Selanec, Janja

Master's thesis / Diplomski rad

2008

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

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:451038

Rights / Prava: In copyright/Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: 2025-01-03

Repository / Repozitorij:

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





SVEUČILIŠTE U ZAGREBU FAKULTET STROJARSTVA U BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Janja Selanec

Zagreb, 2008

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU FAKULTET STROJARSTVA U BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentor:

Doc.dr.sc. Zdravko Schauperl

Janja Selanec

Zagreb, 2008

ZAHVALA

Zahvaljujem se mentoru doc.dr.sc. Zdravku Schauperlu na odabiru teme i pruženoj stručnoj pomoći tijekom izrade diplomskog rada.

Također se želim zahvaliti gđi. Nadi Vargi na pruženoj pomoći pri pripremi uzoraka, dr.sc. Danku Ćoriću i ostalim djelatnicima Laboratorija za ispitivanje mehaničkih svojstava na pomoći pri mehaničkim ispitivanjima te dr.sc. Damiru Ciglaru i ostalim djelatnicima Katedre za alatne strojeve na pomoći pri izradi epruveta za ispitivanja.

Puno hvala mojim roditeljima, Ivi i Andriji na velikom strpljenju, odricanju i potpori koju su mi pružili tijekom mog školovanja i studiranja.

Posebno bih se zahvalila svim prijateljima i kolegama koji su na bilo koji način pridonijeli mom uspješnom završetku studija.

IZJAVA

Izjavljujem da sam ovaj rad izradila samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija te stručnu literaturu i raspoloživu opremu.

SAŽETAK

U izradi strojnih dijelova kućišta koja su u eksploataciji izložena visokim temperaturama koriste se specijalne vrste materijala, a najčešća je primjena Nilegura, poznatih po komercijalnim nazivima Inconel ili Nicrofer.

U ovom radu ispituju se mehanička svojstva i mikrostruktura Ni-legure, kvalitete Ni300 koja je u eksploataciji provela 72 000 h na temperaturama većim od 1000[°]C. Dobiveni rezultati uspoređuju se sa svojstvima i mikrostrukturom istog materijala prije puštanja u pogon. Na temelju rezultata ispitivanja doneseni su zaključci o promjeni svojstva i strukture materijala tijekom eksploatacije.

SADRŽAJ

POPIS SLIKA	I
POPIS TABLICA	. IV
POPIS OZNAKA I MJERNIH JEDINICA FIZIKALNIH VELIČINA	V
1. UVOD	1
2. PROMJENE SVOJSTAVA MATERIJALA PRI PORASTU TEMPERATURE	4
2.1. Pojava puzanja materijala	4
2.2. Ostale pojave vezane uz mehanička svojstva pri povišenim i visokim temperaturam	a 9
2.3. Pokazatelji mehaničkih svojstava pri povišenim i visokim temperaturama	.10
3. MATERIJALI ZA RAD NA POVIŠENIM I VISOKIM TEMPERATURAMA	.12
3.1. Čelici za rad pri povišenim i visokim temperaturama	.12
3.1.1. Čelici za kotlovske limove (ϑr<450 °C)	.12
3.1.2. Niskolegirani Mo-čelici i Mo-Cr-čelici (θ _r = 450-550°C)	.13
3.1.3. Super 12% Cr martenzitni čelici ($\vartheta_r < 600^\circ$ C)	.15
3.1.4. Austenitni toplinski visokopostojani čelici (θ _r = 600-800°C)	.17
3.1.5. Vatrootporni čelici	.19
3.1.6. Čelici za ventile motora	.21
3.2. Neželjezne legure za rad pri visokim temperaturama (ϑ_r = 800-1100°C)	.23
3.2.1. Legure na osnovi kobalta	.25
3.2.2. Legure na osnovi nikla	.26
4. PRAKTIČNI DIO	.29
4.1. Uvod	.29
4.2. Ispitivanje materijala	.32
4.3. Ispitivanje mehaničkih svojstava materijala Ni300 (Inconel 617)	.33
4.3.1. Statičko vlačno ispitivanje	.33
4.3.2. Ispitivanje udarnog rada loma (žilavosti)	.37
4.4. Ispitivanje mikrotvrdoće	.40
4.5. Ispitivanje mikrostrukture	.45
4.5.1. Ispitivanje mikrostrukture na svjetlosnom mikroskopu	.45
4.5.2. Ispitivanje mikrostrukture na SEM-u (Skening Electron Microscope)	.58
5. ZAKLJUČAK	.70
6. LITERATURA	.71
PRILOG	.72

POPIS SLIKA

Slika 1.1 Primjenjivost materijala za dugotrajni rad pri povišenim i visokim temperaturama [1]
Slika 1.2 Primjenjivost metalnih materijala za parne i plinske turbine [1]1
Slika 2.1 Shematski prikaz ponašanja čelika pri kratkotrajnom statičkom razvlačenju pri 9>450°C [2]4
Slika 2.2 Shematski prikaz ponašanja čelika pri dugotrajnom statičkom razvlačenju pri 9>450°C [2]4
Slika 2.3 (a) osnovni dijagram puzanja s naznačenim stadijima puzanja [1]6
Slika 2.4 Shematski prikaz vrste loma s porastom temperature [2]8
Slika 2.5 Utjecaj temperature na granicu puzanja ovisno o veličiti zrna [2]8
Slika 2.6 Promjena mehaničkih svojstava s povišenjem temperature [3]9
Slika 2.7 Promjena savojne dinamičke izdržljivosti austenitnog čelika X10NiCrWTi36-15 s povišenjem temperature [3]
Slika 2.8 Ovisnost karakteristika mehaničke otpornosti o temperaturi za čelik 13CrMo4-4 i 15Mo3 [3]11
Slika 3.1 Utjecaj sastava čelika na kontrakciju presjeka pri statičkom vlačnom pokusu nakon agresije vodika [2]14
Slika 3.2 Dijagram popuštanja čelika X20 CrMoV 12 1 [2]16
Slika 3.3 Utjecaj toplo-hladnog valjanja na vremensku čvrstoću austenitnog toplinski postojanog čelika (čelik:0,26% C; 3% Si; 1,2% Mn; 19,5% Cr; 10,2% Ni; 1,12% W; 0,8% Nb) [1]
Slika 3.4 Shematski dijagrami postupka toplinske obradbe podgrupa čelika iz tablice P5 u prilogu [1]
Slika 3.5 Ovisnosti nekih mehaničkih svojstava o temperaturi za podgrupe čelika iz tablice P5 u prilogu [1]
Slika 3.6 Utjecaj legiranja sa Si, Al i Cr na intenzivnost oksidacije pri 900°C1000°C [3]20
Slika 3.7 Promjene konvencionalne granice razvlačenja (R _{p0,2}) i vremenske granice razvlačenja (R _{p0,2/10} ³) u ovisnosti o radnoj temperaturi (9 _r) za superlegure [2]23
Slika 3.8 Dijagrami postupka toplinske obradbe superlegura [2]
Slika 4.1 Plinska turbina GT11N [7]
Slika 4.2 3D model kućišta vrućih plinova [8]30
Slika 4.3 Dio kućišta vrućih plinova, s kojeg je izrezan uzorak za ispitivanje
Slika 4.4 Unutarnja strana kućišta vrućih plinova, s kojeg je izrezan uzorak za ispitivanje31

Slika 4.5 Vanjska (hladna) strana uzorka Ni-legure (Inconel 617) s označenim mjestima
rezanja epruveta za mehanička ispitivanja i metalografiju
Slika 4.6 Unutarnja strana uzorka Ni-legure, koja je bila izložena visokim temperaturama i
strujama plinova izgaranja32
Slika 4.7 Epruvete za statičko vlačno ispitivanje [4]
Slika 4.8 Kidalica
Slika 4.9 Epruvete za statičko vlačno ispitivanje
Slika 4.10 Dijagram naprezanje - istezanje
Slika 4.11 Epruvete za ispitivanje udarnog rada loma [4]
Slika 4.12 Charpyjev bat
Slika 4.13 Epruvete za ispitivanje žilavosti po Charpy-u
Slika 4.14 Vickersova metoda ispitivanja tvrdoće [1]41
Slika 4.15 Mikrotvrdomjer PMT342
Slika 4.16 Promjena mikrotvroće od unutarnje površine, izložene vrućim plinovima prema
sredini43
Slika 4.17 Promjena mikrotvrdoće od vanjske površine prema sredini43
Slika 4.18 Uzorci za metalografsko ispitivanje48
Slika 4.19 Uređaj za brušenje STRUERS DAP - V49
Slika 4.20 Automatsko poliranje
Slika 4.21 Mikrostruktura materijala u poliranom stanju uz unutarnju površinu izloženu struji
vrućih plinova51
Slika 4.22 Mikrostruktura materijala u poliranom stanju uz unutarnju površinu izloženu struji
vrućih plinova (veće povećanje)52
Slika 4.23 Mikrostruktura materijala u poliranom stanju uz unutarnju površinu izloženu struji
vrućih plinova (veće povećanje)52
Slika 4.24 Mikrostruktura materijala u poliranom stanju uz unutarnju površinu izloženu struji
vrućih plinova; (drugo mjesto)53
Slika 4.25 Mikrostruktura materijala u poliranom stanju uz unutarnju površinu izloženu struji
vrućih plinova (veće povećanje)53
Slika 4.26 Mikrostruktura materijala u poliranom stanju uz unutarnju površinu izloženu struji
vrućih plinova (drugo mjesto)54
Slika 4.27 Mikrostruktura materijala u nagriženom stanju u sredini stjenke
Slika 4.28 Mikrostruktura materijala u nagriženom stanju u sredini stjenke (veće povećanje)
Slika 4.29 Mikrostruktura materijala u nagriženom stanju u sredini stjenke (veće povećanje)
Slika 4.30 Mikrostruktura materijala u nagriženom stanju u sredini stjenke (drugo mjesto)56

POPIS TABLICA

Tablica 3.1 Skupine Ni-legura s njihovim trgovačkim imenima [1]	27
Tablica 4.1 Dimenzije epruveta za statičko vlačno ispitivanje	35
Tablica 4.2 Rezultati ispitivanja mehaničkih svojstava	36
Tablica 4.3 Rezultati ispitivanja udarnog rada loma	39
Tablica 4.4 Upute za izvođenje brušenja	49
Tablica 4.5 Prikaz uputa za poliranje	50
Tablica 4.6 Kemijski sastav materijala na dijelu Spectrum 1	61
Tablica 4.7 Kemijski sastav materijala na dijelu Spectrum 2	62
Tablica 4.8 Kemijski sastav materijala na dijelu Spectrum 3	63
Tablica 4.9 Kemijski sastav materijala na dijelu Spectrum 4,	64
Tablica 4.10 Veličina zrna materijala Ni300 (Inconel 617) prema ASTM E112	69
Tablica P.1 Nelegirani čelici za kotlovske limove [1]	73
Tablica P.2 Niskolegirani toplinski postojani čelici [1]	74
Tablica P.3 Čelici otporni na vodik pod tlakom [1]	75
Tablica P.4 Super 12% Cr – toplinski visokopostojani čelici [1]	76
Tablica P.5 Austenitni toplinski visokopostojani čelici [1]	77
Tablica P.6 Vatrootporni čelici [1]	78
Tablica P.7 Čelici za ventile motora [1]	79
Tablica P.8 Superlegure na osnovi kobalta [1]	80
Tablica P.9 Mehanička svojstva niklovih legura s povećanom korozijskom i toplinskom	
postojanošću [1]	80

POPIS OZNAKA I MJERNIH JEDINICA FIZIKALNIH VELIČINA

A, A ₅ [%],	istezljivost
A ₉ [%],	istezljivost pri radnoj temperaturi
BCC,	prostorno centrirana rešetka
d [mm],	promjer otiska
D [mm],	promjer kuglice
E ₉ [N/mm²],	modul elastičnosti pri radnoj temperaturi
F [N],	sila
FCC,	plošno centrirana rešetka
G [N],	težina bata
h₁ [m],	početna visina bata
h ₂ [m],	visina koju je bat dosegnuo nakon loma ili provlačenja epruvete
HV, HRC, HB,	tvrdoća (Vickersova, Rockwellova C, Brinellova)
KV, KU [J],	udarni rad loma ("žilavost") za epruvete s "V" ili "U" utorom
KV _{DVM} [J],	udarni rad loma za epruvete s "V" utorom po DVM
L ₀ [mm].	početna mjerna duljina epruvete
L _u [mm].	konačna mjerna duljina epruvete
MC,	karbidi
$M_{23}C_6$,	karbidi
M ₆ C,	karbidi
R _{p0,2} [N/mm ²],	konvencionalna granica razvlačenja
R _{p0,2/9} [N/mm ²],	konvencionalna granica razvlačenja pri radnoj temperaturi
R _m [N/mm ²],	vlačna čvrstoća
R _{m/9} [N/mm²],	vlačna čvrstoća pri radnoj temperaturi
R _{p1/t/9} [N/mm ²],	granica puzanja
R _{p1/10000} [N/mm ²],	vrijednost granice puzanja pri nekoj temperaturi za vrijeme ispitivanja
	od 10 000 h
R _{p1/10000} [N/mm ²],	vrijednost granice puzanja pri nekoj temperaturi za vrijeme ispitivanja
	od 100 000 h
R _{DVM/9} [N/mm ²],	granica puzanja po DVM pri definiranoj temperaturi
R _{m/t/9} [N/mm²],	statička izdržljivosti
S [mm²],	površina kugline kalote
S ₀ [mm ²],	površina početnog presjeka

S _u [mm²],	ploha presjeka epruvete na mjestu prijeloma
T _r [K],	radna temperatura
T _t [K],	talište osnovnog materijal
T [s], [h],	trajanje, vrijeme
Z [%],	kontrakcija

GRČKA SLOVA

gama intermetalni spoj (precipitat)
gama primarni intermetalni spoj (precipitat)
naprezanje
intermetalni spoj FeCr (σ faza)
istezanje
početno istezanje
ukupno istezanje
elastična deformacija
trajna deformacija
brzina puzanja
temperatura
temperatura austenitizacije
temperatura normalizacije
temperatura popuštanja
radna temperatura
temperatura starenja

1. UVOD

Povišene i visoke radne temperature vladaju u kemijskoj, procesnoj industriji, te u energanama (rad kotlova, turbina, izmjenjivača topline itd.). Poznato je da bi se brzina nekih kemijskih reakcija mogla udvostručiti kada bi se temperatura smjela povisiti samo za desetak kelvina. Na žalost, ograničavajući faktor je ovdje najčešće materijal, i to ili zbog ograničene čvrstoće ili zbog visoke cijene tih vrsta materijala. Iz tih se razloga danas pridaje velika važnost daljnjem unapređivanju materijala za rad pri visokim temperaturama. Slike *1.1* i *1.2* prikazuju primjenjivost materijala ovisno o radnim temperaturama i o naprezanjima.



