet; 1999.
- [169] Hashimoto S, Ikeda S, Sugimoto K, Miyake S. Effects of Nb and Mo Addition to 0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn Steel on Mechanical Properties of Hot Rolled TRIP-aided Steel Sheets. ISIJ International. 2004;44:1590-1598.
- [170] Rešković S, Jandrić I, Brlić T. The influence of niobium content and initial microstructure of steel on the occurrence of Lüders band at the start of the plastic flow during cold deformation. IOP conference series. Materials science and engineering. 2018;461(1):012070.
- [171] Jandrić I, Rešković S, Vodopivec F, Lava P. Dependence of thermoelastic effect on volume change by elastic deformation. Metals and Materials International. 2016;22:407-412.
- [172] Rešković S, Brlić T, Jandrić I, Vodopivec F. Influence of Strip Cooling Rate on Lüders Bands Appearance During Subsequent Cold Deformation. In: Karabegović I., editor. New Technologies, Development and Application II. Cham, Switzerland: Springer Nature Switzerland, 2020., 115-121.
- [173] Hall EO. Yield Point Phenomena in Metals and Alloys. New York: Plenum Press (Springer); 1970.
- [174] Gerstein G, Nürnberger F, Dudzinski W, Grygier D, Schaper M, Milenin A. Structural evolution of thin lamellar cementite during cold drawing of eutectoid steels. Procedia Engineering. 2014;81:694-699.
- [175] Bagaryatsky YA. The probable mechanism of decomposition of martensite. Doklady Akademii nauk SSSR. 1950;73:1161-1164.
- [176] Petch NJ. The orientation relationships between cementite and  $\alpha$ -iron. Acta Crystallographica. 1953;6:96.



- [177] Pitsch WD. Die kristallographischen Eigenschaften der Zementitausscheidung im Austenit. *Archiv für das Eisen*. 1963;34:381-390.
- [178] Yu Q, Wang Z, Liu X, Wang G. Effect of microcontent Nb in solution on the strength of low carbon steels. *Materials Science and Engineering A*. 2004;379:384-390.
- [179] Ivušić V, Franz M, Španiček Đ, Čurković L. *Materijali I*. Zagreb: Sveučilište u Zagrebu; Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2011.
- [180] Matković T, Matković S. *Fizikalna metalurgija I*. Sisak: Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet; 2009.
- [181] Wang XG, He BB, Liu CH, Jiang C, Huang MX. Extraordinary Lüders-strain-rate in medium Mn steels. *Materialia*. 2019;6:100288.
- [182] Singh G, Nanda T, Miadad SkJ, Gorain NC, Venugopalan T, Kumar BR. Correlation between Lüders band formation and precipitation kinetics behaviour during the industrial processing of interstitial free high strength steels. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*. 2019;19:469-483.
- [183] Brlić T, Rešković S, Jandrlić I. Influence of Niobium Content on Strain Amount in Lüders Bands in Niobium Microalloyed Steel. *Metals and Materials International*. 2020;26:179-187.
- [184] Rešković S, Grizelj B, Brlić T, Balenović M. The application of a factorial experiment with repeated measurements in the investigation of parameters influencing the properties of niobium microalloyed cold drawn welded steel tubes. *Transactions of FAMENA*. 2019;43:17-26.
- [185] Jandrlić I, Rešković S, Čurčija D, Lazić L, Brlić T. Modeling of stress distribution on the basis of the measured values of strain and temperature changes. *AIMS Materials Science*. 2019;6:601-609.
- [186] Jandrlić I, Rešković S, Lazić L, Brlić T, Čurčija D. Appropriate mathematical model for stress calculation based on the measured values of deformation and temperature changes. 18<sup>th</sup> International Foundrymen Conference, Coexistence of material science and sustainable technology in economic growth, Sisak: University of Zagreb Faculty of Metallurgy, Croatia, 2019, 145-152.

## ŽIVOTOPIS

Tin Brlić rođen je 02. veljače 1988. godine u Sisku. Nakon završetka srednje škole, 2007. godine upisao je studij Metalurgije na Metalurškom fakultetu Sveučilišta u Zagrebu. Tijekom studiranja primio je posebno Priznanje i Dekanovu nagradu Metalurškog fakulteta za poseban uspjeh i postignut najbolji uspjeh u cjelokupnom studiranju na preddiplomskom studiju Metalurgije. Diplomski studij na Metalurškom fakultetu završio je 2013. godine, a 2012. godine upisao je diplomski studij na Fakultetu kemijskog inženjerstva i tehnologije Sveučilišta u Zagrebu i diplomirao 2014. godine. Kao student sudjelovao je na programu „Work and Travel“ u Sjedinjenim Američkim Državama te je obnašao dužnosti predsjednika Studentskog zbora Metalurškog fakulteta i člana Skupštine Studentskog zbora Sveučilišta u Zagrebu.

