

УТИЦАЈ КРАТКОТРАЈНОГ ПРЕГРЕВАЊА
НА МЕХАНИЧКЕ ОСОБИНЕ И
МИКРОСТРУКТУРУ ЦЕНТРИФУГАЛНО
ЛИВЕНЕ ЛЕГУРЕ ОТПОРНЕ НА
ТОПЛОТУ – HP40 Nb

Бу Милица Тимотијевић

УНИВЕРЗИТЕТ У КРАГУЈЕВЦУ
БРОЈ. IV-04-212/2
ДАТУМ: 10.04.2025.
ГОДИНЕ
КРАГУЈЕВАЦ



УНИВЕРЗИТЕТ У КРАГУЈЕВЦУ
ФАКУЛТЕТ ЗА МАШИНСТВО И ГРАЂЕВИНАРСТВО У КРАЉЕВУ

Милица С. Тимотијевић

**УТИЦАЈ КРАТКОТРАЈНОГ ПРЕГРЕВАЊА НА
МЕХАНИЧКЕ ОСОБИНЕ И МИКРОСТРУКТУРУ
ЦЕНТРИФУГАЛНО ЛИВЕНЕ ЛЕГУРЕ ОТПОРНЕ
НА ТОПЛОТУ – НР40 Nb**

Докторска дисертација

Крагујевац, 2025.



UNIVERSITY OF KRAGUJEVAC
FACULTY OF MECHANICAL AND CIVIL ENGINEERING IN KRALJEVO

Milica S. Timotijević

**EFFECT OF SHORT-TERM OVERHEATING ON
MECHANICAL PROPERTIES AND
MICROSTRUCTURE OF CENTRIFUGAL HEAT-
RESISTANT CASTING ALLOY – HP40 Nb**

Doctoral Dissertation

Крагујевац, 2025

Аутор

Име и презиме: Милица С. Тимотијевић

Датум и место рођења: 2.3.1993. Чачак, Србија

Садашње запослење: Асистент, Висока школа струковних студија Ваздухопловна Академија

Докторска дисертација

Наслов: Утицај краткотрајног прегревања на механичке особине и микроструктуру центрифугално ливене легуре отпорне на топлоту – HP40 Nb

Број страница: 191

Број слика: 118

Број библиографских података: 180

Установа и место где је рад израђен: Факултет за машинство и грађевинарство у Краљеву

Научна област (УДК): Машинско инжењерство; Испитивање материјала (620.1); Хемијска технологија (66); Хемијске и сродне индустрије (043.3)

Ментор: др Оливера Ерић Цекић, ванредни професор, Факултет за машинство и грађевинарство у Краљеву, Универзитет у Крагујевцу

Број и датум одлуке Већа универзитета о прихватању теме докторске дисертације:

Број: IV-04-969/9, датум: 20.12.2023.

ЗАХВАЛНИЦА

Искрено се захваљујем својој дивној менторки др Оливери Ерић Цекић, ванредном професору на Факултету за машинство и грађевинарство у Краљеву, на стручном вођењу, несебичној подршци и непроцењивим саветима током целог процеса истраживања и писања дисертације. Захвална сам на стрпљивом дељењу знања и искуства, усмеравању, посвећености и на разумевању.

Велику захвалност дугујем свима који су ми помогли да дисертацију приведем крају, а посебно:

Проф др Драгану Рајновићу, ванредном професору на Департману за производно машинство, Факултету техничких наука у Новом Саду, Универзитета у Новом Саду на великој помоћи при микроструктурним испитивањима и интерпретацији добијених резултата;

Др Петру Јањатовићу, доценту на Департману за производно машинство, Факултету техничких наука у Новом Саду, Универзитета у Новом Саду на помоћи око мерења механичких особина и тумачењу добијених резултата;

Проф др Мићи Ђурђевићу на Техничком факултету „Михајло Пупин“ у Зрењанину, Универзитета у Новом Саду на помоћи и саветима при примени ANOVA и регресионе анализе.

На указаној помоћи при реализацији експерименталних истраживања, велику захвалност дугујем:

Проф др Александру Кременовићу, редовни професор са Рударско геолошког факултета Универзитета у Београду;

Др Александру Девечерском, виши научни сарадник са Института за нуклеарне науке „Винча“ Универзитет у Београду;

Др Милени Росић, виши научни сарадник са Института за нуклеарне науке „Винча“ Универзитет у Београду.

Желим да се захвалим на помоћи при набавци материјала ХИП Петрохемији ДОО тј. Фабрици „Етилен“ из Панчева.

