

4 EKSPERIMENTALNI DIO DIPLOMSKOG RADA

4.1 PRIPREMA I IZVOĐENJE METALOGRAFSKIH ISPITIVANJA

Za mnogobrojna metalografska ispitivanja dovoljno je promatrati ispolirani izbrusak. Izbrusak se najprije promatra golim okom, zatim pomoću povećala i, na kraju, pri većim ili manjim povećanjima mikroskopa. Na ispoliranom izbrusku mogu se ocijeniti i prepoznati pukotine nastale uslijed kaljenja i naprezanja, tragovi brušenja, plinski mjehuri, lunkeri, početak korozije, itd.

Prva operacija pripreme uzoraka za mikro i makro analizu je brušenje. Čelik se brusi na brusnim papirima. Najčešće se upotrebljavaju brusni papiri 120, 150, 240 i 320. Broj brusnog papira predstavlja njegovu finoću. Tako je brusni papir 240 finiji od brusnog papira 150, a ima manju finoću od brusnog papira 320. Brušenje i prepoliranje se vrši na rotirajućem disku. Nakon brušenja slijedi operacija poliranja. Kao sredstvo za poliranje koristi se skoro isključivo glinica (Al_2O_3) ili magnezij-oksidi (MgO) u vodenoj suspenziji. Postoje glinice tri vrste finoće 1, 2 i 3. Najgrublja vrsta, br. 1, pogodna je za tvrde metale (čelik), srednja vrsta, br. 2, za mekše metale, a najfinija vrsta, br. 3, za meke metale (aluminij). Poliranje se obavlja na disku koji rotira sa 1000 do 1500 okretaja u minuti. Na disku je zategnuta čvrsta debela tkanina. Za poliranje su posebno pogodne vunene tkanine i svila. Tvrdi materijali se bolje poliraju čvrstom gustom tkaninom dok su meki materijali bolje ispolirani tankom finom tkaninom. Za vrijeme poliranja uzorak se mora stalno gibati ili rotirati u pravcu suprotnom od rotacije diska za poliranje. Razlog tome je što iza tvrdih mikrokonstituenata, kao što su karbidi, troska i dr., ostaju neispolirani trгови u vidu sjena. Prilikom gibanja u pravcu suprotnom od rotacije diska ne dolazi do formiranja takvih tragova. Poliranje ne smije trajati suviše dugo zbog toga što mekši konstituenti bivaju "iščupani" te površina postaje reljefna, a time otežava fotografiranje.

Čišćenje izbrusaka poslije poliranja obavlja se u hladnoj ili toploj vodi, ispire se alkoholom i suši u struji toplog zraka. Sušenje tkaninom dovodi do stvaranja ogrebotina na mekim metalima, ili do oštećenja obojenog sloja koji je nastao uslijed nagrivanja. Zbog toga treba izbjegavati takvo sušenje. Završetkom sušenja pristupa se razvijanju strukture tj. nagrivanju.

Pod nagrivanjem granice zrna podrazumijeva se takvo nagrivanje pri kome se nagrivaju isključivo granice zrna metala ili legura dok se pojedina zrna ne razlikuju po boji. Ovaj efekt može biti prouzrokovan različitim djelovanjem sredstva za nagrivanje u ovisnosti od orijentacije kristalnih ravnina u odnosu na površinu izbruska. Osvjetljenje na mikroskopu, koje obično pada

koso, baca sjenku na dublje skinute dijelove kristala te se ona može pri manjem povećanju zamijeniti sa granicom zrna.

Na granicama zrna često su prisutne metalne i nemetalne nečistoće u vidu debljeg ili tanjeg sloja. Te nečistoće su kemijski manje plemenite od kristalnih zrna. Pri nagrizanju stvaraju se lokalni elektrokemijski elementi. Najplemenitiji mikrokonstituenti, u ovom slučaju supstance na granicama zrna, se rastvaraju, dok sam kristal ostaje nedirnut. Kristalna zrna su poslije nagrizanja odvojena jedna od drugih uslijed stvorenih udubljenja.

Kod niskolegiranih i srednjelegiranih čelika mogu se prijelazna zona i pojedine zone zavara jasno razviti za makroskopska ispitivanja nagrizanjem sa Adlerovim reagensom. Adlerov reagens se sastoji od: 25 cm³ destilirane vode, 50 cm³ koncentrirane solne kiseline, 3 g bakar-amonij-klorida i 15 g željezo-klorida.