Slika 1.1 Primjenjivost materijala za dugotrajni rad pri povišenim i visokim temperaturama [1]



Slika 1.2 Primjenjivost metalnih materijala za parne i plinske turbine [1]

Prema prijedlogu ruskih autora dogovorno se radne temperature strojeva i uređaja dijele na slijedeći način:

- niske temperature: T_r < 0,25·T_t
- povišene temperature: T_r = (0,25...0,4)·T_t
- visoke temperature: T_r > 0,4·T_t

Kod čelika i željeznih materijala do 180°C nema bitnih promjena mehaničkih svojstava, pa se stoga te temperature smatraju niskim. Radne temperature od 180°C do 450°C za čelik su povišene, a one iznad 450°C visoke.

Po kriterijima američkih autora primjenjivost pojedinih legirnih sustava obuhvaća, uz radnu temperaturu, još i visinu radnog naprezanja. Naime, na povišenim i visokim temperaturama dolazi do procesa puzanja, odnosno do nepovratne deformacije nastale uslijed dugotrajnog djelovanja statičkog naprezanja pri povišenim i visokim temperaturama.

Poznato je, da se pri povišenim i visokim temperaturama mijenjaju fizikalna i mehanička svojstva materijala, ali nastupaju i neke pojave (npr. puzanje), kojih pri niskim temperaturama gotovo i nema. Nasuprot tome, ovisno o okolišnom mediju, u materijalu će pri povišenim i visokim temperaturama nastupiti kemijske promjene u površinskim slojevima, najčešće oksidacija, ali i oštećenja od vodika, sumporvodika i ugljikovih oksida. Upravo ta dva djelovanja podijeliti će čelike za rad pri povišenim i visokim temperaturama u dvije glavne skupine:

- toplinski (visoko) postojani
- vatrootporni

Toplinski (visoko) postojane materijale karakteriziraju razmjerno dobra mehanička svojstva, ali imaju slabiju otpornost na kemijsko djelovanje, dok su kod vatrootpornih slabija mehanička svojstva, ali su visokootporni prije svega na plinsku oksidaciju pri radnim temperaturama.

2

Nažalost još nije moguće osigurati istodobnu otpornost na npr. puzanje i otpornost na visokotemperaturnu koroziju te je stoga prosudba konstruktora, treba li dati prednost jednom ili drugom zahtjevu. Iz te prosudbe slijediti će i izbor odgovarajućeg materijala. Problemi će biti izraženiji što je viša radna temperatura uređaja, predviđena trajnost i više radno naprezanje.

2. PROMJENE SVOJSTAVA MATERIJALA PRI PORASTU TEMPERATURE

Tipične pojave vezane uz mehanička svojstva pri povišenim i visokim temperaturama su: sniženje granice razvlačenja, vlačne čvrstoće i modula elastičnosti uz istovremeno povećanje istezljivosti, suženja poprečnog presjeka i žilavosti. Također dolazi i do pojave puzanja te smanjenja dinamičke izdržljivosti.

2.1. Pojava puzanja materijala

Za ponašanje strojnog dijela ili uređaja izloženog dugotrajnom vlačnom naprezanju, a osobito ako je radna temperatura viša od 450°C, rezultati kratkotrajnog statičkog pokusa nisu mjerodavni, odnosno mogu se smatrati samo orijentacijskim pokazateljem, ali nikako dovoljnim uvjetom primjene rezultata u proračunu dimenzija dijela. Razlog je tomu razlika u ponašanju metalnog materijala pri kratkotrajnom pokusu razvlačenja od onog pri dugotrajnom, što prikazuju slike *2.1* i *2.2*.



Slika 2.1 Shematski prikaz ponašanja čelika pri kratkotrajnom statičkom razvlačenju pri 9>450°C [2]



U dugotrajnom je pokusu razvlačenje zaustavljeno pri nekom naprezanju σ <R_{p0,2}, dakle u elastičnom području. Vidi se da će pri visokim temperaturama uz održavanje σ =const. doći do trajnih i nepovratnih istezanja materijala. Ova se pojava naziva puzanjem.

Dakle, pojmom puzanje obuhvaćena je pojava vremenski ovisne i nepovratne (trajne) deformacije koja nastaje pri povišenim ili visokim temperaturama, ako na strojni dio dugo djeluje vlačno naprezanje.

Pojava puzanja nije vezana samo za visoke temperature, ona nastupa kod nekih materijala i pri 20°C, no iznosi trajnih istezanja su obično mali, pa se u praksi s njima niti ne računa.

Pojava puzanja zasniva se na pokretljivosti atoma, koja se pojačava s porastom temperature i s prisutnošću većeg broja defekata rešetaka. Za sve ovo su od značenja toplinski aktivni procesi izmjene mjesta atoma, s kojima upravlja difuzija. U strukturi materijala pri povišenim i visokim temperaturama istodobno nastupaju slijedeće promjene:

- koncentracija praznih mjesta (vakancija) raste, što olakšava difuziju
- penjanje i klizanje dislokacija stvara nove klizne sustave atomnih ravnina
- deformiraju se granice zrna, a taj je proces porastom temperature sve lakši
- snizuje se strukturna stabilnost: hladno deformirani metal oporavlja se i/ili rekristalizira, a onaj precipitacijski očvrsnut (ostaren) postaje prestaren
- površine strojnih dijelova reagiraju s okolišem: nastupaju problemi korozije i ogaranja (stvaranje ogorine)

Očito je, da se veličine potrebne za izbor materijala i proračun dimenzija, tj. dopušteno istezanje odnosno i dopušteno naprezanje pri zadanoj temperaturi i zadanom trajanju, neće moći izvesti iz podataka koje daje statički vlačni pokus. Da bi se dobili pokazatelji svojstava materijala nakon dugotrajnog razvlačenja pri povišenim i visokim temperaturama trebati će se izvesti pokus, koji će katkad morati trajati i do 20 godina bez prekida.



Ovisnost istezanja zbog puzanja i trajanja naprezanja prikazuje slika 2.3.

Slika 2.3 (a) osnovni dijagram puzanja s naznačenim stadijima puzanja (b) utjecaj naprezanja na dijagram puzanja (c) dijagram brzina puzanja [1]

Iz osnovnog dijagrama puzanja (slika 2.3 (a)) može se vidjeti da on ne počinje u ishodištu koordinatnog sustava, zbog toga što dolazi do trenutnog istezanja u trenutku opterećivanja epruvete. Pod djelovanjem naprezanja nastaje deformacija (istezanje) $\varepsilon_{poč}$, koja se tijekom trajanja naprezanja mijenja po krivulji ε_{uk} . Kada bi se ispitivana epruveta rasterećivala, krivulja ε_{uk} "spustila" bi se za ε_{el} i postala bi krivulja ε_{trajno} .

Sam proces puzanja podijeljen je u 3 stadija. U I. stadiju, koji se naziva početni stadij puzanja smanjuje se brzina puzanja. Uzrok tome je pojava očvrsnuća materijala gomilanjem dislokacija po granicama zrna, koje se međusobno presijecaju, a time jedna drugu koče. Procesi u I. stadiju najčešće se odvijaju pri nižim naprezanjima i nižim temperaturama oko (0,4...0,5)·T_t, tj. za željezne legure pri 450°C...630°C. Toplinski aktivirana zamjena mjesta, odnosno difuzijski proces, ovdje je manje važan, a prevladavaju procesi oporavka. U ovom stadiju istezanje se ostvaruje prema izrazu:

6

$\epsilon_1 = t^m$, m < 1

II. stadij, koji je naziva stadij konstantne brzine puzanja zbiva se zbog izmjeničnih djelovanja očvrsnuća, koje nastaje zbog deformacija pod vlačnim naprezanjem i rekristalizacije materijala. Ono je toplinski aktivirani proces penjanja dislokacija, koje stvaraju nove granice podzrna. Snižavanjem gustoće dislokacija te rastom podzrna, što i dalje razrjeđuje dislokacije, čvrstoća se smanjuje i deformacija zbog naprezanja teče dalje. U ovom stadiju, prirast istezanja u jedinici vremena je približno konstantan, dijagram je približno pravac, pa vrijedi:

$\varepsilon_{II} = \mathbf{k} \cdot \mathbf{t}$.

Za ovaj stadij puzanja možemo reći da je tehnički najvažniji, jer se iz njega utvrđuje vremenska granica puzanja, tj. ono naprezanje, koje neće uzrokovati porast iznosa istezanja do isteka zadanog vremena. Iz njega se može izračunati ili procijeniti kako dugo smije neki strojni dio biti izložen trajnom opterećenju na zadanoj temperaturi, a da ne dođe do prejakog istezanja ili čak do loma.

Želja je ovaj stadij načiniti što dužim, što se postiže: povišenjem rekristalizacijske temperature legiranjem visokotaljivim elementima (Mo, V, W), otežavanjem procesa difuzije (Mo, Cr), provociranjem precipitacije karbida popuštanja (posebno Mo₂C) i/ili intermetalnih faza (npr. Ni₃Al, Ni₃Ti, Fe₂Mo) te izborom gušće FCC rešetke umjesto rijetke BCC. Puzanje će se usporiti i izborom odgovarajuće veličine zrna. Naime, u procesu puzanja slaba su mjesta granice zrna. Koncentrirane dislokacije počet će napuštati svoje ravnine već uz malu aktivirajuću energiju i tako oslabjeti materijal. Prema tome, potrebno je prorijediti ta slaba mjesta, tj. pogrubiti zrno. Sve ove mjere usporiti će puzanje u II. stadiju te odgoditi početak III. stadija, koji kada jednom nastupi, uzrokuje lom.

U III. stadiju puzanja, odnosno završnom stadiju, dolazi do rekristalizacije. Uz konstantno naprezanje, brzina se puzanja naglo povećava, što se može vidjeti iz dijagrama na slici 2.3 (c) te cijeli proces završava lomom. Glavni uzročnici loma su: naglo povećani broj praznih mjesta u rešetci i deformacija granica zrna. Na granicama zrna nastaju početne pukotine. U ovom stadiju dolazi i do lokalnih kontrakcija presjeka, što je uzrokom povišenja naprezanja, pa treba uočiti da

7

σ≠const. Osim pukotina na granicama zrna, uzrok nastupu III. stadija može biti i koagulacija precipitata ili karbida. U ovom stadija, krivulja puzanja teče po zakonu:

 $\epsilon_{III} = t^m$, gdje je m > 1

Treba uočiti promjene zbivanja pri lomu na kraju III. stadija puzanja. Pri nižim temperaturama deformiranje zrna je lakše u jezgri zrna i lom je transkristalan, a pri višima, kada je difuzija intenzivna, gustoća vakancija u blizini granica zrna omogućava penjanje dislokacija i lom će biti interkristalan. Shematski prikaz ponašanja pri lomu s porastom temperature prikazuje slika *2.4*.



Slika 2.4 Shematski prikaz vrste loma s porastom temperature [2]

Toplinski čvrste legure su grubozrnate, jer je tada ukupna duljina granica, koje teže procesima zamjene mjesta manja, tj. ukupno su kraći lokaliteti niže čvrstoće. Slika 2.5 prikazuje utjecaj veličine zrna na granicu puzanja ovisno o radnoj temperaturi. Treba imati na umu da će s grubozrnatošću čelik postajati sve krhkiji i sve manje dinamički izdržljiv.



Slika 2.5 Utjecaj temperature na granicu puzanja ovisno o veličiti zrna [2]

2.2. Ostale pojave vezane uz mehanička svojstva pri povišenim i visokim temperaturama

Kako je već spomenuto pri povišenim i visokim temperaturama dolazi do promjena nekih mehaničkih svojstava. Sniženje granice razvlačenja, vlačne čvrstoće i modula elastičnosti uz istovremeno povećanje istezljivosti, prikazuje slika 2.6. Također dolazi do suženja poprečnog presjeka i žilavosti.



Slika 2.6 Promjena mehaničkih svojstava s povišenjem temperature [3]

Tijekom rada pri povišenim i visokim temperaturama smanjuje se dinamička izdržljivost ili uopće ne postoji, odnosno dolazi do loma kod određenog broja promjena opterećenja. Slika 2.7 prikazuje promjenu savojne dinamičke izdržljivosti austenitnog čelika X10NiCrWTi36-15 s povišenjem temperature.



Slika 2.7 Promjena savojne dinamičke izdržljivosti austenitnog čelika X10NiCrWTi36-15 s povišenjem temperature [3]

2.3. Pokazatelji mehaničkih svojstava pri povišenim i visokim temperaturama

Za izbor materijala i proračun mehanički opterećenih dijelova konstrukcija izvrgnutih povišenim i visokim temperaturama, bitna su slijedeća mehanička svojstva:

- R_{p0,2/9} vrijednost konvencionalne granice razvlačenja pri radnoj temperaturi
- R_{m/9} vrijednost vlačne čvrstoće pri radnoj temperaturi
- E₉ vrijednost modula elastičnosti pri radnoj temperaturi
- A₉ vrijednost istezljivosti pri radnoj temperaturi
- R_{p1/t/9} vrijednost granice puzanja pri nekoj temperaturi za definirano vrijeme ispitivanja, koje može iznositi 1000, 10000 ili 100000 sati, odnosno to je ono naprezanje koje nakon djelovanja u određenom trajanju pri određenoj temperaturi izaziva trajnu deformaciju od 1%
- R_{DVM/9} granica puzanja po DVM pri definiranoj temperaturi
 DVM granica puzanja je naprezanje, koje izaziva brzinu puzanja 10·10⁻⁴ %/h unutar 25. i 35. sata pokusa, a da nakon 45h ne nastupi trajna deformacija veća od 0,2%
- R_{m/t/9} vrijednost statičke izdržljivosti pri definiranoj temperaturi za određeno vrijeme djelovanja opterećenja, odnosno to je ono naprezanje koje nakon određenog vremena djelovanja na nekoj temperaturi izaziva lom

Navedena svojstva određuju se iz dugotrajnih ispitivanja vlačno napregnute epruvete pri povišenim ili visokim temperaturama

Uz ove pokazatelje još su važni, ali se obično ne kvalificiraju:

- otpornost relaksaciji
- dinamička izdržljivost pri povišenim ili visokim temperaturama
- toplinski umor površinskih slojeva
- otpornost na koroziju tzv. ogaranje

Za dimenzioniranje dijelova koji rade pri povišenim temperaturama, konstruktor koristi dijagrame ovisnosti mehaničkih svojstava o radnoj temperaturi, koji je prikazan slikom 2.8.