Посебну захвалност дугујем:

Мојим највећим љубавима - супругу Срећку и деци Александру и Матеју, који су ми били подршка и највећи мотив кроз све ове године истраживања, учења и писања. Захвална сам им на стрпљењу за моје „Брзо завршавам!“, које често није било брзо, на разумевању за многа одлагања, на загрљајима и љубави када ми је недостајало стрпљења, као и на најслађим цртежима у роковнику који су улетили пут ка циљу. Ова дисертација подједнако припада и њима.

Сестри Марији, на љубави и усмеравању од малих ногу.

Дисертацију посвећујем својим родитељима Миљани и Стојку, чија су љубав и пример обликовали све оно што данас јесам. Хвала што су ме научили вредностима рада, истрајности и поштења, и што су увек уз мене – као ослонац у тренуцима несигурности и као критичари који верују да увек могу боље.

*Аутор
Милица Тимотијевић*

Резиме

Нормални пројектовани радни век цеви за реформере дефинисан је *API* стандардом и износи 100 000 сати. Стварни радни век цеви зависи од многих механизма оштећења који се јављају током експлоатације, може бити дужи или краћи од пројектованог радног века. Краткотрајно прегревање може да настане после неколико сати рада и обично се јавља када је цев остала без радног флуида. Прегревање може да доведе до микроструктурних промена, пада механичких особина и на крају до лома цеви.

Ова докторска дисертација базирана је на истраживању утицаја краткотрајног прегревања на механичке особине и развој микроструктуре, садржаја примарних и секундарних карбида, механизма оштећења цеви са аспекта прегревања цеви за реформере (пећи за пиролизу). За испитивање су употребљени узорци сегмента цеви новог (*HP40-0,63%Nb*) и старог материјала (*HP40-1,5%Nb*) након више од 100 000 сати рада. Анализе су спроведене на температурама прегревања од 950, 1050 и 1150 °C, јер ови материјали имају широку примену у петрохемијској индустрији, посебно у условима дуготрајне изложености температурама између 850 и 1150 °C. Истраживање је обухватило анализу хемијског састава, металографска и фрактографска испитивања, рендгенску дифракциону анализу, испитивање затезних особина и тврдоће. Добијени резултати показали су да температура и трајање прегревања значајно утичу на механичке карактеристике и структуру материјала.

Код новог материјала, највећи напон течења забележен је на 950 °C, а највижи на 1150 °C. Затезна чврстоћа се повећала у просеку за 20 %, док је издужење након прегревања на 950 и 1050 °C смањено за 12%, а на 1150 °C повећано за 35 %. Микроструктурна анализа је показала да виша температура доводи до смањења количине секундарних карбида и измене морфологије примарних карбида, који на 1150 °C добијају глобуларни облик.

Код старог материјала примећен је напредак деградације. Вредности издужења су се смањиле за 44% на 950 и 1050 °C, али су се повећале за 67 % на 1150 °C. Затезна чврстоћа је у просеку порасла за 12,7 %, док је напон течења благо опао (за 1,6 %) у односу на стање пре прегревања. На температури од 1150 °C дошло је до потпуног растварања секундарних карбида у микроструктури.

На крају, примењене су *ANOVA* и регресиона анализа ради оптимизације параметара прегревања. Добијене су максималне и минималне вредности механичких особина, попут затезне чврстоће, напона течења, издужења и тврдоће по Викерсу. Оваквим приступом потврђени су резултати експерименталних истраживања и добијене смернице за даље примене у индустријској пракси.

Кључне речи: *HP40* легура, механичке особине, микроструктура, примарни карбиди, секундарни карбиди, прегревање, *ANOVA*, регресиона анализа.

Abstract

The normal designed service life of reformer tubes is defined by the *API* standard and amounts to 100,000 hours. The actual service life of the tubes depends on numerous damage mechanisms occurring during operation and may be either longer or shorter than the designed life. Short-term overheating can occur after a few hours of operation and typically arises when a tube is devoid of working fluid. Overheating can lead to microstructural changes, a decline in mechanical properties, and ultimately, tube failure.

This doctoral dissertation is based on the study of the effects of short-term overheating on the mechanical properties, microstructural evolution, primary and secondary carbide content, and damage mechanisms of reformer tubes (pyrolysis furnace tubes) from the perspective of overheating. The research was conducted on tube segment samples of both new (*HP40-0.63%Nb*) and used material (*HP40-1.5%Nb*) after more than 100,000 hours of operation.

The analyses were performed at overheating temperatures of 950, 1050, and 1150 °C, as these materials are widely used in the petrochemical industry, particularly under long-term exposure to temperatures ranging from 850 to 1150 °C. The study included chemical composition analysis, metallographic and fractographic examinations, X-ray diffraction analysis, and testing of tensile properties and hardness. The obtained results demonstrated that both temperature and overheating duration have a significant impact on the mechanical characteristics and structure of the material.