Za nagrizanje granice zrna željeza nije pogodan Adlerov reagens već se koristi nital. Nital je rastvor dušične kiseline u alkoholu i to u omjeru 1 cm³ dušične kiseline i 100 cm³ etil-alkohola. Ovakvim makronagrizanjem mogu se dobiti i drugi podaci značajni za ocjenu kvalitete spoja kao što su: izgled poprečnog presjeka zavarenog spoja, broj slojeva, veličina i oblik zrna, greške u zavaru.

Kako kvaliteta zavarenog spoja određuje kvalitetu konstrukcije, pri ocjeni zavarenog spoja se ne ograničava samo na metalografska makro i mikro ispitivanja (koja često nisu ni izvediva a ako i jesu obuhvaćaju samo mali dio spojeva) već se široko primjenjuju ispitivanja bez razaranja kao što su rendgensko i gama-ispitivanje, ispitivanje ultrazvukom, magnetsko ispitivanje i dr.[4].

4.2 PROVEDBA EKSPERIMENTALNOG DIJELA RADA

Eksperimentalni dio rada se sastoji od pripreme uzoraka za mikroanalizu, fotografiranja strukture digitalnom kamerom, pohranjivanja fotografija u računalo i mjerenja tvrdoće uzoraka po Vickersovoj metodi.

Uzorci dimenzija 55x10x10 na kojima je proveden eksperimentalni dio diplomskog rada su od čelika TStE 420. Čelik TStE 420 je sitnozrnati mikrolegirani čelik povišene granice razvlačenja za rad pri sniženim temperaturama sa sadržajem ugljika C=0,18 %. Na uzorcima je već ranije provedena simulacija procesa zavarivanja elektrootpornim putem kako bi se na sredini svakog uzorka postigla različita područja zone utjecaja topline. Simulacija se sastojala od zagrijavanja uzoraka na različite temperature (600, 700, 780, 960, 1100 i 1350⁰ C) istom brzinom koja bi se postigla u procesu zavarivanja u jednom prolazu. Nakon zagrijavanja uzorci su hlađeni na zraku što odgovara hlađenju zavara nakon procesa zavarivanja.

Svrha eksperimenta je utvrđivanje promjene strukture nastale uslijed zagrijavanja i uvid u promjenu tvrdoće.

- **Plan eksperimenta**

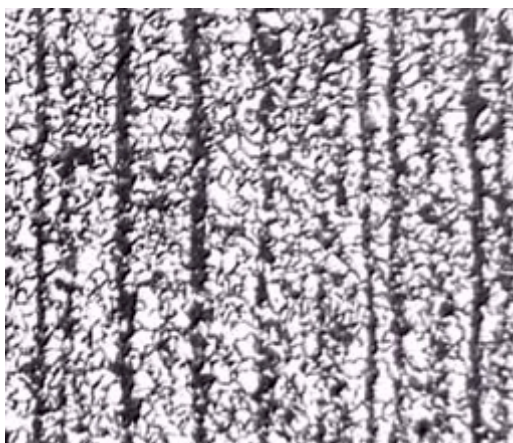
Uzorke je potrebno brusiti brusnim papirima 150, 240, 320, 400, 600 i 800 na rotirajućem disku, isprati te polirati na disku, presvučenim čvrstom tkaninom, sa glinicom (Al_2O_3) u vodenoj otopini. Nakon poliranja uzorke isprati u vodi, zatim u alkoholu i osušiti u struji toplog zraka. Na tako osušenim uzorcima izvršiti nagrizanje u nitalu u trajanju od 3 sekunde, isprati vodom, zatim alkoholom i ponovo osušiti u struji toplog zraka. Tako obrađeni uzorci su spremni za mikroanalizu tj. fotografiranje digitalnom kamerom pod povećanjem od 100 i 200 puta i pohranjivanje u digitalnom obliku u računalo. Svim uzorcima je potrebno ispitati tvrdoću na sredini uzorka po Vickersovoj metodi (HV1). Mjerenje obaviti pet puta za svaki uzorak i izračunati srednju tvrdoću.