Slika 2.8 Ovisnost karakteristika mehaničke otpornosti o temperaturi za čelik 13CrMo4-4 i 15Mo3 [3]

Do radnih temperatura iznad kojih počinje puzanje, dijelovi se proračunavaju prema vrijednostima mehaničkih svojstava dobivenim statičkim vlačnim kratkotrajnim opterećenjem. Iznad te granične temperature veličine za izbor materijala i proračun su granica puzanja i statička izdržljivost.

3. MATERIJALI ZA RAD NA POVIŠENIM I VISOKIM TEMPERATURAMA

3.1. Čelici za rad pri povišenim i visokim temperaturama

S obzirom na temperaturno područje primjene razlikujemo četiri osnovne podskupine čelika:

- ugljični (nelegirani) čelici
- niskolegirani čelici
- visokolegirani martenzitni čelici
- visokolegirani austenitni čelici

3.1.1. Čelici za kotlovske limove (ϑ_r<450 °C)

Čelici za kotlovske limove su ugljični (nelegirani) čelici zajamčenog kemijskog sastava i zajamčenih mehaničkih svojstava, čiji su podaci prikazani u prilogu u tablici *P1*. Prikladni su za trajni rad do 450°C.

Ova grupa čelika primjenjuje se pri radnim temperaturama kod kojih često dolazi do pojave starenja i njegovih posljedica, kao što je sniženje duktilnosti. Zbog toga, ovi čelici moraju biti posebno otporni na starenje. Od njih se, također zahtjeva kemijska otpornost na lužine i kotlovsku vodu te dinamička izdržljivost za slučaj titrajnih naprezanja. Od tehnoloških se svojstava posebno traži zavarljivost, što se posebno regulira sadržajem ugljika (≤0,22%C).

Svi se ovi zahtjevi ostvaruju preciznom regulacijom odnosa sadržaja mangana i ugljika, visokom čistoćom čelika te dezoksidiranjem feromanganom i aluminijem. Stvaranje čestica AIN važno je za postignuće otpornosti na starenje, jer vezani dušik u tijeku rada se neće moći spajati sa željezom u Fe₂N ili Fe₄N i ti se spojevi neće taložiti po granicama zrna.

12

Ova grupa nelegiranih čelika isporučuje se u normaliziranom stanju. Normalizacijom se usitnjuje zrno i dijelom nadomješćuje žarenje, odnosno otapaju se nečistoće (P i S–spojevi).

Primjena ove skupine čelika je u izradi oplate parnih kotlova, a pri okolišnoj temperaturi i za cijevi te spremnike većih promjera.

3.1.2. Niskolegirani Mo-čelici i Mo-Cr-čelici (ϑ_r = 450-550°C)

Pri dugotrajnom radu iznad 480°C, kod nelegiranih čelika nastupa slabljenje materijala zbog rekristalizacije matrice i koagulacije cementita. U grupi niskolegiranih čelika ove će se pojave pojaviti tek iznad 550°C, što se postiže legiranjem jakim karbidotvorcima (Mo, Cr, V), koji ujedno i povisuju rekristalizacijsku temperaturu, te svojim karbidima usporavaju puzanje. Osim toga, spomenuti se čelici obično koriste u poboljšanom stanju, što sprečava pojavu krhkosti popuštanja, u čemu je posebno učinkovit molibden. Nadalje, molibden i krom povisuju prokaljivost čelika, pa posredno povećavaju žilavost visokopopuštenog martenzita, ili još češće bainita, koji nastaje pod utjecajem molibdena. Tek iznad 550°C počet će posebni Mo-karbid popuštanja Mo₂C koagulirati i prelaziti u oblik Mo₆C. Ta pojava ograničuje primjenu ovih čelika do najviše 550°C. Pregled svojstava ove skupine čelika daje tablica *P2* u prilogu.

Toplinska obradba Mo-čelika i Mo-Cr čelika sastoji se, ili od poboljšavanja ili od normalizacije s visokim popuštanjem (poboljšavanje na zraku). Popuštanje mora biti dovoljno visoko kako bi se stvorili posebni karbidi, a ne samo legirani cementit. Zahvaljujući prisutnosti takvih karbida, ova će grupa čelika biti otpornija na djelovanje vodika nego ona nelegirana.

Ova se skupina čelika pretežno izrađuje u obliku cijevi i limova, a primjena im je raširena u termoenergetskim postrojenjima.

3.1.2.1. Cr-Mo-čelici otporni na vodik pod tlakom

U slučaju istodobnog djelovanja temperature i tlaka, vodik difundira u površinske slojeve čelika s kojima je u dodiru. Fizikalni dio djelovanja vodika na čelik počinje već iznad 100°C i to disocijacijom molekularnog vodika (H₂), apsorpcijom atomarnog vodika u površinske slojeve čeličnog proizvoda, te razmjerno brzom difuzijom vodika u unutrašnjost presjeka čeličnog proizvoda. Difundirajući se atomi vodika pritom spajaju s atomima ugljika po jednadžbi: $4[H]+[C] \rightarrow CH_4$. Nastali metan (CH₄) nije više sposoban za difuziju, pa je uzrokom vrlo visokih tlakova na mjestima gdje se stvorio. Ti tlakovi izazivaju lokalne mikroeksplozije, koje oštećuju granice zrna u dubini presjeka a ne pri samoj površini, jer iz nje je CH₄ isplinio i ostavio za sobom samo tanki razugljičeni sloj. Ukoliko je proizvod u dodiru s vodikom izrađen od čelika, koji sadrži jake karbidotvorce, agresija će se vodika svesti samo na difuziju, ali bez razaranja karbida i uz znatno manja negativna djelovanja na području granice zrna.

Slika *3.1* prikazuje ovisnost kontrakcije (Z) pri statičkom vlačnom pokusu o temperaturi. Može se zaključiti da će se utjecaj agresije vodika osjećati u čeliku tim manje, što je u njemu više karbidotvoraca i što je manje ugljika.



Slika 3.1 Utjecaj sastava čelika na kontrakciju presjeka pri statičkom vlačnom pokusu nakon agresije vodika [2]

Ovi čelici su podvrsta Mo-Cr čelika za rad do 550°C, a neki su i visokolegirani. Imaju povišeni sadržaj kroma kako bi se učinkovito oduprli oštećivanju vodikom. Budući vodik djeluje uz niže tlakove tek pri povišenim ili visokim temperaturama, potrebna im je otpornost na visoke temperature. Pregled svojstava ove grupe čelika daje tablica *P3* u prilogu.

Cr-Mo-čelici otporni na vodik pod tlakom primjenjuju se za cijevi i otkovke, za radne temperature do 520°C, zatim za plašteve i poklopce reaktora za sinteze, te jezgrene cijevi namotanih spremnika.

3.1.3. Super 12% Cr martenzitni čelici ($\vartheta_r < 600^{\circ}$ C)

Super 12% Cr martenzitni čelici razvili su se od martenzitnih nehrđajućih čelika X10Cr13, odnosno X20Cr13, kao rezultat težnje da ih se načini prikladnima i za rad pri visokim temperaturama. Kako bi dakle, postali takvima, trebalo im je osigurati: otpornost na puzanje (Mo karbidi i intermetalni spojevi), otpornost na popuštanje (Mo otopljen u Fe-matrici), otpornost na djelovanje vodika (dovoljno posebnih karbida) i nesklonost krhkosti popuštanja (molibden). Pri svemu tome, moraju biti otporni na djelovanje različitih huminskih kiselina, organskih kiselina pri proizvodnji šećera, škroba, celuloze itd., mineralnih kiselina, kisika iz kotlovske vode, otopina klorida itd. Sastav i svojstva ove skupine čelika prikazuje tablica *P4* u prilogu.

Nužnost dodavanja molibdena i nužnost postignuća monofazne martenzitne strukture uzroci su ograničenja sadržaja Cr na najviše 12 %, tako da oni neće biti toliko otporni na opću koroziju kao martenzitni nehrđajući, jer će nakon popuštanja imati u matrici otopljeno manje od 12% Cr (dio Cr će otići u karbide popuštanja).

Toplinska obradba ovih čelika sastoji se od kaljenja i visokog popuštanja. Slika 3.2 prikazuje ovisnost nekih mehaničkih svojstava o temperaturi popuštanja za čelik X20CrMoV121.



Slika 3.2 Dijagram popuštanja čelika X20 CrMoV 12 1 [2]

Ova skupina čelika prikladna je za dugotrajni rad do radnih temperatura 600°C (kratkotrajno i do 680°C), te upravo prekriva raspon 500°C...600°C, u kojem još nije ekonomična primjena skupih austenitnih čelika. Pri dugotrajnom radu iznad 620°C u strukturi super-12% Cr-čelika došlo bi do umnažanja i do koaguliranja karbida i intermetalnih čestica, što bi uzrokovalo sniženje svojstava čvrstoće te sniženje duktilnosti i korozijske postojanosti.

Ova je grupa čelika samo ograničeno zavarljiva, a primjenjuju se postupci zavarivanja električnim lukom ili pod zaštitnim plinom.

Ovi se toplinski postojani i korozijski postojani čelici primjenjuju za: lopatice i rotore plinskih turbina, lijevane brodske propelere, turbinska kućišta, cijevi pregrijača pare, dijelove otporne na izmjenična i istodobna djelovanja morske vode, pare i slabijih organskih kiselina te komprimirani vodik. Također se primjenjuju za izradu dijelova uređaja za proizvodnju praha, u industriji umjetnih vlakna i celuloze.

3.1.4. Austenitni toplinski visokopostojani čelici (ϑ_r = 600-800°C)

Ova skupina čelika namijenjena je dugotrajnom radu pri temperaturama između 600°C i 750°C (kratkotrajno i do 850°C). Također se ubrajaju u čelike koji će uz visoku postojanost na puzanje biti i visoko korozijski postojani. U prilogu u tablici *P5* prikazana su svojstva austenitnih toplinski visokopostojanih čelika.

Visoka toplinska postojanost ove skupine materijala, moguća je zbog nekoliko tipičnih svojstava koje posjeduju austenitni čelici. Oni imaju visoku rekristalizacijsku temperaturu (900°C...1000°C) koja sprečava snižavanje granice razvlačenja pri nižim temperaturama. Njihova gusto zaposjednuta FCC-rešetka također pridonosi povišenju otpornosti prema sklizanju, više nego rjeđe zaposjednuta BCC-rešetka. Legiranje elementima koji stvaraju sitne i dispergirane intermetalne čestice visokih tvrdoća omogućit će precipitacijsko starenje nekih austenitnih čelika, što će još povisiti toplinsku postojanost. Zahvaljujući visokoj rekristalizacijskoj temperaturi neki čelici iz ove grupe prikladni su za toplo-hladno valjanje (ono valjanje koje počinje iznad, a završava ispod rekristalizacijske temperature), što im pozitivno utječe na vremensku čvrstoću. Slika 3.3 prikazuje utjecaj toplo-hladnog valjanja na vremensku čvrstoću nekog austenitnog toplinski visokopostojanog čelika.



Slika 3.3 Utjecaj toplo-hladnog valjanja na vremensku čvrstoću austenitnog toplinski postojanog čelika (čelik:0,26% C; 3% Si; 1,2% Mn; 19,5% Cr; 10,2% Ni; 1,12% W; 0,8% Nb) [1]

Iz tablice *P5* može se uočiti podjela ove grupe čelika u 4 podgrupe. Prva podgrupa sastoji se od čelika koji se primjenjuju samo u gašenom stanju, zatim one koji se

nakon gašenja podvrgavaju postupku starenja (II. podgrupa), čelike koji su svoja toplinska svojstva stekli toplim-hladnim valjanjem (III. podgrupa), te one koji su posebno višestruko legirani kako bi se omogućila vrlo intenzivna precipitacija pri starenju (IV. podgrupa).

Toplinska obradba ovih podgrupa čelika prikazana je dijagramima na slici *3.4*, a rezultati te obradbe na neka mehanička svojstva prikazani su dijagramima na slici *3.5*.



Slika 3.4 Shematski dijagrami postupka toplinske obradbe podgrupa čelika iz tablice P5 u prilogu [1]



Slika 3.5 Ovisnosti nekih mehaničkih svojstava o temperaturi za podgrupe čelika iz tablice P5 u prilogu [1]

Iz navedene slike može se uočiti da se u pogledu $R_{p0,2} = f(\vartheta)$ odjeljuju pojedine podgrupe čelika (od I do IV), što pri svojstvima $R_{p1/10000}$ nije slučaj. Posebno se uočava kako granica $R_{p0,2} = f(\vartheta)$ ne može biti mjerodavna za izbor čelika za dugotrajni rad pri visokim temperaturama. Osim toga, zaključuje se kako će pri izboru čelika biti potrebno oštrije selekcionirati grupu od grupe za radne temperature do oko 650°C, dok će za temperature 650°C...750°C (nekad i do 800°C) razlike svojstva $R_{p1/10000}$ biti sve manje.

Austenitni toplinski visokopostojani čelici uglavnom se primjenjuju za izradu dijelova parnih i plinskih turbina te mlaznih motora, cjevovoda, tlačnih posuda, te također za izradu dijelova uređaja u kemijskoj i petrokemijskog industriji.

3.1.5. Vatrootporni čelici

Prema SEW 470, vatrootpornim se čelikom smatra onaj koji pri zadanoj temperaturi u struji plina gubi najviše 1 g/m²h svoje mase, a pri temperaturi za 50 K višoj, manje od 2 g/m²h.

Pri temperaturama višim od 550°C u okolišu vrućeg zraka, vodene pare, agresivnih plinova, plamena i sličnih uvjeta dolazi kod čelika do kemijske (plinske) korozije izazvane intenzivnom oksidacijom.

Kod nelegiranih čelika stvaraju se na površini slojeva oksidi željeza FeO, Fe₃O₄ i Fe₂O₃. Ovi oksidi nisu dovoljno kompaktni da bi spriječili daljnju difuziju kisika i porast debljine sloja, pa s vremenom dolazi do ljuštenja sloja zbog tlačnih naprezanja i stvaranja novih oksida.

Legiranje čelika s elementima koji imaju viši afinitet prema kisiku nego što ima željezo, a to su Cr, Si i Al, pospješuje najprije oksidaciju tih elemenata u površinskom sloju, a time i kočenje daljnje difuzije. Utjecaj legiranja s navedenim elementima na intenzivnost oksidacije prikazuje slika *3.6*, iz koje je vidljivo da na vatrootpornost čelika najpovoljnije djeluje legiranje kromom.