In the case of the new material, the highest yield strength was observed at 950 °C, while the lowest was noted at 1150 °C. The tensile strength increased by an average of 20 %, whereas elongation decreased by 12 % after overheating at 950 °C and 1050 °C. However, elongation improved by 35 % at 1150 °C. Microstructural analysis showed that higher temperatures resulted in a reduction of secondary carbide content and altered the morphology of primary carbides, which took on a globular shape at 1150 °C.

For the aged material, signs of degradation were evident. Elongation values decreased by 44% at both 950 °C and 1050 °C, but increased by 67 % at 1150 °C. The tensile strength rose by an average of 12.7 %, while the yield strength experienced a slight decrease of 1.6 % compared to the pre-overheating condition. At 1150 °C, secondary carbides were completely dissolved within the microstructure.

Finally, *ANOVA* and regression analysis were applied to optimize overheating parameters. The study identified the maximum and minimum values of mechanical properties, including tensile strength, yield strength, elongation, and Vickers hardness. This optimization process validated the experimental findings and provided guidelines for further industrial applications.

Keywords: *HP40* alloy, mechanical properties, microstructure, primary carbides, secondary carbides, overheating, *ANOVA*, regression analysis.

САДРЖАЈ

1. УВОД.....	1
2. ПРЕГЛЕД ДОСАДАШЊИХ ИСТРАЖИВАЊА	4
2.1. Историјски преглед испитиваног материјала.....	5
2.2. Механизми оштећења.....	10
2.2.1. Формирање кокса.....	10
2.2.2. Термички замор	11
2.2.3. Прегревање.....	11
2.2.4. Крти лом	13
2.2.5. Ерозија цеви	14
2.2.6. Кавитација.....	15
2.2.7. Пузање	16
2.2.8. Оксидација	18
2.2.9. Нитрација	18
2.2.10. Наугљеничење	19
2.2.11. Дехромизација.....	20
2.2.12. Људски фактор.....	20
2.3. Микроструктура	21
2.3.1 Макроструктура.....	21
2.3.2. Микроструктура у ливеном стању.....	21
2.3.3. Примарни и секундарни карбиди.....	22
3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛНА ПРОЦЕДУРА	28
3.1. Избор материјала за испитивање	28
3.2. Хемијски састав.....	29
3.3. Механичке особине	29
3.4. План експеримента.....	30
3.5. Израда узорака	31
3.5.1. Припрема узорака за испитивање механичких особина	31
3.5.2. Припрема узорака за металографска испитивања	32
3.6. Термички третман - краткотрајно прегревање.....	35
4. МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА	37
4.1. Испитивање хемијског састава.....	37

4.2. Испитивање микроstrukтуре материјала.....	37
4.3. Скенирајућа електронска микроскопија.....	39
4.4. Метода за електролитичку екстракцију талога.....	39
4.5. Испитивање узорака методом рендгенске дифракције	41
4.6. Испитивање механичких особина.....	42
4.6.1. Испитивање затезањем.....	43
4.6.2. Испитивање тврдоће.....	43
4.7. ANOVA анализа, регресиона анализа.....	43
5. РЕЗУЛТАТИ ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИХ ИСТРАЖИВАЊА	46
5.1. Хемијски састав.....	46
5.2. Механичке особине у полазном стању	47
5.2.1. Затежне карактеристике легуре <i>HP40-0,63%Nb</i> и <i>HP40-1,5%Nb</i> у полазном стању ...	47
5.2.2. Тврдоћа легуре <i>HP40-0,63%Nb</i> и <i>HP40-1,5%Nb</i> у полазном стању	47
5.3. Механичке особине након прегревања.....	47
5.3.1. Затежне карактеристике легуре <i>HP40-0,63%Nb</i>	47
5.3.2. Тврдоћа легуре <i>HP 40-0,63%Nb</i>	59
5.3.3. Затежне карактеристике легуре <i>HP40-1,5%Nb</i>	60
5.3.4. Тврдоћа легуре <i>HP40-1,5%Nb</i>	71
5.4. Микроструктура	72
5.4.1. Микроструктура легуре <i>HP40-0,63%Nb</i> у полазном стању.....	72
5.4.2. Утицај прегревања на микроструктуру легуре <i>HP40-0,63%Nb</i>	74
5.4.3. Микроструктура легуре <i>HP40-1,5%Nb</i> након експлоатације више од 100 000 сати, полазно стање	83
5.4.4. Утицај прегревања на микроструктуру легуре <i>HP40-1,5%Nb</i>	86
5.5. Удео фаза.....	95
5.5.1. Удео фаза легуре <i>HP40-0,63%Nb</i>	95
5.5.2. Удео фаза легуре <i>HP 40-1,5%Nb</i>	97
5.6. Рендгеноструктурна анализа	100
5.6.1. Резултати рендгеноструктурне анализе узорака легуре <i>HP40-0,63%Nb</i>	100
5.6.2. Резултати рендгеноструктурне анализе узорака легуре <i>HP40-1,5%Nb</i>	105
5.7. Морфологија лома	110
5.7.1. Утицај прегревања на морфологију лома легуре <i>HP40-0,63%Nb</i>	110
5.7.2. Утицај прегревања на морфологију лома легуре <i>HP40-1,5%Nb</i>	117