U ožujku 2015. godine zapošljava se u tvrtki Feroimpex Automobilska tehnika d.o.o. gdje radi kao tehnolog toplinske obrade te u srpnju nastavlja raditi u tvrtki Zavod za ispitivanje kvalitete d.o.o. kao samostalni kontrolor. Poslijediplomski doktorski studij Strojstvo, brodogradnja, zrakoplovstvo, metalurgija upisuje 2016. godine, a od tada radi kao asistent na Metalurškom fakultetu u Zavodu za mehaničku metalurgiju, Laboratorij za obradu kovina deformiranjem kojeg je ujedno i voditelj. Dobitnik je nagrade Metalurškog fakulteta za uspješnog mladog znanstvenika te je član Vijeća tehničkog područja Sveučilišta u Zagrebu. Aktivno sudjeluje u izvođenju nastave većeg broja kolegija: Upravljanje kvalitetom, Osnove teorije oblikovanja deformiranjem, Ispitivanje materijala, Tehnologije oblikovanja deformiranjem, Teorija oblikovanja deformiranjem, Oblikovanje metala valjanjem i Oblikovanje cijevi i profila. Na projektu Hrvatske zaklade za znanost „Istraživanja početka plastičnog toka metala kod hladne deformacije“ voditeljice prof.dr.sc. Stoje Rešković sudjelovao je kao suradnik. Tijekom poslijediplomskog studija provodio je veliki broj aktivnosti, a značajnije su: educiranje za rad s programskim paketom MatchID u Ghentu, Belgija i mikrostrukturna ispitivanja u Košicama, Slovačka. Područje istraživanja mu je plastična deformacija, ispitivanje materijala metodama termografije i digitalne korelacije slike te upravljanje kvalitetom. Kao autor i koautor objavio je 28 znanstvenih i stručnih radova u časopisima i zbornicima međunarodnih konferencija te je koautor skripte „Upravljanje kvalitetom“. Ukupan popis publikacija dostupan je na: <https://www.bib.irb.hr/pregled/znanstvenici/355181>. U govoru i pismu aktivno se služi engleskim jezikom, a pasivno njemačkim. Oženjen je i otac jednog djeteta.

## BIOGRAPHY

Tin Brlić was born on February 2<sup>nd</sup>, 1988 in Sisak. After completing secondary school in 2007 he enrolled Faculty of Metallurgy at the University of Zagreb. During his studies he was awarded a Special Recognition Award and Dean's Award for his outstanding results and being the best student in the entire undergraduate studies at the Faculty of Metallurgy. He took his master's degree from the Faculty of Metallurgy in 2013 and from the Faculty of Chemical Engineering and Technology at the University of Zagreb, which he enrolled in 2012, in 2014. As a student he participated in the Work and Travel program in the United States of America. He was a President of the Students' Union at the Faculty of Metallurgy and a member of the Assembly of University of Zagreb Students' Union.

After graduating in March 2015 he was employed by Feroimpex Ltd. where he worked as a heat treatment technologist and from July 2015 by the Quality Superintending Company Ltd. as an independent controller. He continued his postgraduate study of Mechanical Engineering, Naval Architecture, Aeronautical Engineering, and Metallurgical Engineering in 2016 and has been an assistant at the Department of Mechanical Metallurgy at the Faculty of Metallurgy and the head of the Laboratory for Processing Metal by Deformation. He is a recipient of the Faculty of Metallurgy Award for Successful Young Scientists and a member of the Zagreb University Council on Technical Area. He is actively involved in teaching several courses: Quality Management, Fundamentals of Theory of Metal Forming, Materials Testing, Metal Forming Technologies, Theory of Metal Forming, Metal Forming by Rolling, and Metal Tube and Profile Forming. He participated as an associate in the Study of the Beginning of Plastic Flow of Metals during Cold Deformation project led by Prof. Stoja Rešković, PhD, which was financed by the Croatian Science Foundation. He conducted numerous activities during his postgraduate study, the most important of which are: MatchID software package training in Ghent, Belgium; and microstructural testing in Košice, Slovakia. His field of study includes plastic deformation, quality management and materials testing using thermography and digital image correlation. As an author and co-author, he published script Quality Management and 28 scientific and professional papers in journals and proceedings of international conferences. A complete list of his publications is available on: <https://www.bib.irb.hr/pregled/znanstvenici/355181>. He is fluent in English and has basic knowledge of German. He is married and has got a son.