Slika 3.6 Utjecaj legiranja sa Si, Al i Cr na intenzivnost oksidacije pri 900°C...1000°C [3]

Oksidi Cr₂O₃, Al₂O₃, SiO₂ ili MoO₂ su kompaktni i štite čelik od stvaranja tzv. ogorine u obliku ljuski. Na taj način, čelik postaje otporan na intenzivnu oksidaciju tj. otporan ljuskanju ili vatrootporan.

Od vatrootpornih čelika u praksi se često traži, osim visoke otpornosti na oksidaciju, i dovoljna mehanička otpornost, tj. dovoljna granica razvlačenja pri povišenim temperaturama i dovoljna otpornost na puzanje. Kod nekih čelika vatrootpornost i mehanička otpornost nisu jednako povoljne te tada uvjeti rada određuju koja će od tih svojstava doći u prvi plan pri izboru materijala.

Pregled svojstava ove skupine čelika daje tablica P6 u prilogu.

Vatrootporni čelici ne smiju imati mikrostrukturnih pretvorbi kod kojih bi došli do promjene volumena, pa su oni zato ili feritne ili austenitne strukture. Feritni čelici su legirani s Cr, Si i Al, a austenitni još s Ni i Ti. Feritni imaju nižu otpornost na puzanje, ali su zato otporniji na plinove koji sadrže sumpor, dok su austenitni otporni na plinove s mnogo dušika. Poznato je da su feritni čelici skloni krhkosti i pogrubljenju zrna nakon zavarivanja, pa zato pri zavarivanju treba unositi što manje količine topline. Zavarivanje austenitnih čelika ne čini posebne teškoće.

Kod ove grupe čelika pojava krhkosti je intenzivnija nego kod drugih vrsta čelika, zbog dugotrajnog izlaganja radnom režimu. Tako je kod feritnih čelika aktualna i krhkost zbog grubog zrna (od zavarivanja), i krhkost od σ -faze te posebno tzv. krhkost 475°C. Prva se vrsta krhkosti više ne može eliminirati, a druge se dvije otklanjaju žarenjem pri 870°C...950°C te hlađenjem na zraku. Krhkost austenitnih vrsta čelika manje je opasna, a pojavljuje se nakon dugog izotermičkog držanja između 550°C...850°C. Uzročnici su joj karbidi po granicama austenitnog zrna i/ili σ -faza. Učinkovito se otklanja ta krhkost gašenjem austenitnog čelika s 1000°C...1100°C u vodi.

Karakteristični primjeri primjene vatrootpornih čelika su: dijelovi ložišta generatora pare koji su u dodiru s vatrom i vrućim plinovima, dijelovi metalurških peći, rešetke i košare za šaržiranje dijelova u pećima za toplinsku obradu.

3.1.6. Čelici za ventile motora

Čelici za ventile motora služe za izradu toplinski najopterećenijih dijelova motora s unutrašnjim izgaranjem, posebno ispušnih ventila. Zahtjevi u vezi s čelikom za ventile, kao što su: visoka toplinska čvrstoća, dinamička izdržljivost, visoka otpornost na trošenje kliznih ploha, otpornost brtvenih ploha na djelovanje različitih ispušnih plinova, te kratkotrajno izlaganje temperaturi i do 900°C ispušnih, a do oko 500°C usisnih ventila stavili bi projektanta pred dvojbu, treba li izabrati toplinski visokopostojani ili vatrootporni čelik. Zbog toga je stvorena posebna grupa ventilskih čelika koja u svojim svojstvima sjedinjuje i toplinsku postojanost i vatrootpornost.

U tablici *P7* u prilogu, u kojoj se osim svojstva ove grupe čelika, može uočiti i njihova podjela. Dijele se u dvije strukturne grupe: martenzitnu (poboljšani čelici) i austenitnu (gašeni odnosno rastvorno žareni i precipitacijski ostareni čelici).

Martenzitni su čelici vatrootporni zahvaljujući siliciju i visokom sadržaju kroma, no može se uočiti kako su im mehanička svojstva pri radnim temperaturama višim od 600°C osjetno niža nego ona austenitnih. Austenitni su čelici izdržljiviji s toplinskog gledišta od martenzitnih, ali su znatno manje otporni na mehaničko trošenje. Neki

21

austenitni čelici iz ove skupine očvršćuju precipitacijom σ-faze, te su često zbog toga vrlo krhki, pa će pri hladnom startu motora nastati njihov lom. U tim čelicima često nalazimo dodatak mangana, ali samo kao zamjenu za nikal. Suprotno tome, dodatak dušika u ovim čelicima znatno pridonosi stabiliziranju austenita i povišenju granice razvlačenja.

Nedostatak ovih čelika je slaba toplinska vodljivost, zbog visokog udjela legirajućih elemenata.

3.2. Neželjezne legure za rad pri visokim temperaturama (ϑ_r = 800-1100°C)

Iznad 750°C čelici više ne mogu izdržati dugotrajnu eksploataciju zbog intenzivnog puzanja, pa je daljnji napredak u tom smislu krenuo razvojem višekomponentnih sustava na bazi Ni i Co, s visokim udjelom Cr, te s manjim udjelima visokotaljivih Mo, W s dodatkom Ti i Al. Promjene nekih mehaničkih svojstava o radnoj temperaturi za navedene legure dijagramski su prikazani slikom *3.7*.



Slika 3.7 Promjene konvencionalne granice razvlačenja ($R_{p0,2}$) i vremenske granice razvlačenja ($R_{p0,2/10}^{3}$) u ovisnosti o radnoj temperaturi (ϑ_r) za superlegure [2]

Toplinska obradba većine visokotemperaturnih (austenitnih) legura sastoji se od rastvornog žarenja pri 1100°C...1200°C te gašenja. Dijagrami postupka toplinske obradbe superlegura prikazani su na slici 3.8 (a)...(d).


Slika 3.8 Dijagrami postupka toplinske obradbe superlegura [2]

Nakon gašenja se precipitacijski očvrsnute legure griju na 750°C...850°C u cilju provociranja precipitacije intermetalnih faza, dok se legure s posebno visokom temperaturom rekristalizacije podvrgavaju toplo-hladnom valjanju.

3.2.1. Legure na osnovi kobalta

Čisti kobalt je beznačajan kao konstrukcijski materijal. Upotrebljava se uglavnim njegov izotop ⁶⁰Co kao izvor zračenja u medicini. Kobalt je važan kao legirajući element za proizvodnju trajnih magnetnih materijala, sinteriranih tvrdih metala, materijala za navarivanje otpornih na trošenje, zubarskih legura, te legura za implantate u kirurgiji.

Od legura na osnovi kobalta najvažnije su toplinski otporan lijev te kovane i sinterirane legure, koje se ubrajaju u grupu superlegura. Radi se o sustavima Co-Cr ili Co-Cr-Ni. Očvrsnuće ovih superlegura nastupa legiranjem, odnosno stvaranjem kristala mješanaca (ΔR_e)₁ te precipitacijom (ΔR_e)₃.

Očvršćenje legiranjem nastupa kada atomi legirajućeg elementa ulaze na mjesta atoma osnovnog metala ili u međuprostore kristala osnovnog metala, te na taj način otežavaju gibanje dislokacija. Način ulaska atoma legirnih elemenata u kristalnu rešetku osnovnog metala ovisi prvenstveno o veličini atoma i vrsti kristalne rešetke.

Precipitacijsko očvrsnuće nastupa kada se čestice druge faze izlučuju u rešetci osnovnog metala. Dakle, efekt ove vrste očvršćenja ovisi o količini čestica izlučenih u metalnoj matrici. Veći udio čestica smanjuje razmak između čestica, pa očvršćenje raste. Za precipitacijsko očvršćenje pogodno je prisustvo što većeg broja malih tvrdih čestica (precipitata) koje dislokacije ne mogu rezati, već ih moraju zaobilaziti.

Sastav kobaltovih superlegura kreće se u granicama: 30...65% Co, 15...30% Cr, 0...20% Fe, 0...32% Ni i do 1,1% C. Ostali legirajući elementi: W, Mo, V, Ti, Nb, Za, Zr i B služe za stvaranje karbida i karbonitrida. Udio kroma može se smanjiti kod onih legura kod kojih se ne traži znatnija korozijska postojanost pri visokim temperaturama ili kada se površina može zaštititi dodatnim difuzijskim slojevima. Nikal obično ima dvostruko djelovanje: očvršćava kristale mješance i stabilizira kubičnu plošno centriranu mikrostrukturu. Previsok udio ugljika djeluje na povišeno izlučivanje karbida i time na povišenje statičke izdržljivosti uz istodobno sniženje žilavosti i dinamičke izdržljivosti.

25

Toplinska obrada superlegura prikazana je dijagramima na slici *3.19*. Rastvornim žarenjem pri oko 1240°C intermetalni spojevi i karbidi prelaze u čvrstu otopinu. Nakon gašenja u vodi i dodatnog zagrijavanja na temperature između 650°C...850°C izlučuju se sitni karbidi koji usporavaju kretanje dislokacija i otežavaju klizanje granica zrna.

Superlegure na osnovi kobalta, kao i na osnovi nikla ne preporučuje se rabiti pri temperaturama iznad 1000°C, jer iznad te temperature dolazi do ponovnog otapanja u čvrstoj otopini ili koagulacije γ '-čestica i karbida koji su nositelji povećanja čvrstoće.

U prilogu u tablici *P8*, za dvije legure na osnovi kobalta navedeni su osnovni podaci o sastavu, mehaničkim svojstvima i primjeni.

Primjenjuju se za nerotirajuće dijelove plinskih turbina i dijelove mlaznih motora, jer im je čvrstoća pri visokim temperaturama nešto niža nego za legure na osnovi nikla. Dobro su livljive i zavarljive, a usto i korozijski postojane i otporne na umaranje.

3.2.2. Legure na osnovi nikla

Nikal je tehnički zanimljiv zbog njegovih fizikalnih, mehaničkih i tehnoloških svojstava, otpornosti na koroziju te utjecaja na svojstva drugih metala. Otpornost na koroziju je gospodarstveno najvažnije svojstvo čistog nikla. On je radi stvaranja zaštitnog sloja, otporan na atmosferske utjecaje, postojan u morskoj vodi, neoksidirajućim hladnim kiselinama, lužnatim otopinama i rastaljenim jakim lužinama.

Glavno obilježje legura na osnovi nikla jest FCC kristalna struktura. U tehničkoj primjeni to znači da kod njih sa sniženjem temperature ne dolazi do prelaska žilavog u krhki prijelom, pa se mogu nazvati žilavim materijalima. Druga je značajka velika brzina i stupanj hladnog očvršćenja niklovih legura, zbog čega se moraju odžarivati tijekom preradbe. Niklove su legure ponajprije razvijene zbog njihove korozijske i toplinske postojanosti. Kako se s vremenom povećala potražnja za materijalima koji izdržavaju sve više radne temperature u pogonskim jedinicama, došlo je do razvoja grupe materijala pod nazivom superlegure. Visoka cijena te grupe materijala

26

posljedica je cijene legirajućih elemenata i komplicirane tehnologije proizvodnje koja je potrebna, želi li se čvrstoća zadržati u određenim granicama pri radnim temperaturama. Upravo su u tome izvanredne niklove legure, jer zadržavaju dobru vlačnu čvrstoću i otpornost na puzanje do temperatura $0,7 \cdot T_t$. Druga posebna svojstva niklovih legura otkrivena i upotrebljena od dvadesetih godina 20-tog stoljeća su magnetska i električna svojstva kao i kontrolirana rastezljivost.

Mehanička svojstva ove grupe legura postižu se otapanjem legirajućih elemenata u kristalima mješancima matrice i precipitacijom intermetalnih spojeva i/ili karbida raspoređenih u austenitnoj matrici. Na očvršćenje kristalima mješancima najjače djeluje kobalt, ali tek iznad 16%. Na očvršćenje precipitacijskim mehanizmom djeluju: molibden, stvaranjem Mo₆C, krom uz otapanje u austenitnoj matrici stvaranjem Cr₂₃C₆, aluminij i titan stvaranjem koherentnih γ'-faza (Ni₃AI), niobij, tantal i vanadij stvaranjem karbida. Uz navedene legirajuće elemente, legurama se radi poboljšanja postojanosti na visokotemperaturnu koroziju, dodaju još i lantanidi i magnezij, kao i manji udjeli bora i cirkonija, koji otežavaju difuziju drugih elemenata po granicama zrna.

Ove legure, otporne na koroziju i visoke temperature, u tehničkoj primjeni podijeljene su prema legirnim elementima u skupine s odgovarajućim trgovačkim oznakama, ovisno o proizvođaču. Nekoliko primjera prikazano je u tablici *3.1*.

1. Nikal-bakar	Monel (Nicorros)
Nikal-krom	Nimonic (Nicrofer)
2. Nikal-molibden-krom	Hastelloy (Nimofer)
3. Nikal-krom-željezo	Inconel (Nicrofer)
Nikal-željezo-krom	Incoloy (Nicrofer)
4. Nikal-krom + (A)* aluminij-titan + (B)** kobalt- volfram-molibden + (C)*** ugljik	Različite vrste legura pod skupnim imenom superlegure

T 1 1' 0 4	~ ·	A 12 1	, .	· · · ·		F 4 7
Tablica 3.1	Skupine	NI-leaura	s niihovim	traovackim	imenima	111
			•••••••••••••	a go raonann		L · J

* A – precipitacijski očvrstljive

** B – očvrstljive kristalima mješancima

*** C – očvrstljive karbidima

Obradljivost oblikovanjem i odvajanjem čestica otežava se porastom stupnja legiranosti, pa se legure s najvišim stupnjem legiranosti, kao što su legure s visokim udjelom kobalta, pretežno lijevaju.

Pri visokim temperaturama plinovi koji sadrže sumpor mogu prouzročiti stvaranje niskotaljivih eutektika Ni-NiS po granicama zrna, zbog niske topljivosti sumpora u niklu. Nataloženi nikal-sulfid uzrokuje pojavu površinskih napuklina pri hladnoj obradbi deformiranjem, kao i toplih napuklina kod zavarivanja i tople preradbe. Također olakšava početak korozije u agresivnim sredinama zbog nepoželjnih primjesa po granicama zrna.

Kod žarenja i zavarivanja nikal otapa veće količine kisika i vodika. Iznad 900°C nastaje po granicama zrna nikal-oksid koji otežava hladno oblikovanje deformiranjem slično kao i nikal-sulfid. Otopljeni vodik uzrokuje u zavaru nastanak pora i mjehurića tijekom hlađenja.