5.8. Анализа варијансе и оптимизација резултата.....	124
5.8.1. Регресиона анализа и оптимизација резултата механичких особина легуре <i>HP40-0,63%Nb</i>	124
5.8.2. Регресиона анализа и оптимизација резултата механичких особина легуре <i>HP40-1,5%Nb</i>	134
6. ДИСКУСИЈА	145
6.1. Хемијски састав.....	145
6.2. Механичке особине у полазном стању.....	145
6.2.1. Затежне карактеристике легуре <i>HP40-0,63%Nb</i> и <i>HP40-1,5%Nb</i> у полазном стању .	145
6.2.2. Тврдоћа легуре <i>HP40-0,63%Nb</i> и <i>HP40-1,5%Nb</i> у полазном стању	145
6.3. Механичке особине након прегревања.....	146
6.3.1 Затежне карактеристике легуре <i>HP40-0,63%Nb</i>	146
6.3.2 Тврдоћа легуре <i>HP40-0,63%Nb</i>	150
6.3.3. Затежне карактеристике легуре <i>HP40-1,5%Nb</i>	151
6.3.4. Тврдоћа легуре <i>HP40-1,5%Nb</i>	155
6.4. Микроструктура	156
6.4.1. Микроструктура легуре <i>HP40-0,63%Nb</i> у полазном стању.....	157
6.4.2. Утицај прегревања на микроструктуру легуре <i>HP40-0,63%Nb</i>	158
6.4.3. Микроструктура легуре <i>HP40-1,5%Nb</i> у полазном стању.....	161
6.4.4. Утицај прегревања на микроструктуру легуре <i>HP40-1,5%Nb</i>	161
6.5. Удео фаза	163
6.5.1. Удео фаза легуре <i>HP40-0,63%Nb</i>	163
6.5.2. Удео фаза легуре <i>HP40-1,5%Nb</i>	165
6.6. Рендгеноструктурна анализа	166
6.6.1. Рендгеноструктурна анализа легуре <i>HP40-0,63%Nb</i>	166
6.6.2. Рендгеноструктурна анализа легуре <i>HP40-1,5%Nb</i>	167
6.7. Морфологија лома	168
6.7.1. Утицај прегревања на морфологију лома легуре <i>HP40-0,63%Nb</i>	168
6.7.2. Утицај прегревања на морфологију лома легуре <i>HP40-1,5%Nb</i>	170
6.8. Анализа варијансе и оптимизација.....	172
6.8.1. Регресиона анализа и оптимизација резултата механичких особина легуре <i>HP40-0,63%Nb</i>	172
6.8.2. Регресиона анализа и оптимизација резултата механичких особина легуре <i>HP40-1,5%Nb</i>	172

7. ЗАКЉУЧЦИ.....	174
ЛИТЕРАТУРА	179

1. УВОД

Легуре типа *HP40* су аустенитне легуре састава *Fe-35Ni-25Cr-0,4C*. Оне су модификована верзија легуре типа *HK40*, легиране са силицијумом, манганом, ниобијумом и титанијумом, како би се постигла добра отпорност на пузање и механичка својства при високим температурама у интервалу од 900 до 1050 °C [1].

Отпорност на пузање тј. постојаност чврстоће на високим температурама при дуготрајном раду постиже се захваљујући аустенитној *Cr-Ni* основи ових легура која је ојачана помоћу фино диспергованих карбидних честица отпорних на пузање. Цеви за реформере, које су израђене од ових материјала, производе се центрифугалним ливењем.