- **Rezultati eksperimenta**

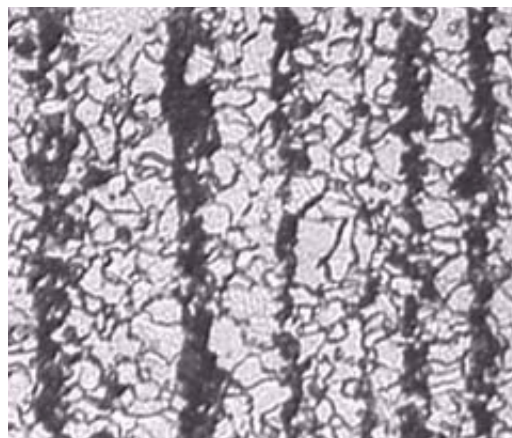
Nakon pripreme uzoraka koja je provedena kako je već ranije opisano pristupa se fotografiranju strukture uzoraka digitalnom kamerom pri povećanju od 100 i 200 puta. Tako snimljene strukture uzoraka pohranjuju se u računalo.

Strukture uzoraka su prikazane na slikama 4.1, 4.2 i 4.3.

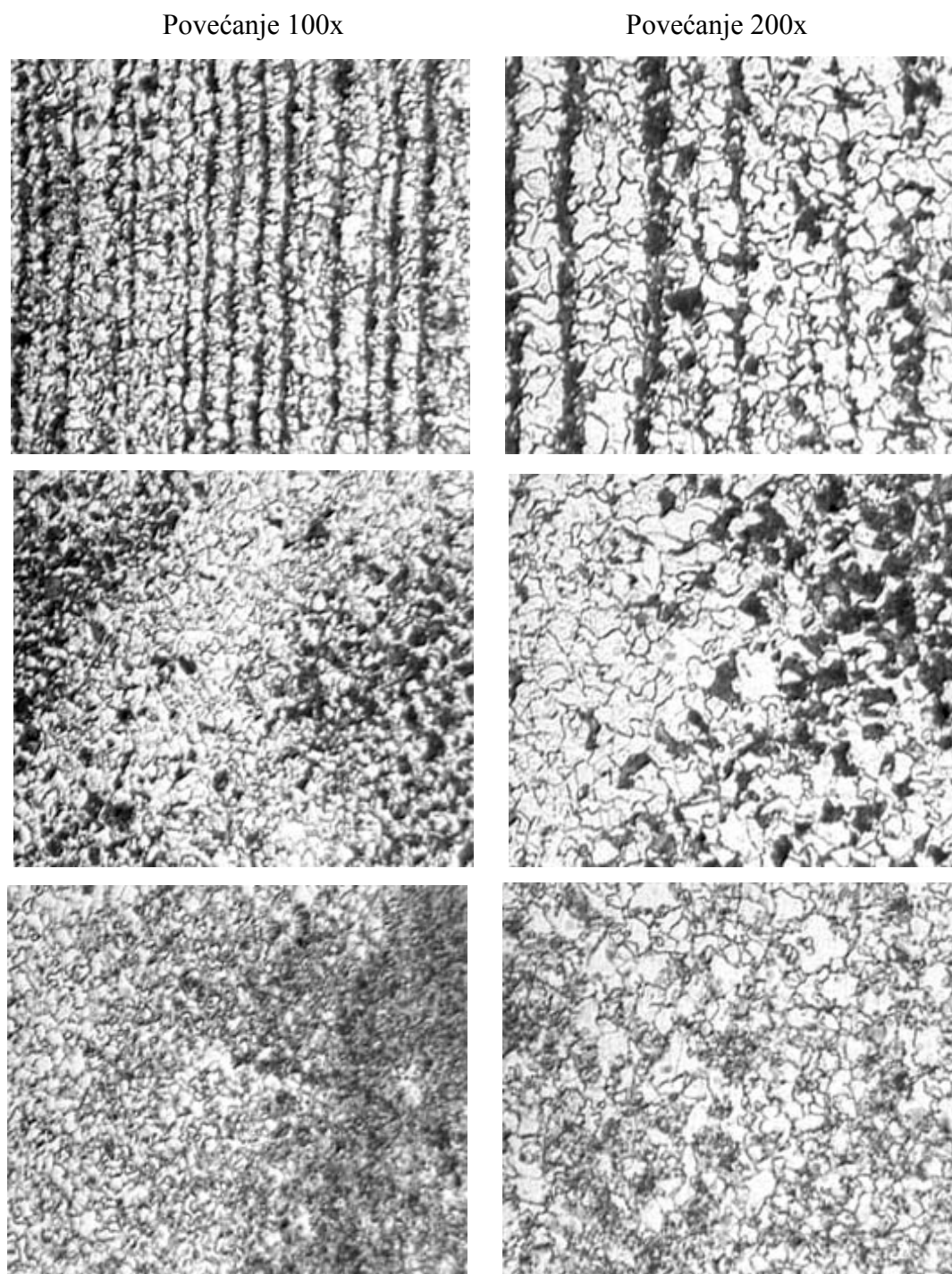