Ove legure upotrebljavaju se, za iste namjene kao i toplinski otporne legure kobalta, jer kod jednih i drugih kubični plošno centrirani kristali mješanci imaju bolju čvrstoću pri visokim temperaturama nego strukture s kubičnim prostorno centriranim kristalima mješancima. Razlog su tome više temperature oporavka i rekristalizacije te manja difuzijska sposobnost atoma legirajućih elemenata.

U prilogu u tablici *P*9 navedeno je nekoliko primjera niklovih legura otpornih na koroziju i visoke temperature s njihovim trgovačkim imenima i svojstvima.

28

4. PRAKTIČNI DIO

4.1. Uvod

U izradi strojnih dijelova i kućišta koja su u eksploataciji izložena visokim temperaturama koriste se posebne vrste materijala. Kako je prethodno navedeno, s obzirom na temperaturno područje primjene koriste se neke vrste ugljičnih (nelegiranih), niskolegiranih čelika, te visokolegiranih martenzitnih i visokolegiranih austenitnih čelika te neke vrste legura. Kod onih dijelova kod kojih se ne traži visoka statička i dinamička izdržljivost, najčešća je primjena Ni-legura, poznatih po komercijalnim nazivima Inconel ili Nicrofer.

U ovom radu određuju se svojstva Ni-legure, kvalitete Ni300 (Inconel 617 ili Nicrofer 5520Co), koja je u eksploataciji provela 72 000 h. Uzorak materijala izrezan je s gornje polovice kućišta vrućih plinova (Hot gas casing - HGC) i to s bočne strane, odmah uz prvi red rupa za hlađenje. Navedeno kućište nalazi se na ulazu u plinsku turbinu, a u ovom konkretnom slučaju radi se o turbini tipa GT11N.

Plinske i parne turbine su pogonski turbostrojevi, odnosno turbostrojevi koji proizvode mehaničku energiju. Općenito, klasični proces plinske turbine karakterizira kompresija zraka iz okoline, koji se u komorama izgaranja zagrijava izgaranjem goriva, te tako stvoreni dimni plinovi ekspandiraju u turbini i proizvode mehanički rad.

Prikaz presjeka turbine tipa GT11N daje slika *4.1*, dok je 3D model samog kućišta vrućih plinova prikazan slikom *4.2*.



Slika 4.1 Plinska turbina GT11N [7]



Slika 4.2 3D model kućišta vrućih plinova [8]

Dio kućišta vrućih plinova s kojeg je izrezan uzorak za ispitivanja, prikazan je slikama 4.3 i 4.4.



Slika 4.3 Dio kućišta vrućih plinova, s kojeg je izrezan uzorak za ispitivanje



Slika 4.4 Unutarnja strana kućišta vrućih plinova, s kojeg je izrezan uzorak za ispitivanje

Iz slika se može vidjeti da je vanjski dio kućišta pjeskaren, dok unutarnji dio kućišta nije zaštićen TBC-om (Thermal barrier coating) te je došlo do nastanka ogorina uslijed djelovanja struja vrućih plinova i visokih temperatura.

Kako je ranije navedeno, osnovni materijal kućišta je lim debljine 9 mm iz Ni-legure (Inconel 617), koji je u eksploataciji proveo 72 000 h. Materijal je toplinski obrađen na temperaturi 1125°C, u trajanju 5 h, uz brzinu hlađenja od 250°C/h.

Na dobivenom uzorku potrebno je izvršiti laboratorijska ispitivanja u svrhu detektiranja promjena nastalih uslijed dugotrajnog izlaganja visokim temperaturama i strujama plinova izgaranja. Ispitivanja uključuju ispitivanje mehaničkih svojstava te analizu mikrostrukture pomoću svjetlosnog i elektronskog mikroskopa.

4.2. Ispitivanje materijala

Ispitivanje mehaničkih svojstava i mikrostrukture provedeno je na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu. Od mehaničkih svojstava određivala se vlačna čvrstoća, konvencionalna granica razvlačenja, istezljivost, kontrakcija, žilavost i mikrotvrdoća. Statičko vlačno ispitivanje i ispitivanje udarnog rada loma provedeno je na sobnoj temperaturi.

S dobivenog uzorka, koji je prikazan slikama 4.5 i 4.6 izrezane su epruvete za statičko vlačno ispitivanje, ispitivanje udarnog rada loma te za metalografiju.



Slika 4.5 Vanjska (hladna) strana uzorka Ni-legure (Inconel 617) s označenim mjestima rezanja epruveta za mehanička ispitivanja i metalografiju.



Slika 4.6 Unutarnja strana uzorka Ni-legure, koja je bila izložena visokim temperaturama i strujama plinova izgaranja

4.3. Ispitivanje mehaničkih svojstava materijala Ni300 (Inconel 617)

4.3.1. Statičko vlačno ispitivanje

Statičkim vlačnim ispitivanjem utvrđuju se osnovna mehanička svojstva koja karakteriziraju ponašanje materijala u uvjetima normalnog jednoosnog vlačnog statičkog naprezanja.

Ispitivanje se provodi uređajima koji se nazivaju kidalice ili univerzalne ispitivalice, na kojima se epruvete kontinuirano vlačno opterećuju do loma. Pri ispitivanju se kontinuirano mjere sila i produljenje epruvete, te se pisačem grafički registrira dijagram sila-produljenje. Opterećenje se kod kidalice ostvaruje hidraulički ili mehanički. Za preciznije mjerenje produljenja, npr. utvrđivanje konvencionalne granice razvlačenja ili modula elastičnosti na epruvete se učvršćuju ekstenzimetri, koji rade na mehaničkom ili elektronskom principu.

Statičko vlačno ispitivanje provodi se, ovisno o obliku poluproizvoda, odnosno debljini stjenke, s epruvetama okrugla ili četvrtasta poprečnog presjeka. Slika *4.7* prikazuje ta dva tipa epruveta.



Slika 4.7 Epruvete za statičko vlačno ispitivanje [4]

Epruveta se na mjestima zadebljanja ("glava" epruvete) učvršćuje u čeljusti kidalice. Prirast naprezanja u jedinici vremena pri statičkom vlačnom ispitivanju propisan je normom, a ovisi o modulu elastičnosti materijala koji se ispituje.

<u>Ispitivanje</u>

Kako je ranije opisano, statičkim vlačnim ispitivanjem utvrđuju se mehanička svojstva koja karakteriziraju otpornost materijala te ona koja karakteriziraju deformabilnost materijala i označuju karakteristične točke u dijagramu naprezanje-istezanje.

Statičko vlačno ispitivanje provedeno je na računalom vođenoj elektronskoj kidalici, (proizvođača: WPM, Njemačka; vrste: EU 40mod), koja u potpunosti omogućava provođenje ispitivanja i registriranje rezultata sukladno normi HRN EN 10002-1 (slika *4.8*).



Slika 4.8 Kidalica

Epruvete za statičko vlačno ispitivanje, prikazane su slikom 4.9. Izrezane su sukladno s normom DIN 50 125, a njene dimenzije mogu se vidjeti u tablici 4.1.



Slika 4.9 Epruvete za statičko vlačno ispitivanje

Tablica 4.1	Dimenzije	epruveta	za statičko	vlačno	ispitivanje
-------------	-----------	----------	-------------	--------	-------------

a [mm]	b [mm]	L₀ [mm]	B min. [mm]	h min. [mm]	L _c [mm]	L _t [mm]
5	16	50	22	40	65	175

Statičkim vlačnim ispitivanjem određivala se konvencionalna granica razvlačenja $(R_{p0,2})$, odnosno ono naprezanje koje će nakon rasterećenja u materijalu ostaviti određenu plastičnu deformaciju. Konkretno u ovom slučaju, ta plastična deformacija iznosi 0,2%.

Nadalje, određivala se vlačna čvrstoća (R_m), odnosno naprezanje pri maksimalnoj sili, koja je jednaka omjeru maksimalne sile (F_m) i površine početnog presjeka (S_0):

$$R_m = \frac{F_m}{S_0}, \frac{N}{mm^2}$$

F_m [N] - maksimalna sila

S₀ [mm²] - površina početnog presjeka

Računala se i istezljivost materijala (A), koja označuje relativno produljenje materijala u aksijalnome smjeru s obzirom na početnu mjernu duljinu, a definira se izrazom:

$$A = \frac{L_u - L_0}{L_0} \cdot 100\%$$

L₀ [mm] - početna mjerna duljina epruvete

L_u [mm] - konačna mjerna duljina epruvete

Također se računala i kontrakcija (Z), a ona označuje relativno suženje površine presjeka epruvete s obzirom na površinu početnog presjeka:

$$Z = \frac{S_0 - S_u}{S_0} \cdot 100\%$$

S₀ [mm²] - površina početnog presjeka

S_u [mm²] - površina presjeka epruvete na mjestu prijeloma

<u>Rezultati ispitivanja</u>

Rezultati ispitivanja statičkim vlačnim ispitivanjem prikazani su tablicom 4.2, a dijagram naprezanje-istezanje prikazan je slikom 5.5

	Tablica 4.2	Rezultati	ispitivanja	mehaničkih	svojstava
--	-------------	-----------	-------------	------------	-----------

Oznaka epruvete	a₀·b₀ [mm]	S ₀ [mm²]	L ₀ [mm]	F _{p0,2} [kN]	F _m [kN]	L _u [mm]	a _u ·b _u [mm]	R _{p0,2} [N/mm ²]	R _m [N/mm²]	A [mm]	Z [mm]
А	5,10.16,10	82,11	50	31,667	63,44	68,85	4,23.13,72	386	773	37,7	29,1
В	5,17·16,0	82,72	50	27,711	64,25	73,48	4,08.13,18	335	777	47,0	35,0



Slika 4.10 Dijagram naprezanje - istezanje

Prema dobivenim specifikacijama za materijal Ni300 (Inconel 617), rezultati statičkog vlačnog ispitivanja trebali bi biti slijedeći:

- konvencionalna granica razvlačenja R_{p0,2}: min. 300 N/mm²
- vlačna čvrstoća R_m: min. 700 N/mm²
- istezljivost A: min. 35 %

Kako se vidi iz tablice *4.2* vrijednosti dobivene statičkim vlačnim ispitivanjem za navedena svojstva, veća su od vrijednosti propisane za taj materijal. Može se reći da tijekom eksploatacije nije došlo do pada čvrstoće i istezljivosti.

4.3.2. Ispitivanje udarnog rada loma (žilavosti)

Ispitivanjem udarnog rada loma utvrđuje se ponašanje materijala u uvjetima udarnog opterećenja. Ispitivanje se provodi na epruvetama s utorom te se tako postiže višeosno stanje naprezanja u korijenu utora. Vrijednost udarnog rada loma pokazuje hoće li se materijal ponašati žilavo ili krhko u uvjetima udarnog opterećenja. Često se ispituje pri sniženim temperaturama, jer kod svih materijala temperatura značajno utječe na iznos udarne radnje loma.

Ispitivanje se vrši epruvetama četvrtastog poprečnog presjeka, s utorom u sredini (ili bez njega), a ispituje se na Charpyevom batu. Razlikujemo dva tipa epruveta koje se najčešće koriste za ispitivanje udarnog rada loma. To je epruveta s "V" utorom dubine 2 mm, poznata pod imenom ISO-V-epruveta, te epruveta s "U" utorom dubine 3 mm, koja se naziva DVM epruveta. Te dvije vrste epruveta za ispitivanje udarnog rada loma prikazane su slikom *4.11*.



Slika 4.11 Epruvete za ispitivanje udarnog rada loma [4]

Epruveta, oslonjena na dva oslonca, savojno se opterećuje udarcem brida bata u sredini raspona nasuprot utoru. Zbog udarca epruveta pukne u korijenu utora ili je oštrica bata povuče između oslonca (savinutu, ali ne slomljenu).

<u>Ispitivanje</u>

Udarni rad loma jest energija potrebna da brid Charpyjeva bata prelomi epruvetu ili je povuče između oslonaca. Ona se izračunava prema izrazu:

$$KV(U) = G \cdot (h_1 - h_2), J$$

G [N] – težina bata

h1 [m] – početna visina bata

h₂ [m] – visina koju je bat dosegnuo nakon loma ili provlačenja epruvete

Ispitivanje udarnog rada loma (žilavosti) provedeno je Charpyjevim batom (slika 4.12), prema normi DIN EN 10145.



Slika 4.12 Charpyjev bat

Epruvete za ispitivanje žilavosti su nestandardne epruvete s "V" utorom dimenzija 5x10x55 mm, a prikazane su slikom *4.13*.



Slika 4.13 Epruvete za ispitivanje žilavosti po Charpy-u

<u>Rezultati ispitivanja</u>

Rezultati ispitivanja udarnog rada loma prikazani su u tablici 4.3.

oznaka epruvete	a₀·b₀ [mm]	dubina utora [mm]	KV [J]
1	5,1·9,88	2,0	26,0
2	5,05·9,70	2,0	25,5
3	5,08·10,10	2,27	24,0

Tablica 4.3 Rezultati ispitivanja udarnog rada loma

Prema dobivenim specifikacijama za ovaj materijal (Ni300 ili Inconel 617), udarni rad Ioma trebao bi minimalno iznositi 40 J.

Kako se vidi iz tablice 4.3, dobivena vrijednost udarnog rada loma niža je od propisane, te se može zaključiti da se tijekom eksploatacije žilavost smanjila. S toga se pretpostavlja da je u strukturi materijala tijekom dugotrajne izloženosti visokim temperaturama i strujama plinova izgaranja došlo do nekih promjena, koje mogu biti povezane s izlučivanjem krhkih faza u mikrostrukturi materijala.

4.4. Ispitivanje mikrotvrdoće

Tvrdoća je otpornost materijala prema prodiranju drugog, znatnije tvrđeg tijela.

Ispitivanje tvrdoće vjerojatno je najčešće uporabljeno ispitivanje nekoga mehaničkog svojstva. Unatoč tome što mehanička svojstva utvrđena ispitivanjem tvrdoće nisu fizikalno jednoznačno definirane veličine, tvrdoća je u korelaciji s nekim drugim mehaničkim svojstvima. To se prije svega odnosi na vlačnu čvrstoću, na otpornost na abrazijsko trošenje itd. Ispitivanje tvrdoće tek neznatno oštećuje površinu ispitivanoga predmeta, pa se ujedno općenito može svrstati među nerazorna ispitivanja. Za samo ispitivanje ne treba izraditi posebnu epruvetu, nego samo odgovarajuće pripremiti plohe uzorka ili strojnog dijela.