Услед излагања високој температури, микроструктура материјала цеви за реформере изложена је великом степену деградације. То утиче на механичка својства *HP40* легура јер својства зависе од стања микроструктуре. Микроструктура ливене легуре *HP40* састоји се из аустенитне основе и ћелијске структуре која садржи мрежу у виду скелета примарних еутектичких карбида излучених по границама зрна. За разлику од почетне микроструктуре легуре *HP40* у ливеном стању, у микроструктури материјала експлоатисане цеви, при раду на високим температурама, у интердендритном простору распоређени су и фини секундарни карбиди. Морфологија (облик) карбида се мења, тако што из скелетног облика прелази у облик кратких ланаца. Током старења, запажа се и ламеларни изглед и раст карбида.

Нормални пројектовани век трајања цеви за реформере дефинисан је *API* стандардом и износи 100 000 сати. С обзиром на цену ових легура, продужење радног века цеви представља велики економски захтев.

Идеја за избор теме докторске дисертације је настала из техничко-технолошке сарадње између фабрике ХИП Петрохемије из Панчева и Машинског факултета у Београду на реализацији експерименталног дела пројекта, чији је циљ праћење квалитета материјала од којих су израђени цевни снопови етиленских пећи тј. пећи за пиролизу бензина. ХИП Петрохемија из Панчева је обезбедила сегменте цеви од *HP40Nb* легуре који су били у експлоатацији више од 100 000 сати и сегменте нове цеви за експериментални део рада.

Предмет докторске дисертације је центрифугално ливена легура отпорна на топлоту класе *HP40Nb*. Истраживање у дисертацији се базира на проучавању утицаја краткотрајног прегревања на промену микроструктуре, садржаја примарних и секундарних карбида, и механизма оштећења цеви са аспекта прегревања цеви за реформере.

Основни циљеви докторске дисертације су:

- анализа утицаја краткотрајног прегревања на микроструктурне промене и механичке особине цеви од *HP40-0,63%Nb* легуре која није била у експлоатацији (у даљем тексту нови материјал) и цеви *HP40-1,5%Nb* легуре која је била у експлоатацији више од 100 000 сати (у даљем тексту стари материјал).

- дефинисање најутицајнијег параметра прегревања (температура или време прегревања) на механичке особине центрифугално ливене легуре отпорне на топлоту - *HP40Nb*.

Основне хипотезе које су постављене у докторској тези су:

- Хипотеза 1: Краткотрајно прегревање не утиче негативно на радни век цеви.
- Хипотеза 2: Улазни параметри процеса краткотрајног прегревања позитивно утичу на структурне и механичке особине испитиваног материјала цеви за реформаторске пећи.
- Хипотеза 3: Успостављањем корелације између улазних параметара процеса прегревања и добијених структурних и механичких карактеристика нове и након 11 година експлоатације цеви од центрифугално ливене легуре отпорне на топлоту – *HP40Nb* могу се дефинисати утицајни улазни параметри процеса прегревања.
- Хипотеза 4: Цеви од центрифугално ливене легуре отпорне на топлоту – *HP40Nb* које су биле изложене високим температурама у струји угљоводоника и водене паре при малом притиску више од 100 000 сати након ревитализације тј. краткотрајним прегревањем могу се поново користити.
- Хипотеза 5: Накнадним загревањем цеви од центрифугално ливене легуре отпорне на топлоту - *HP40Nb* која није била у експлоатацији, такође може да се продужи радни век цеви за реформаторске пећи у петрохемијској индустрији.
- Хипотеза 6: Оптимизацијом услова прегревања постиже се побољшање механичких особина и микроструктуре испитиваног материјала, њеног понашања при пузању, а самим тим и продужења њеног радног века.

Очекује се да ће резултати истраживања у оквиру докторске тезе допринети разумевању утицаја температуре и времена краткотрајног прегревања на механичке особине и микроструктуру центрифугално ливене легуре отпорне на топлоту – *HP40Nb*.

Испитивање утицаја краткотрајног прегревања на механичке особине и микроструктуру центрифугално ливене легуре отпорне на топлоту – *HP40Nb* за пећи за пиролизу значајно је из неколико разлога:

- пећи за пиролизу раде на високим температурама, врло често близу термичких граница материјала. Разумевање реакције новог и старог материјала цеви на краткотрајно прегревање омогућава предвиђање њиховог понашања током температурних скокова који могу настати услед поремећаја у процесу рада пећи.
- истраживање у овој тези омогућује дефинисање температурних опсега при којима материјал цеви може да избегне трајна оштећења, као што су деформација пузањем, термички замор или оксидација.
- испитивање утицаја краткотрајног прегревања новог и старог материјала цеви помаже да се идентификује како да се минимизира штета и продужи век трајања цеви.
- истраживање перформанси материјала цеви током краткотрајног прегревања доприноси пројектовању сигурнијих и поузданијих пећи за пиролизу.
- истраживање утицаја краткотрајног прегревања може открити недостатке материјала цеви, чиме се усмерава развој побољшаних центрифугално ливених легура отпорних на топлоту, попут *HP40Nb*, са побољшаном отпорношћу на високе температуре.