Povećanje 100x



Povećanje 200x

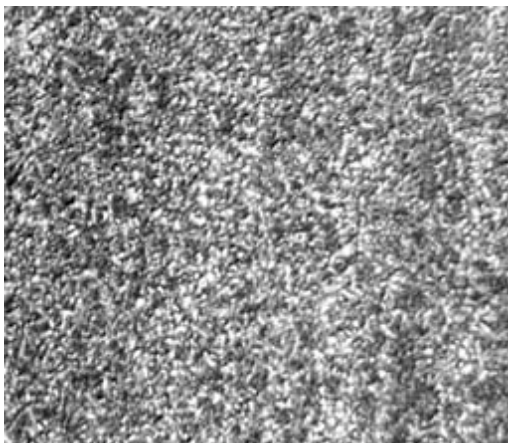


Slika 4.1 *Struktura čelika TStE 420 prije simulacije procesa zavarivanja*

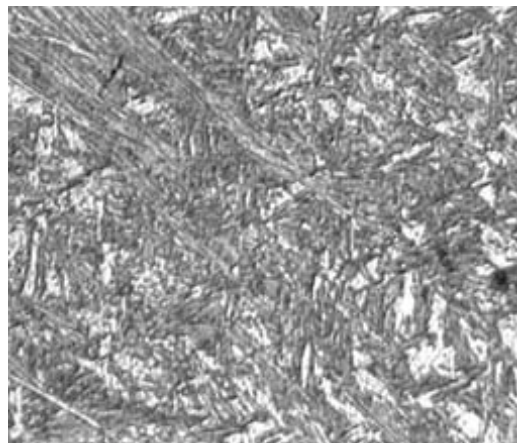
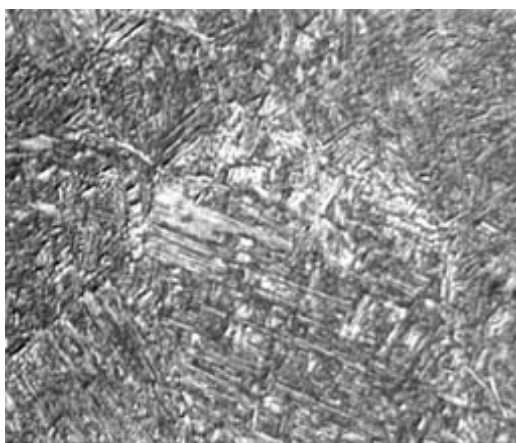
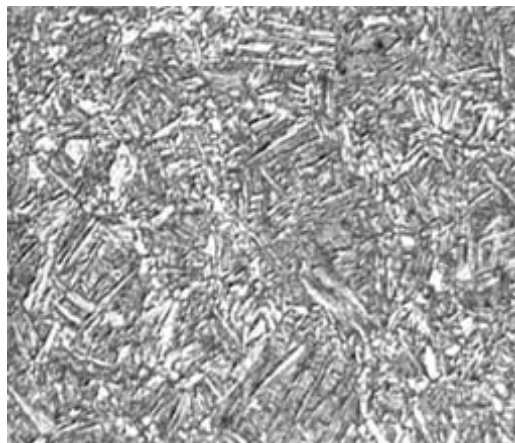
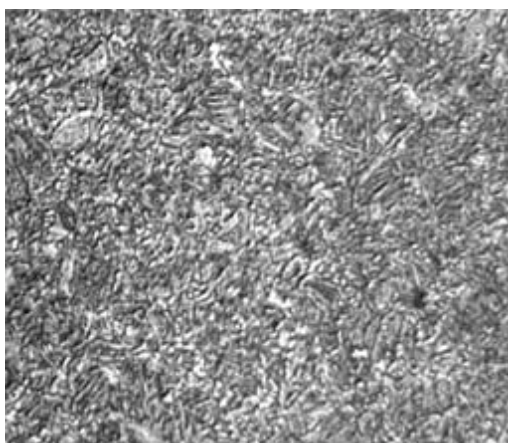
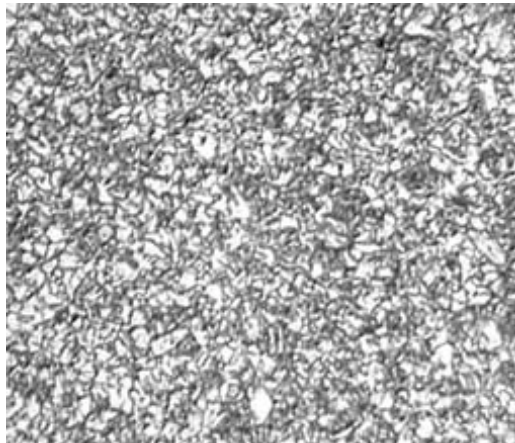