Danas se najčešće primjenjuju metode za mjerenje tvrdoće po Brinellu, Vickersu i Rockwellu, a djelovanje sile je statičko. Kod nekih drugih rjeđe primjenjivijih postupaka mjerenja tvrdoće djelovanje sile je dinamičko (Baumann. Poldi, Shore). Osnovni princip mjerenja tvrdoće kod većine metoda je mjerenje veličine ili dubine otiska što ga penetrator, opterećen nekom silom, načini u ispitivanom materijalu. Te su metode pogodne za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala kod kojih je moguća neka plastična deformacija. Penetratori ili indentori oblika su kuglice, stošca ili piramide, a izrađeni su od tvrdih materijala (kaljeni čelik, tvrdi metal ili dijamant). Kod materijala koji imaju vrlo malu ili nikakvu mogućnost plastične deformacije razvili su se postupci mjerenja tvrdoće, pri čemu se deformacija materijala mjeri u trenutku djelovanja sile.

Kod Vickersove metode (oznaka HV) uklonjena su dva osnovna nedostatka Brinellove metode: ograničenost područja mjerenja do 450 HB, te ovisnost iznosa tvrdoće o primijenjenoj sili utiskivanja kuglice. Prvi nedostatak uklonjen je uporabom najtvrđeg materijala za penetrator – dijamanta, a drugi oblikom penetratora. Oblik penetratora je piramida s kutom između stranica 136°. Prikaz ispitivanja tvrdoće po Vickersu prikazan je slikom *4.14*.

40



Slika 4.14 Vickersova metoda ispitivanja tvrdoće [1]

Po definiciji tvrdoća po Vickersu izračunava se izrazom:

$$HV = \frac{F \cdot 0,102}{S} = \frac{0,189 \cdot F}{d^2}$$

F [N] - sila utiskivanja

S [mm²] - površina otisnuća

d [mm] - srednja vrijednost od dviju izmjerenih dijagonala otisnuća

Uobičajeni su iznosi sile kod Vickersove metode od 49 N...980 N. Ukoliko primijenjena sila iznosi 1,96 N...49 N govori se o semitvrdoći, te se ona primjenjuje pri ispitivanju tvrdoće tankih uzoraka i tankih slojeva. Za mjerenje tzv. mikrotvrdoće rabe se opterećenja niža od 1,96 N, pa je moguće mjerenje tvrdoća pojedinih faza. Trajanje opterećenja penetratora iznosi 10 s...15 s.

<u>Ispitivanje</u>

Mikrotvrdoća je mjerena po Vickersu prema normi DIN EN 10004, mikrotvrdomjerom PMT3 (slika *4.15*) s utegom mase 200 g (HV0,2).



Slika 4.15 Mikrotvrdomjer PMT3

Mjerenje se izvodilo u 3 niza: od unutarnjeg ruba, koji je bio izložen visokim temperaturama i plinovima izgaranja prema sredini, u sredini uzorka, te od vanjskog ruba prema sredini.

<u>Rezultati ispitivanja</u>



Rezultati ispitivanja mikrotvrdoće dijagramski su prikazani na slikama 4.16 i 4.17.

Slika 4.16 Promjena mikrotvrdoće od unutarnje površine, izložene vrućim plinovima prema sredini



Slika 4.17 Promjena mikrotvrdoće od vanjske površine prema sredini

Na temelju dobivenih rezultata mikrotvrdoće, za svaki niz izračunata je srednja vrijednost. Ona za unutarnji rub iznosi 226 HV0,2, za vanjski 272 HV0,2, dok u sredini iznosi 198 HV0,2.

Prema literaturi [6] tvrdoća niklove legure Inconel 617 trebala bi iznositi 170HV...200HV. Dakle, može se zaključiti da se iznos tvrdoće tijekom eksploatacije nije smanjio.

4.5. Ispitivanje mikrostrukture

4.5.1. Ispitivanje mikrostrukture na svjetlosnom mikroskopu

Neophodan uvjet za ispitivanje metala i legura je izrada ravne i vrlo glatke površine, jer se pomoću nje lako vidi strukturni sastav metala i legura. Prije svakog ispitivanja treba utvrditi na kojem dijelu uzorka i u kojem položaju treba pripremiti površinu, jer uzorak mora biti reprezentativan. Kod uzoraka kod kojih je površina tretirana, treba voditi računa o tome da li se ispituje unutrašnjost ili površina uzorka.

Metalografska priprema uzorka sastoji se od nekoliko faza: rezanje uzorka, kapsuliranje (ulijevanje uzorka), brušenje, poliranje i nagrizanje.

• Rezanje uzoraka

Ako je površina koja se ispituje vrlo tanka, preporučeno je skidanje površinskih slojeva ukoso, a ne ravno. Visina uzorka mora biti manja od širine ili dužine, jer će u suprotnom površina uzorka pri daljnjoj obradi postati okrugla. Kod vrlo mekih metala, kao što je npr. olovo, uzorak se reže pomoću mikrotoma ili oštrog noža, dok vrlo tvrde legure, kao što je zakaljeni čelik ili tvrdi metali, zahtijevaju upotrebu brusnih diskova, pri čemu moramo imati vodeno hlađenje.

• Ulijevanje uzoraka (kapsuliranje)

Uzorak se ulijeva u plastičnu masu zbog njegove zaštite, pogodnog oblika za automatsku pripremu, lakšeg rukovanja, te analize rubova. Plastična masa može biti od duromera ili plastomera, a može se ulijevati na toplo ili hladno. Najpoznatiji materijali za ulijevanje uzoraka su: fenolne smole, akrilne smole, epoksidne smole. Problemi koji se mogu pojaviti kod ulijevanja su: prevelika koncentracija materijala, pucanje mase i nedovoljno skrućena masa.

Ovako pripremljeni uzorci spremni su za daljnje tretiranje u svrhu dobivanja čiste i ravne površine koja je potrebna za ispitivanje strukture, a provodi se u dva koraka: brušenje i poliranje.

• Brušenje uzorka

Pri ručnom brušenju, brusni papir koji ima krupnije abrazive stavlja se na staklenu ili metalnu ploču. Uzorak se brusi u jednom smjeru, sve dok ne ostanu samo tragovi brušenja u tom smjeru. Tada se uzorak očisti krpom ili četkicom, te se na ploču stavi finiji brusni papir. Brusi se okomito na prethodni smjer, sve dok ne nestanu prijašnji tragovi brušenja. Postupak se ponavlja s brusnim papirima koji imaju sve finija zrnca, pri čemu se mora paziti da se pri svakom prijelazu na novi brusni papir uzorak očisti i zakrene za 90°. Uzorak se ne smije jako pritiskivati pri brušenju, jer se tako brusni papir brzo troši, a kod mekanijih metala, zrnca brusnog papira se mogu utisnuti u materijal. Također, pri jakom pritiskivanju površina uzorka se može deformirati.

• Poliranje uzoraka

Za vrijeme poliranja uzorak se mora stalno okretati u smjeru suprotnom od smjera okretaja diska za poliranje. U slučaju da se uzorak ne okreće u suprotnom smjeru od diska, tvrdi mikrokonstituenti, kao npr. karbidi ostali bi neispolirani. Poliranje ne smije trajati dugo, jer bi se mekši konstituenti mogli dublje ispolirati, te bi površina bila reljefna. Uzorak nakon poliranja mora imati visok sjaj i ne smije imati tragove na površini. Čišćenje uzoraka poslije poliranja obavlja se u hladnoj ili toploj vodi, ispire se alkoholom i suši u struji toplog zraka. Sušenje krpom ili vatom dovodi do stvaranja ogrebotina na mekanim metalima.

• Nagrizanje uzoraka

U većini slučajeva pri metalografskom ispitivanju potrebno je strukturu materijala načiniti takvom da se u njoj mogu razlikovati pojedini mikrokonstituenti. Da bi se to postiglo potrebno je površinu uzorka nagristi. Razlikujemo više vrsta nagrizanja, ovisno o materijalu uzorka i njegovim svojstvima.

Pod nagrizanjem granica zrna podrazumijevamo takvo nagrizanje pri kojem se nagrizu isključivo granice zrna metala ili legura, a da se pojedina zrna ne razlikuju po njihovom obojenju. Na granicama zrna često su prisutne metalne i nemetalne nečistoća u vidu debljeg ili tanjeg sloja, one su kemijski manje plemenite od kristalnih zrna. Pri nagrizanju stvaraju se lokalni elektrokemijski elementi, pri čemu se neplemeniti mikrokonstituenti rastvaraju, dok sam kristal ostaje netaknut. Kristalna zrna su nakon nagrizanja odvojena jedna od drugih.

Ako se poslije nagrizanja kristali razlikuju po izgledu, govorimo o površinskom nagrizanju zrna. Oksidirajuće kemikalije stvaraju na površini kristala oksidne slojeve različitih debljina koji imaju tamnu boju. Što je oksidni sloj deblji, to je obojenje tamnije. Na taj način dobivamo sve nijanse boja od bijele do crne, jer se taloženje oksidnih produkata ne događa istom brzinom na svim kristalografskim ravninama.

Obojenje kristalnog zrna može se postići i stvaranjem bezbojnog okisdnog sloja različite debljine. Upadne zrake reflektiraju se dijelom od površine oksidnog sloja, a dijelom od metalne površine, koja leži ispod oksidnog sloja. Na taj način pri upadnom bijelom osvjetljenju, koje sadrži sve boje spektra, određene boje nedostaju, tako da se prvenstveno pojavljuju komplementarne boje. Ovaj postupak se koristi pri razvijanju strukture termičkim nagrizanjem.

Pri dubokom nagrizanju primjenjuju se kemikalije, koje rastvaraju samo jedan jedini mikrokonstituent, dok na druge faze slabije djeluju. Tako se dobiva u mikrostrukturi veličina, oblik i prostorni raspored samo pojedinih mikrokonstituenata.

Pri elektrolitskom nagrizanju, uzorak ima funkciju anode, a kao katoda služi lim od platine, aluminijuma ili V2A čelika. Elektrolit za nagrizanje, kao i jačina struje moraju se posebno odrediti za svaki materijal.

Nagrizanje traje nekoliko sekundi, a poslije se uzorak ispire u destiliranoj vodi i alkoholu, te suši u struji toplog zraka. Sušenje krpom ili vatom dovelo bi do oštećenja obojenog sloja.

47

<u>Ispitivanje</u>

Analiza mikrostrukture koja je provedena na uzorcima od niklove legure Ni300 (Inconel 617) provedena je uz unutarnju površinu koja je izložena visokim temperaturama i strujama plinova izgaranja, u sredini, te uz vanjsku površinu materijala koja se hladi. Uzorci su pripremljeni u skladu s preporukama za tu vrstu materijala. Uzorci za metalografsko ispitivanje prikazani su slikom *4.18*.



Slika 4.18 Uzorci za metalografsko ispitivanje

Rezanje se vršilo uz intenzivno hlađenje i podmazivanje.

Ulijevanje uzorka izveli smo na hladno dvokomponentnom masom Durofix-2kit, proizvođača Struers. Akrilna masa se sastoji od praška i tekućine, koje smo miješali u omjeru 1:2 na sobnoj temperaturi.

Brušenje se izvelo ručno na uređaju za brušenje i poliranje STRUERS DAP – V (slika *4.19*), prema točno određenim uputama od strane proizvođača.



Slika 4.19 Uređaj za brušenje STRUERS DAP - V

U tablici 4.4 prikazane su upute za izvođenje brušenja

	Tablica 4.4 U	pute za	izvođenje	brušenja
--	---------------	---------	-----------	----------

stupanj	Grubo brušenje	Srednje brušenje	Fino brušenje
brusna ploča 120		320	500
abraziv	SiC	SiC	SiC
podmazivanje	voda	voda	voda
broj okr. (o/min)	300	300	300
vrijeme	3 min	dok se ne uklone risevi prethodnog stupnja (3 min)	dok se ne uklone risevi prethodnog stupnja (3 min)

Pri brušenju su se koristile tri vrste brusnih papira, a kao sredstvo za podmazivanje voda. Prvo, grubo brušenje izvelo se s brusnim papirom oznake 120 u jednom smjeru, dok nisu ostali samo tragovi brušenja u tom smjeru. Tada su se uzorci oprali vodom, te se na ploču stavio finiji brusni papir oznake 320. Sada se brusi okomito na prethodni smjer, sve dok tragovi od prijašnjeg brušenja ne nestanu. Isti se postupak ponovio još jedanput s brusnim papirom oznake 600. Nakon brušenja uzorci su se oprali u etilnom alkoholu i sušili u struji toplog zraka.

Poliranje se izvelo automatski (slika *4.20*) na istom uređaju na kojem smo i brusili tj. na uređaju STRUERS DAP – V po točno određenim pravilima koje je propisao proizvođač.



Slika 4.20 Automatsko poliranje

U tablici 4.5 prikazane su upute za izvođenje poliranja

Tablica 4.5 Prikaz uputa za poliranje

stupanj	Grubo poliranje	Fino poliranje
tkanina	svila	opechem
abraziv	dijamantna pasta	dijamantna pasta
granulatura (µm)	3 µm	1 µm
podmazivanje	lubrikant blue	lubrikant blue
broj okretaja (o/min)	125	125
vrijeme	7 min	7 min
pritisak	25 N	25 N

Prva faza poliranja izvela se na podlozi od svile, a na nju se nanijelo abrazivno sredstvo – dijamantna pasta od 3 µm. Uzorak se pozicionirao u glavu stroja, koja se okreće suprotno od smjera okretaja diska za poliranje. Poliranje je trajalo 7 min. Završna faza poliranja izvodila se 7 min na podlozi opechem, a na nju se nanijela

dijamantna pasta granulature 1 µm. Nakon završnog poliranja uzorak se oprao u etilnom alkoholu i sušio u struji toplog zraka.

Uzorak se nagrizao elektrolitski. Kao elektrolit za nagrizanje služila je 10 %-na otopina anhidridne kromne kiseline (CrO₃). Koristila se struja jakosti 100 mA i napona 7 V, dok je vrijeme nagrizanja iznosilo 20 s.

<u>Rezultati ispitivanja</u>

Mikrostruktura u poliranom stanju uz unutarnju površinu koja je bila izložena struji vrućih plinova prikazana je slikama *4.21...4.26* pod različitim povećanjima.