Очекује се да истраживања у оквиру тезе пруже савремен и оригиналан допринос у области карактеризације цеви „нових“ (цеви израђене од *HP40Nb* легуре које нису биле у употреби) и „старих“ (цеви након 11 година експлоатације) са аспекта продужетка радног века, односно могућности њихове употребе након краткотрајног прегревања.

У том контексту, очекује се да добијени резултати представљају основу за избор одговарајућег поступка оптимизације услова прегревања, са циљем побољшања механичких својстава и микроструктуре испитиваног материјала цеви, његовог понашања при пузању, и тиме продужетка његовог радног века.

2. ПРЕГЛЕД ДОСАДАШЊИХ ИСТРАЖИВАЊА

Опрема у постројењу за пиролизу етана изложена је врло сложеним топлотним, хемијским, механичким утицајима и оптерећењима током рада. Често се изненада појављују прелине или чак ломови цеви. Главни проблем са којим се технологија пиролизе сусреће и који је ограничава јесте отпорност конструкционих легура челика на радне услове, тачније отпорност на високотемпературно пузање. Поузданост производње етана у овим условима обезбедиле су легуре *HK40* које су почеле да се производе центрифугалним ливењем 60-тих година прошлог века [2].

Од почетка производње, 60-тих година прошлог века, па све до почетка 2000-тих година, када је извршена модификација производње у петрохемијској индустрији, у радијационој секцији коришћене су цеви легуре *HK40* (ознака по *ASTM-y*) или *GX40CrNiSi25-20* (ознака по *DIN 1746* и *EN 10295*). Проблематика примене ових легура је појава микроструктурних промена које се настају на повишеним температурама, што неповољно утиче на њихове механичке особине. Ове особине су уочене код легуре *HK40* при високој температурној деградацији због формирања крте сигма фазе. Образовање специјалних карбида, као што су *NbC*, *VC* и др. има веома важну улогу у материјалу *HK40* за каталитичке цеви, јер њихово присуство уситњава зрно и побољшава механичка својства материјала [3]. После излагања радним условима дуктилност цеви драстично опада до вредности испод 4% услед старења. Када се цеви наугљенишу, дуктилност се додатно смањује. С друге стране, присуство дебелог слоја оксида на спољашњој површини цеви узрокује магнетичност цеви.

Процес производње етиленских пећи је временом унапређен и подразумева примену новије легуре као што је *HP40Nb* хемијског састава *Fe* са 25%*Cr*, 35%*Ni* и 0,45%*C* која се показала погоднијом за рад у условима повећане радне температуре пећи, због веће границе пузања и боље отпорности на наугљеничење [4,5].

Микроструктура *HP40Nb* легуре у ливеном стању, састоји се из аустенитне основе у облику ћелијске структуре која садржи мрежу скелета примарних еутектичких карбида типа *MC* богатих са ниобијумом и типа *M₂₃C₆* богатих са хромом излучених по границама зрна [6]. Отпорност на пузање тј. постојаност чврстоће на високим температурама при дуготрајном раду карактеристична за *HP40Nb* легуре, постиже се захваљујући аустенитној *Cr-Ni* основи ових легура која је ојачана помоћу фино диспергованих карбидних честица, које су отпорне на пузање. Нормални пројектовани радни век цеви за реформере дефинисан је *API* стандардом и износи 100 000 сати [7,8]. Стварни радни век цеви зависи од многих механизма оштећења који се јављају током експлоатације, може бити дужи или краћи од пројектованог радног века. Прегревање материјала се јавља на температурама које су више од оних за којих је материјал пројектован да ради. Некада се дешавају прегревања или локалне промене температуре због неправилног рада горионика или утицаја формираног кокса, што такође може довести до озбиљних оштећења цеви реформера. Краткотрајно прегревање може да настане после неколико сати рада и обично се јавља када је цев остала без радног флуида. Прегревање може да доведе до микроструктурних промена, пада механичких особина и на крају до лома цеви.

Примећено је да током процеса пиролизе, долази до изненадног отказа цеви који је резултат различитих механизма оштећења. До оштећења цеви најчешће долази услед [9]: формирања кокса, губитка еластичности, термичког замора, кртог лома, ерозије,

прегревања, људског фактора, пузања, цементације, оксидације, нитрације и дехромизације.