Slika 4.2 Struktura čelika TStE 420 nakon simulacije procesa zavarivanja (temperatura zagrijavanja 600, 700 i 780°C)

Povećanje 100x

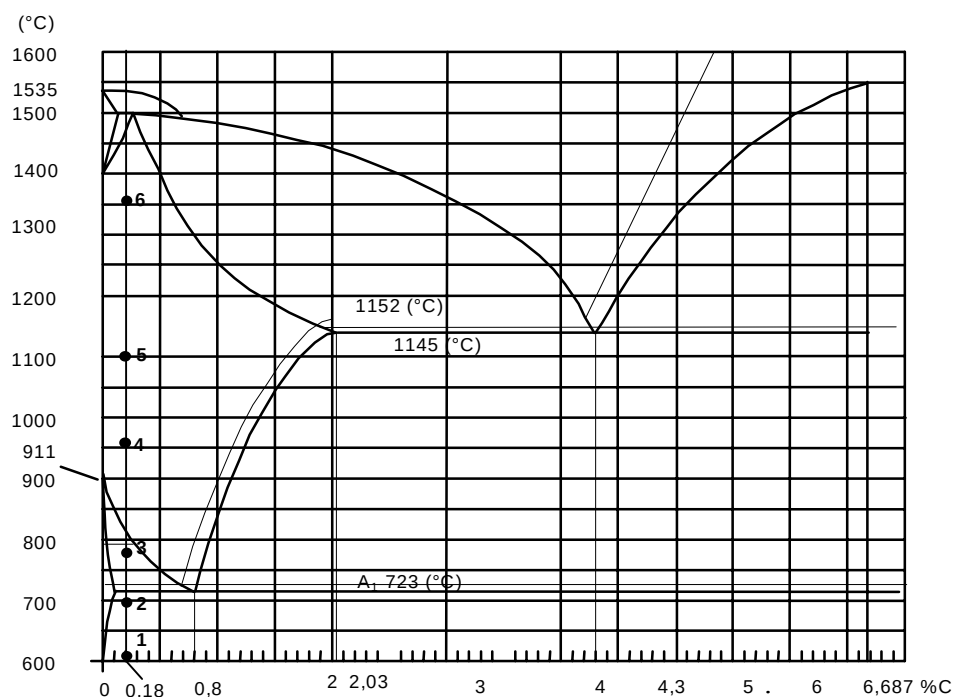


Povećanje 200x



Slika 4.3 Struktura čelika TStE 420 nakon simulacije procesa zavarivanja (temperatura zagrijavanja 960, 1100 i 1350°C)