Slika 4.21 Mikrostruktura materijala u poliranom stanju uz unutarnju površinu izloženu struji vrućih plinova



Slika 4.22 Mikrostruktura materijala u poliranom stanju uz unutarnju površinu izloženu struji vrućih plinova (veće povećanje)



Slika 4.23 Mikrostruktura materijala u poliranom stanju uz unutarnju površinu izloženu struji vrućih plinova (veće povećanje)



Slika 4.24 Mikrostruktura materijala u poliranom stanju uz unutarnju površinu izloženu struji vrućih plinova; (drugo mjesto)



Slika 4.25 Mikrostruktura materijala u poliranom stanju uz unutarnju površinu izloženu struji vrućih plinova (veće povećanje)



Slika 4.26 Mikrostruktura materijala u poliranom stanju uz unutarnju površinu izloženu struji vrućih plinova (drugo mjesto)

Iz slika mikrostrukture materijala u poliranom stanju, mogu se uz unutarnji rub uočiti promjene u strukturi. Došlo je do stvaranja oksida u mikrostrukturi materijala, zbog djelovanja plinova izgaranja i visokih temperatura.

Mikrostruktura materijala u nagriženom stanju u sredini stjenke prikazana je slikama *4.27...4.32* pod različitim povećanjima.



Slika 4.27 Mikrostruktura materijala u nagriženom stanju u sredini stjenke



Slika 4.28 Mikrostruktura materijala u nagriženom stanju u sredini stjenke (veće povećanje)



Slika 4.29 Mikrostruktura materijala u nagriženom stanju u sredini stjenke (veće povećanje)



Slika 4.30 Mikrostruktura materijala u nagriženom stanju u sredini stjenke (drugo mjesto)



Slika 4.31 Mikrostruktura materijala u nagriženom stanju u sredini stjenke (veće povećanje)



Slika 4.32 Mikrostruktura materijala u nagriženom stanju u sredini stjenke (veće povećanje)

Analizom mikrostrukture materijala u nagriženom stanju nisu vidljive značajne greške niti eventualne transformacije strukture. Može se reći da je struktura homogena te da ne postoji značajna razlika u veličini zrna i strukturi na analiziranim mjestima.

U svrhu detektiranja pojedinih faza u mikrostrukturi provelo se ispitivanje na SEM-u (Skening Electron Microscope), EDS (Energy Dispersive XRay Spectroscopy) analizom, odnosno određivanjem kemijskog sastava na odabranom području u mikrostrukturi materijala.

4.5.2. Ispitivanje mikrostrukture na SEM-u (Skening Electron Microscope)

Najveća prednost SEM-a (Skening Electron Microscope) je velika dubinska oštrina te što se povećanje može mijenjati od 5 do 500000 puta. Princip rada SEM-a (Skening Electron Microscope) prikazan je slikom *4.33*.



Slika 4.33 Princip rada SEM-a (Skening Electron Microscope) [12]

Izvor elektrona proizvodi snop elektrona koji prolazi kroz magnetske leće. Pri udaru u površinu uzorka snop elektrona ima promjer do 2 mm. Detektori prikupljaju emitirane elektrone, a njihov odziv upravlja svjetlošću katodne cijevi. Ulazni signal katodne cijevi sinkroniziran je s naponom elektronske zrake, tako da svaka točka koju on

pogodi na površini uzorka ima pripadajuću točku na zaslonu, te se tako stvara slika površine. SEM bilježi dva osnovna tipa slike: slika sekundarnih elektrona, slika beksketer elektrona. Prednosti SEM-a pred optičkim mikroskopom su u povećanju koje je kod SEM-a 5 – 500000 puta, a kod OM 4 – 1000 puta, zatim u dubinskoj oštrini, koja kod SEM-a iznosi 4 mm – 0,4 mm, a kod OM 15 μ m – 0,19 μ m, također i u rezoluciji koja kod SEM-a iznosi do 10⁻⁴ μ m, a kod OM do 0,5 μ m.

<u>Ispitivanja</u>

Kako je ranije navedeno u svrhu detektiranja pojedinih faza u mikrostrukturi materijala koristio se SEM (Skening Electron Microscope) (proizvođača: Tescan; vrste: Vega\\SBU) (slika 4.34).





(a)

Slika 4.34 SEM (Skening Electron Microscope)

Vega\\SBU je u potpunosti računalom upravljani SEM, a neke njegove tehničke karakteristike su:

rezolucija: SE:3 nm pri 30kV
BSE: 3.5nm pri 30kV
povećanje: 24× do 500 000×
- izvor elektrona: volframova katoda
 - skeniranje: brzina skeniranja: od 200 ns do 10 ms po pikselu;
- veličina slike: do 4 096 × 4 096 piksela
- kontrola mikroskopa: sve funkcije mikroskopa kontroliraju se računalom pomoću VegaTC programa

Pomoću SEM-a (Skening Electron Microscope) i EDS analizom (Energy Dispersive XRay Spectroscopy) detektirane su pojedine faze u mikrostrukturi materijala. Zatim se određivala dubina spojeva, do čijeg je stvaranja u strukturi materijala došlo tijekom dugotrajne eksploatacije pri visokim temperaturama i strujama plinova izgaranja. Također se odredio i kemijski sastav tih spojeva. Na kraju se mjerila i veličina zrna na unutarnjem rubu, u sredini i na vanjskom rubu uzorka.

<u>Rezultati ispitivanja</u>

Na slikama *4.35...4.38* prikazana je mikrostruktura materijala u poliranom stanju uz unutarnju površinu, koja je bila izložena visokim temperaturama i plinovima izgaranja tijekom dugotrajne eksploatacije. Uz tu površinu napravljena je EDS (Energy Dispersive XRay Spectroscopy) analiza, s kojom se odredio kemijski sastav na pojedinim dijelovima u mikrostrukturi (Spectrum 1...4). U tablicama *4.6...4.9* prikazan je kemijski sastav za svaki ispitivani dio mikrostrukture.



Slika 4.35 Mikrostruktura materijala uz unutarnju površinu izloženu struji vrućih plinova (Spectrum 1 – dio mikrostrukture za koji se ispituje kemijski sastav)

Tablica 4.6 Kemijski sastav	⁄ materijala na	dijelu Spectrum 1
-----------------------------	-----------------	-------------------

Kemijski sastav [%]											
Cr	Мо	Со	Ni								
21,92 13,91 11,63 ostatak											

Na slici 4.35 vidljivo je da se ispitivao kemijski sastav matrice (Spectrum 1). Može se zaključiti da se ona sastoji od γ kristala mješanaca, čiji je sastav naveden u tablici 4.6.



Slika 4.36 Mikrostruktura materijala uz unutarnju površinu izloženu struji vrućih plinova (Spectrum 2 – dio mikrostrukture za koji se ispituje kemijski sastav)

Tablica 4.7	Kemijski sa	stav materijala	na dijelu	Spectrum 2
-------------	-------------	-----------------	-----------	------------

	Kemijski sastav [%]												
0	O Ni C Co Ti S Cr												
39,58	39,58 8,30 5,86 1,16 1,02 0,94 ostata												



Slika 4.37 Mikrostruktura materijala uz unutarnju površinu izloženu struji vrućih plinova (Spectrum 3 – dio mikrostrukture za koji se ispituje kemijski sastav)

Tablica 4.8	Kemijski s	sastav	materijala	na	dijelu	Spectrum	3
-------------	------------	--------	------------	----	--------	----------	---

Kemijski sastav [%]											
Cr	Cr Mo C Co Ni										
15,43	15,43 13,87 11,33 9,49 ostatak										



Slika 4.38 Mikrostruktura materijala uz unutarnju površinu izloženu struji vrućih plinova (Spectrum 4 – dio mikrostrukture za koji se ispituje kemijski sastav)

Tablica 4.9 Kemijski sastav materijala na dijelu Spectrum 4,

Kemijski sastav [%]											
с	C O Mo Cr Co Al Ni										
14,20	12,87	10,42	8,47	8,42	6,01	ostatak					

Iz prethodnih slika vidljive su već ranije navedene nepravilnosti u mikrostrukturi. Uz unutarnji rub koji je bio izložen visokim temperaturama i plinovima izgaranja, došlo je do stvaranja različitih oksida, što potvrđuju tablice *4*.7...*4*.9, u kojima je naveden

kemijski sastav onih dijelova mikrostrukture, gdje su se ti oksidi stvorili. Sloj oksida iznosi oko 60 µm, a mjeren je od ruba prema sredini uzorka.

Na slikama 4.39 i 4.40 prikazana je mikrostruktura u sredini uzorka u nagriženom stanju pomoću SEM-a pri različitim povećanjima.



Faculty of Mech. Eng, Dpt for Materials, Zagreb, Croatia

Slika 4.39 Mikrostruktura materijala u sredini uzorka pomoću SEM-a



Faculty of Mech. Eng, Dpt for Materials, Zagreb, Croatia

Slika 4.40 Mikrostruktura materijala u sredini uzorka pomoću SEM-a (veće povećanje)

Iz prethodnih slika nisu vidljive značajne greške niti eventualne transformacije u strukturi materijala. Može se reći da je struktura homogena te da ne postoji značajna razlika u veličini zrna i strukturi na analiziranim mjestima.

Prema slikama 4.41...4.44 i literaturi [10, 11], može se zaključiti da se mikrostruktura sastoji od γ i γ ' kristala mješanaca i karbida.



Slika 4.41 Mikrostruktura materijala Inconel 100 (niklova legura) [11]

Slika 4.42 Mikrostruktura materijala Inconel 100 (niklova legura) [11]



Masca No No

Slika 4.43 Mikrostruktura materijala Inconel 718 (niklova legura) [11]

Slika 4.44 Mikrostruktura materijala Waspaloy (niklova legura) [10]

Karbidi su u mikrostrukturi raspoređeni po granicama zrna, a vidljivi su i ravnomjerno raspoređeni u matrici.

Gama matrica (γ), je karakteristična za sve niklove legure, a karakterizira ju FCC kristalna struktura. Ova faza, osim nikla, uobičajeno sadrži visoki postotak elemenata, kao što su kobalt, željezo, krom, molibden i volfram. Također, ova faza izdržava visoke zahtjeve u pogledu temperatura i uvjeta rada.

Gama primarna (γ '), je intermetalni spoj nominalne kompozicije Ni₃Al. Precipitira sa austenitnom gama matricom (γ). Ova je faza potrebna zbog svoje otpornosti na visoke temperature, te otpornosti na puzanje, jer izdržava temperature do 1385°C, što je ujedno i njena točka taljenja.

Karbidi se stvaraju sjedinjenjem ugljika, kojeg u niklovim legurama ima svega 0,02...0,2% s reaktivnim elementima, kao što su Ti, Ta, Hf i Nb te tvori metalne karbide (MC). Tijekom toplinske obradbe i eksploatacije pri visokim temperaturama ovi MC karbidi teže k razgradnji te stvaraju druge karbide, kao što su $M_{23}C_6$ i/ili M_6C , koji se stvaraju duž granica zrna. Dakle, uobičajeni karbidi koji se mogu naći u mikrostrukturi niklovih legurama su MC, $M_{23}C_6$ i M_6C . Većina tih karbida nepovoljno djeluje na duktilnost, dok istraživanja pokazuju da pozitivno utječu na granicu puzanja pri visokim temperaturama. MC karbidi su najčešće TiC, NbC i HfC. $M_{23}C_6$ karbidi se stvaraju u legurama s visokim udjelom kroma i pri nižim temperaturama (760°C...980°C). Razlikujemo nekoliko oblika ove vrste karbida, a to su: $Cr_{21}(MO,W)_2C_6$. M_6C karbidi se stvaraju kada je udio molibdena i/ili volframa viši od 6%...8% te pri temperaturama od 815°C...980°C. Oblici M_6C karbida su: $(Ni,CO)_3MO_3C$ i $(NiCO)_2W_4C$.

68

Veličina zrna mjerena je na unutarnjem rubu, u sredini uzorka i na vanjskom rubu. Srednji promjer zrna, mjeren pomoću analizatora slike, na unutarnjem rubu iznosi 77,2 μ m, u sredini uzorka 46,6 μ m, a na vanjskom rubu 74,1 μ m. U tablici *4.10* prikazane su vrijednosti veličine zrna prema ASTM E112.

Tablica 4.10 Veličina zrna materijala Ni300 (Inconel 617) prema ASTM E112

nodružio mioronio	veličina zrna
područje mjerenja	ASTM E112
unutarnji rub	5,6
sredina	4,1
vanjski rub	4,2

5. ZAKLJUČAK

Poznato je da bi se brzina nekih kemijskih reakcija mogla udvostručiti kada bi se temperatura smjela povisiti samo za desetak kelvina. Na žalost, ograničavajući faktor je ovdje najčešće materijal, i to ili zbog ograničene čvrstoće ili zbog njegove primjene koja je u većini slučajeva preskupa. Iz tih se razloga danas pridaje velika važnost daljnjem unapređivanju materijala za rad pri visokim temperaturama.

U ovom radu ispitivao se utjecaj visokih temperatura i djelovanja plinova izgaranja na svojstva materijala Ni300 (Inconel 617). Materijal je u eksploataciji proveo 72 000 h pri temperaturama većim od 1000°C.

Ispitivanjem žilavosti po Charpyu, dobivena je puno manja vrijednost udarnog rada loma od specificirane, dok konvencionalna granica razvlačenja, vlačna čvrstoća i istezljivost zadovoljavaju propisane vrijednosti. Rezultati dobiveni mjerenjem mikrotvrdoće pokazuju da se ona značajno ne mijenja od unutarnjeg ruba koji je bio izložen struji vrućih plinova prema sredini, te od vanjskog ruba prema sredini. Također, dobivene vrijednosti zadovoljavaju specificiranu vrijednost tvrdoće za taj materijal. Dakle, može se zaključiti da tijekom eksploatacije nije došlo do pada čvrstoće, istezljivosti i tvrdoće, dok se žilavost drastično smanjila, a razlog tome je izlučivanje krhkih faza u mikrostrukturi tijekom eksploatacije.

Analizom mikrostrukture materijala nisu vidljive značajne greške niti eventualne transformacije strukture. Može se reći da je struktura homogena te ne postoji značajna razlika u veličini zrna i strukturi na analiziranim mjestima. Iz analize kemijskog sastava na SEM-u (Skening Electron Microscope) dobili smo da se materijal Ni300 (Inconel 617) sastoji od matrice γ i γ ' kristala mješanaca i karbida. Karbidi su u mikrostrukturi raspoređeni po granicama zrna, a vidljivi su ravnomjerno raspoređeni u matrici. Uz unutarnju površinu, koja je bila izložena visokim temperaturama i plinovima izgaranja, došlo je do stvaranja oksida u mikrostrukturi materijala. Taj sloj oksida iznosi oko 60 µm, mjeren od unutarnjeg ruba prema sredini.