Прекорачење радних температура погодује процесу интензивног наугљеничења и појачаном таложењу кокса. Током времена, на унутрашњој површини калемова пиролизе долази до формирања кокса, нарочито у зони зрачења где су температуре највише. Слој кокса на површини калемова значајно смањује пренос топлоте на процесни гас унутар калемова због његове ниске топлотне проводљивости. Са повећањем дебљине слоја кокса, за одржавање жељене конверзије и високог приноса етилена потребно је додатно загревање путем процеса сагоревања [10]. Због тога материјал цеви ради у врло неповољном температурном подручју [11].

Такође у пракси су познати облици оштећења цеви у виду температурних удара, који су најчешће узроковани неочекиваним и локализованим оперативним појавама, као што су смањени проток сировине, хабање материјала за пуњење катализатора или појава пламена [12-15]. Ова краткотрајна температурна одступања могу довести до прераног отказа цеви образовањем великих уздужних пукотина [16]. Међутим, у пракси често долази до прегревања цеви и већина је преурањена у односу на очекивани радни век, што доводи до отказа узрокованим локализованим прегревањем [12,17,18].

Иако је прегревање, као један од механизма оштећења цеви од *HP40Nb* легуре (реформаторске пећи) препознат и у одређеној мери истражен у литератури, није у потпуности објашњен. Тренутно постоји мали број радова који су проучавали ову проблематику [12,14,16]. Термичка нестабилност коју стварају овакви проблеми доводи до убрзаног микроструктурног старења, при чему су ове појаве често узрок превременог и неочекиваног отказа цеви услед савијања или пуцања [19].

2.1. Историјски преглед испитиваног материјала

Развој легура за реформере може се класификовати у три генерације, при чему сваку генерацију одређују промене у саставу, производним методама, микроструктурним карактеристикама и одговарајућом отпорношћу тј. чврстоћом пузања [20].

У првим реформерима коришћене су коване легуре *Fe-18Cr-37Ni*, *HT*-серије за цеви реформера, одабране због своје изузетне отпорности на термални шок, оксидацију и наугљеничење. Иако су *HT* легуре пружале адекватну чврстоћу пузања за прве генерације реформера, висок садржај никла довео је до значајних трошкова. Поред тога, услови примене у постројењима су захтевали веће дебљине зидова цеви, што је озбиљно ограничило дозвољени садржај угљеника [21].

Легуре прве генерације

До значајног напретка у металургији реформера дошло је средином 20. века., услед увођења техника центрифугалног ливења и нових легура. У ово доба појавила се легура *Fe-25Cr-20Ni-0,4C*, ознаке *HK40*, која је, са нижим садржајем никла, обезбедила чврстоћу пузања упоредиву са *HT* легурама [22]. Међутим, кована *HK40* је и даље имала строге оперативне границе, ограничавајући притисак на 1–4 bar-a и излазне температуре на 730–800 °C [23].

Примена центрифугалног ливења омогућила је већу слободу и контролу у избору хемијског састава, посебно у погледу садржаја угљеника.

Истраживања Еструха и Лита (*Estruch, Lyth*) [24] показала су да центрифугално ливене *HK40* цеви могу издржати напоне до 7,1 МПа на 1000 °С, у поређењу са максималних 4,9 МПа на 982 °С за различите варијанте *HT* легура током 100 000 сати. Центрифугално ливена *HK40* легура има структуру зрна с крупним стубастим зрнима на спољној површини, која прелази у равномерна зрна на унутрашњем делу пресека, са мрежом интергрануларних примарних M_7C_3 карбида, углавном састављених од хрома.

Током експлоатације, примарни M_7C_3 карбида трансформишу се у термодинамички стабилнији $M_{23}C_6$. Ова трансформација ослобађа угљеник из карбида и аустенитне основе, што доводи до значајног секундарног интрагрануларног таложења $M_{23}C_6$ карбида, које побољшава отпорност на пузање тако што делује као баријера за кретање дислокација [25]. С обзиром на релативно ниске трошкове у поређењу са *HT*-серијама, *HK40* је брзо постао омиљени материјал за ливене цеви.

Крајем 1960-их, ливена *HK40* легура је потпуно заменила своје претходнике, доминирајући тржиштем легура за реформере до 1970-их. Повећање перформанси *HK40* легуре омогућило је оштрије услове рада, при чему је притисак подигнут на око 1,6 МПа при 800 °С. Међутим, *HK40* је подложна деградацији због смањења запремине примарних карбида, растварања секундарних карбида и коалесценције карбида. Такође, може се јавити формирање σ фазе, што доводи до губитка чврстоће и дуктилности [26-28]. Губитак отпорности на пузање због смањења баријера дислокација, у комбинацији с губитком дуктилности при пузању, на крају доводи до отказа цеви реформера [29].