Promatranjem struktura uzorka čelika TStE 420 prije simulacije procesa zavarivanja (slika 4.1) mikroskopom pri povećanju od 100 puta i usporedbom sa slikama struktura po ASTM E112/78 utvrđena veličina zrna ove strukture je 10. Početno stanje je sitnozrnata feritno-perlitna struktura koja je usmjerena kao posljedica završne obrade valjanjem. Zrna ferita su bijele, a perlita crne boje. Na uzorku koji je zagrijavan na 600° C (točka 1 na slici 4.4)) nije došlo do značajnijih promjena u strukturi. Pri temperaturi zagrijavanja od 700° C (točka 2) došlo je do povećanja zrna i početka raspada perlitne faze uz izlučivanje precipitata. Zbog toga dolazi do porasta tvrdoće. Na uzorku koji je zagrijavan na 780° C (točka 3) došlo je do disperzije precipitata u feritnoj matrici uz daljnji porast tvrdoće, a na temperaturi od 960° C (točka 4) dolazi do usitnjavanja zrna uz ravnomjerniju raspodjelu precipitata. Kod uzoraka zagrijavanih na više temperature (1100 i 1350° C, točke 5 i 6) dolazi do strukturne transformacije u bainitno-trustitnu strukturu nastalu utjecajem topline. Takva struktura uzrokuje još veći porast tvrdoće.



Slika 4.4 Dijagram stanja željezo-ugljik

Dijagrami ovisnosti temperature zagrijavanja o vremenu za svaki zagrijavani uzorak nalaze se u privicima diplomskog rada.

Nakon pripreme uzoraka i fotografiranja digitalnom kamerom pristupa se mjerenju tvrdoće. Tvrdoća je mjerena Vickersovom metodom (*HVI*) sa silom opterećenja od 9,81 N. Svakom od

sedam uzoraka izmjerena je tvrdoća na sredini zbog uvida u promjenu tvrdoće u različitim dijelovima zavara.

- Vickersova metoda mjerenja tvrdoće

Tvrdoća po Vickersu se definira kao omjer sile, kojom se djeluje na dijamantni utiskivač u obliku pravilne četverostrane piramide sa kutom pri vrhu od 136^0 , i površine otiska utiskivača na površini predmeta koji se ispituje. Na osnovu toga mjerilo tvrdoće po Vickersu je:

$$HV = \frac{F_u}{A} = \frac{0,18544 \cdot F_u}{d'^2} \quad (4.1)$$

gdje je: HV – tvrdoća po Vickersu

F_u – sila utiskivanja, N

A – površina otiska u obliku četverostrane piramide sa kvadratnom osnovicom, mm^2

d' – dijagonala otiska, mm

Stranice utiskivača moraju biti podjednako nagnute prema osi, a vrh i površine dijamantnog utiskivača moraju biti pravilno obrađene i polirane [5].

Potrebno vrijeme utiskivanja u površinu uzorka mora osigurati ravnomjeran porast opterećenja do izabrane vrijednosti i za ovaj slučaj vrijeme utiskivanja iznosi 25 sekundi.

Uzorci se postavljaju na postolje i odabire se potrebna sila (9,81 N). Zatim se započinje sa djelovanjem opterećenja preko dijamantnog vrha na uzorak. Nakon isteka trajanja opterećenja uzorak se rastereti i pristupa se mjerenju dijagonala otiska. U okularu mikroskopa sa određenim povećanjem nalaze se dvije okomite crte sa upisanom skalom za mjerenje. Pomoću skale se očitaju obadvije vrijednosti dijagonala i izračunava se aritmetička sredina. Za tako izračunatu duljinu dijagonale u tablicama se pronade odgovarajuća vrijednost tvrdoće. Mjerenje se ponavlja pet puta za svaki uzorak i izračunava se srednja vrijednost tvrdoće. Rezultati mjerenja su prikazani u tablici 4.1.

Tablica 4.1 Izmjerene tvrdoće uzoraka – Vickers metoda

TEMPERATURA ZAGRIJAVANJA, °C	TVRDOĆA HV1					
	Mjerenje					
	1	2	3	4	5	Srednja tvrdoća
20	175	171	178	182	172	176
600	195	198	196	196	193	196
700	201	205	203	202	198	202
780	210	224	208	210	212	213
960	257	260	262	260	257	259
1100	320	325	321	325	321	322
1350	339	348	348	343	339	343

Iz tablice je vidljivo kako s porastom temperature zagrijavanja, nakon ohlađivanja raste tvrdoća. To se objašnjava promjenom strukture kako je već ranije pojašnjeno.