70

6. LITERATURA

- Inženjerski priručnik IP4: Proizvodno strojarstvo Materijali; Školska knjiga;
 Zagreb; 1998.
- [2] M. Novosel, D. Krumes: Posebni čelici; Strojarski fakultet u Slavonskom Brodu; 1998
- [3] T. Filetin, F. Kovačiček, J. Indolf: Svojstva i primjena materijala; Fakultet strojarstva i brodogradnje u Zagrebu; 2002
- [4] M. Franz: Mehanička svojstva materijala; Fakultet strojarstva i brodogradnje u Zagrebu; 1998.
- [5] M. Franz: Materijali IV skripta; Fakultet strojarstva i brodogradnje u Zagrebu; 1997.
- [6] CES (Cambrige Engineering Selector); program; 2005
- [7] Katalog Alstom: Gas Turbine Range Overview
- [8] Katalog Alstom: Dizajn za učinkovita rješenja u energetici
- [9] Dr. ing. Herman Šuman: Metalografija; Zavod za izdavanje udžbenika Socijalističke Republike Srbije, 1962.
- [10] ASM Handbook: Volume 1 Irons, Steels and High Performance Alloys; The Material International Company; 2004
- [11] ASM Handbook: Volume 9 Metallography and Microstructures 2004; The Material International Company; 2004
- [12] Prof. Dr. Sc. Zdravko Schauperl: predavanja iz kolegija Ispitivanje materijala;2005/2006; Fakultet strojarstva i brodogradnje u Zagrebu
- [13] Terry C. Totemeier, H. Tian: Creep-fatigue-environment interactions in INCONEL 617; Materials Science & Engineering A 468-470 (2007) 81-87
- [14] <u>www.matweb.com</u>
- [15] <u>www.hightempmetals.com</u>
- [16] <u>www.magellanmetals.com</u>
- [17] <u>www.tescan.com</u>

PRILOG

Oznak	a čelika	۲	Kemijski	sastav, ʻ	%	Mehanička svojstva Toplinska obradba						obradba						
VDEh	HRN	C≤	Mn ≥	Cr≤	AI≥	R _m N/mm²	R _{p0,2} , 20	R _{p0,2} , N/mm ² pri		R _{p1/10000} ,N/mm ² 400 450		000,N/mm ² pri °C 450 500		R _{p1/10000} ,N/mm² pri °C 400 450 500		KV J min	Normalizacija 9 _n , °C/zrak	Žarenje za redukciju napetosti, 9 _ž
ні	Č1202	0,16	0,40	0,30	0,02	350-450	215	177	98	136	72	38		63	910-940	600-650		
нш	Č1204	0,20	0,50	0,30	0,02	410-500	245	206	118	136	72	38	9810/ R _m	55	890-920	600-650		
нш	Č1206	0,22	0,55	0,30	0,02	490-530	265	226	137	136	72	38		47	910-940	600-650		

Tablica P.1 Nelegirani čelici za kotlovske limove [1]

Oznaka čelika	Castau				ļ	Mehanič	ka svojs	tva					Toplinska obradba		
VDEh	HRN	ostalo %	R _m N/mm ²	F 20	R _{p0,2} , N/n 200	nm ² pri ° 400	C 500	R _p 450	. _{1/10000} ,N/ 500	/mm ² pri 530	°C 580	A₅ % min.	KV, J min	kaljenje 9 _a , °C/sred	popuštanje, _{9p} °C
15Mo 3	Č 7100		440-570	260	255	177	147	216	147	85		23	48	910-940/u	660-710
13CrMo 4 4	Č 7400		440-590	290	275	206	177		186	78		22	48	910-940/u,z	650-720
22CrMo 4 4	Č 7431		640-790	490		343		255	172	74		18	41	880-920/u	650-720
10CrMo 9 10	Č7401		440-590	260	245	206	186		157	83	47	20	55	900-960/z	680-780
24CrMoV 5 5	Č 7432	0,1 V	690-830	540	412	304	235	324	206	98		17	57	900-950/u,z	680-740

Tablica P.2 Niskolegirani toplinski postojani čelici [1]

	Sastav	Toplinska	obradba	Mehani	čka svojst	va pri 20	O°C	Mehanička svojstva pri povišenim 9							
Oznaka čelika VDeh	(ostalo)	Kalienie 9	Popuštanie	R	R _{p0,2}	Δ_ %	KV .I		R _{p0,2} N/mm ² pri				R _{p1/10000} , N/mm ² pri		
	%	°C/sred	θ _p , °C	N/mm ²	N/mm ² min.	min.	min.	300	350	400	450	500	550	600	700
26 CrMo7	0,22	890-940/u,z	650-700	640-780	440	17	48	353	324	284	265	147			
16 CrMo 93		920-970/u,z	620-650	540-640	345	20	55	284	255	216	186	167			
12 CrMo 19 5		950-1000/u	700-760	590-740	390	17	62	275	245	216	186	167	78		
17 CrMoV 10	0,25 Mo 0,15 V	950-980/u,z	630-700	640-780	440	17	55	392	363	333	304	177	78		
20 CrMoV 13 5	0,5 V	980-1020/u,z	630-700	740-880	590	17	76	510	481	441	402	186	98		
21 CrVMoW 12	0,4 Mo 0,8 V 0,4 W	1020- 1050/u,z	650-730	690-830	540	16	55	510	490	471	451	226	127		
X8 CrNiMoVNb 16 13		1000-1070/v	900-950	550-750	260	30	70	180	175	170	165		353	250	88

Tablica P.3 Čelici otporni na vodik pod tlakom [1]

	Sastav.			Svojstva p	ori 20 °C		ł		Dugotrajni pokus				
Oznaka čelika VDeh	(ostalo)	Popušteno pri 9 ₀ . °C	R _m	$R_{p0,2}$	A ₅ , %	KV	R	_{00,2} N/mm ²		R _{p1/10} ⁴ , N/mm ² , pri 9, °C			
	%	P	N/mm ²	min.	min.	(ISDV) J min.	200	400	500	600	500	550	600
X19 CrMo12 1		700 -750	700-850	500	16	40	432	353	264	108	245	140	60
X11 CrNiMo 12	2,5 Ni 0,3 V 0,035 N	560 - 620	930-1130	785	14	48	700	600	500	300	200	85	35
X20CrMoV 12 1	0,3 V	680 - 750	700-850	500	16	40	432	353	264	108	245	145	77
X22 CrMoV 12 1	0,3 V	720-750 680-720	800-950 900-1050	600 700	14 11	27 20	530 603	423 485	344 392	206 250	295	168	80
X19 CrMoVNb 11 1	0,2 V 0,08 N 0,35 Nb	550-620	900-1050	780	10	20	700	580	470	315	360	200	120
X20 CrMoWv 12 1	0,3 V 0,5 W	700-750	800-950 950-1100	600 750	14 10	27 20	530 650	423 530	344 430	206 270	260	160	60

Tablica P.4 Super 12% Cr – toplinski visokopostojani čelici [1]

pa čelika	Oznaka čelika VDEh %			Toplinska o	bradba		Mehanička svojstva $R_{p0,2}, N/mm^2 = = f(\vartheta)$ $R_{p1/10000}, N/mn$							² pri °(C	tporan do °C	enjiv do °C			
Gru		70	Rastvorno žarenje i gašenje °C/sred.	Redukcija napetosti °C/zrak	Toplo- hladno valjanje do °C	Starenje ୬ _s , °C t _s , h	R _m , N/mm ²	R _{p0,2} , N/mm ² min.	A ₅ , % min	KV _{DVM} J min.	400	600	700	550	650	700	750	800	Vatroo	Primj
	X6CrNi 18 11		1020- 1060/z,v	850-930			490-690	185	45	85	98	78	69	180	80	49	(34)			650
т	X8CrNiMoNb 16 16	1,8Mo; 1Nb	1035- 1065/z,v	850-930			530-690	215	35	85	147	132		324	226	137	83	54	750	700
I	(G) – X8CrNiMoVNb 13 13	1,3Mo; 0,7V; 1Nb; 0,1N	1120- 1150/z,v	850-930			540-740	255	30	69	167	147		353	157	88			750	650
Π	X40CrNiCoNb 13 13	10Co; 2Mo; 2,6W; 3Nb	1150- 1200/z,u			750- 850/24	640-830	345	16	34	245	196			186	127	78	49	800	700
	X40CoCrNi 20 20 20	4Mo; 4W; 4Nb	1150- 1220/z,v			750- 800/25- 10	780-980	390	20	27	314	245	206	294	216	147	98	64	950	800
	X12CrNiWTi 16 13	2,8W; 0,5Ti	1110- 1130/z,v		880-950	750- 800/5-1	640-750	450	30	80	420	400	300	335	216	157	103	64	750	700
III	X8CrNiMoBNb 16 16	1,8Mo; 0,08B; 1Nb	1120- 1150/z,v		850-950	750- 800/5-1	650-850	500	16	48	353	255		445	245	145			750	650
IV	X50CoCrNi 20 20 20	4Mo; 4W; 4Nb	1180- 1220/v	850-930		745- 775/16	min. 980	540	10	27	539	500	412	290	175	118	93	74	950	750
1 V	X5NiCrTi 26 15	1,3Mo; 0,3V; 2,1Ti	885- 915/z,v	850-930		700- 735/16	930- 1180	635	12	27	520	451	314	451	304	206	118	54	820	750

Tablica P.5 Austenitni toplinski visokopostojani čelici [1]

Tablica P.6 Vatrootporni čelici [1]

Oznaka čelika		Sastav	ra		Mehanička svojstva pri 20°C			R _{p1/10000} , N/mm ² pri 9r, °C)	Otp	Vatroot-		
VDeh	HRN	(ostalo) %	Struktu	Žarenje °C/sred	R _m , N/mm²	R _{p0,2} , N/mm ² min.	A ₅ , % min	500	600	700	800	900	1000	Redu- cirajuće sa S	Oksidi- rajuće sa S	Dušićne s malo kisika	na zraku do °C
X10 CrAl7	Č 4974	0,75 AI		750-800/z,v	420-620	220	20	50	17, 5	4,7	2,1	1,0				Slaba	800
X10 CrSi 13		22 Si	ferit	750-800/z	540-690	345	15	60	21	5,5	2,2	0,8		ednja	Vrlo visoka	Osrednja	950
X10 CrAl 18	Č 4973	1 Al		800-850/z	490-640	295	12	60	21	5,5	2,2	0,8	0, 4	Osre		Slaha	1050
X10 CrAl 24	Č 4970	1,5 Al		800-8507z,v	520-720	280	10	50	17, 5	4,7	2,1	1,0	0,4			Olaba	1150
X15 CrNiSi 25 20	Č 4578	2 Si		1050-1100/v,z	550-800	230	30		105	37	12	5,7	1,8	Vrlo slaba			1150
X15 CrNiSi 20 12	Č 4577	1,7 Si	austenit	1050-11007v,z	550-750	230	30		80	25	10	4	1,8	Slaba	ednja	oka	1100
X12 NiCrSi 36 16	Č 4579	1,5 Si	dusterint	1050-1100/v,z	550-800	230	30		80	35	15	5	1,8	Vrlo	Osre	Vis	1100
X10 NiCrAITi 32 20		0,35 AI; 0,4 Ti		1050-1100/v	540-740	245	40		85	35	15	5	2	slaba			1150

Tablica P.7 Čelici za ventile motora [1]

Oznaka čelika					Toplinska obra	dba	Mehanič	ka svojstv 20°C	a pri		R _m , N/r	$mm^2 = f$	(9 _{ispitiv.})	, pri °C	
VDeh	HRN	Sastav (ostalo) %	Stanje	Meko žarenje °C	Kaljenje III homogeniza-Popuštanje ili e cijsko starenje gašenje °C/sredstvo °C/sredstvo		R _m , N/mm²	R _{p0,2} , N/mm ² min.	A ₅ , % min	400	500	600	700	800	850
X45 CrSi 9 3	Č 4270		Q	780-82	1020-1070/u	720-820/*z,v	900- 1100	700	14	770	500	250	110		
X40 CrSiMo 8 2		1,1 Mo	eno, pušter	780-820	1020-1070/u	720-820	900- 1100	700	14	780	550	300	130	60	
X80 CrSiMoW 15 2	Č 47703	1Mo, 1 W, 0,7 Ni	Kalje isokopo	820-860	1020-1070/u	680-780	1000- 1200	800	14		550	300	180	100	
X85 CrMoV 18 2		0,45 V	>	820-860	1050-1080/u	700-800	1000- 1200	800	12		550	300	180	100	
X45 CrNiW 18 9	Č 45711	2,5 Si 1W	gašeno		1000-1050/v		800- 1000	400	25		600	500	350	200	
X53 CrMnNiN 21 9	Č 4588	4 Ni, 0,45 N	Gašeno,		1140-1180/v	730-780 <h td="" z<=""><td>1000- 1200</td><td>600</td><td>8</td><td></td><td>650</td><td>550</td><td>450</td><td>300</td><td>200</td></h>	1000- 1200	600	8		650	550	450	300	200
X70 CrMnNiN 21 6	N 1,7 Ni, precipit 0,23 N		precipitirano		1140-1180/v	730-780 <h td="" z<=""><td>1000- 1200</td><td>600</td><td>8</td><td></td><td>650</td><td>550</td><td>450</td><td>300</td><td>200</td></h>	1000- 1200	600	8		650	550	450	300	200

Tablica P.8 Superlegure na osnovi kobalta [1]

Trgovačko ime	Osnovni sastav mas. %	R _{p0,2} , N/mm ²	R _m , N/mm ²	A ₅ , %	Primjena
Haynes 25	50 Co; 20 Cr; 15 W; 10 Ni, 0,1 C	450	930	60	mlazni motori
Stellite 6B	60 Co; 30 Cr; 4,5 W; 1,1 C	710	1220	4	dijelovi otporni abrazijskom trošenju

Tablica P.9 Mehanička svojstva niklovih legura s povećanom korozijskom i toplinskom postojanošću [1]

Oznaka materijala			Mehanička svojstva											
Tanana XI.a	Alloy	R _m		R _{p0,2} N/mm ² pri °C									Gustoća Mg/m ³	
Trgovacka	Nr.	N/mm ²	20	100	200	300	400	500	600	700	800	A ₅ %	mgm	
Monel K-500	K-500	≥1120	≥790	750	725							≥25	8,72	
Incoloy 825	825	550	220	205	180	170	160	155				≥30	8,18	
Hastelloy B2	B-2	755	340	315	285	270	255					40	9,27	
Nimonic 75	75	650	≥240	450	445	435	425	400	350	250		25	8,51	
Inconel 617	617	700	300					200	190	185		35	8,55	
Inconel 718	718	1240	1035					950	900	810	630	12	8,34	