Легуре друге генерације

Да би се отклонили проблеми који се односе на стабилност карбида у *HK40* легурама, код легура друге генерације примењена су два основна приступа: повећање стабилности фаза карбида и ојачање саме легуре. Раних 1970-их, у састав базе легуре *HK40* произведене од стране *Inco Limited*, легирањем са 1,5%Nb, произведене су легуре означене са *IN519*. Легирање са 1,5%Nb довело је до стварања MC карбида [21].

Легуре треће генерације

Године 1975. произведена је легура са номиналним хемијским саставом *Fe-25Cr-35Ni-1Nb*, касније названа *HP-Mod*, што је означило почетак конкурентне ере у развоју легура реформера. Отпорност на пузање *HP-Mod* легура при температури од 950°С показала је импресивно побољшање од 100 % у односу на *HK40*, уз додатну супериорну отпорност на пузање при температурама до 1050 °С [21]. Остали произвођачи брзо су следили овај пример, производећи легуре с сличним саставима, чиме је *HP-Mod* постала основа савремених легура реформера.

После тога, развојне стратегије су фокусиране на додатну стабилизацију и унапређење основне легуре *HP-Mod*, користећи мањи садржај легирајућих елемената. Тако су настале нове класе легура назване *HP-Micro*.

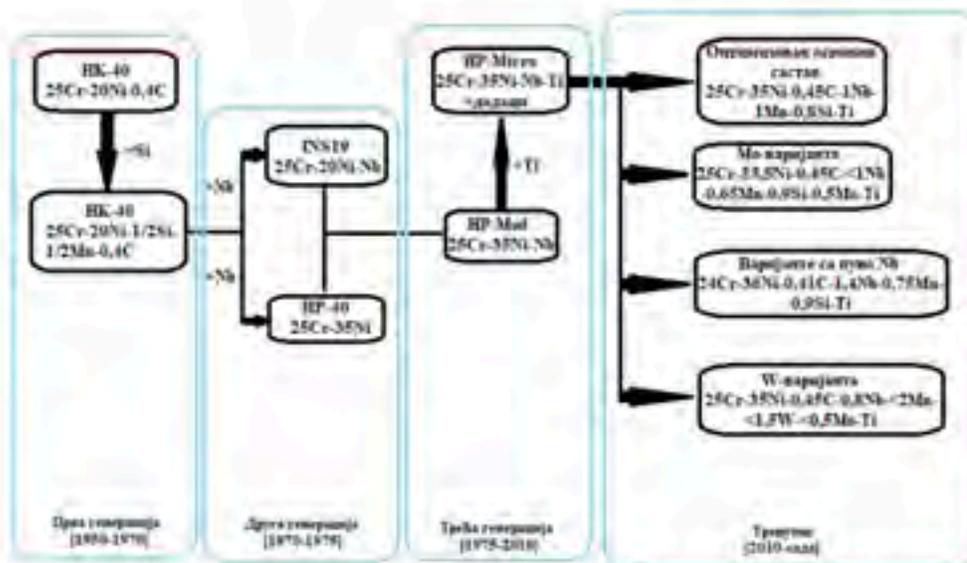
Овај поступак легирања са нижим садржајем легирајућих елемената омогућио је легури да оствари до двоструко већу чврстоћу у поређењу са *HK40*, без значајног повећања

трошкова. Значајан утицај овог легирања је и то што је омогућио већу прилагодљивост особинама легура према специфичним захтевима корисника, а све по прихватљивој цени.

Током последње четири деценије, произвођачи су експериментисали са разним елементима, укључујући *Ti*, *Mo*, *Zr* и чак елементима ретке земље као што је *Y*, у настојању да максимизирају потенцијал основног састава легуре типа *HP-Mod*.

До данас, *HP-Micro* легуре остају омилjeni избор за реформере. Оштри услови у савременим реформерима обично укључују радне притиске у опсегу од 3 до 4 MPa и температуре између 900 и 1000 °C.

На слици 2.1 приказано је поређење прекидне вредности пузања за 100 000 сати за три генерације легура.



Слика 2.1. Дијаграм тока развоја легура за реформере [20-35]

Даљи развој легура треће генерације

Развој хемијског састава легура треће генерације, посматран у периоду од 1995. до 2010. године, пружио је значајна сазнања која су допринела унапређењу постојећих легура. У овом распону од 15 година, легуре су задржале номинални састав од *Fe-35Ni-25Cr-0,4C-1Mo*. Међутим, други легирајући елементи су такође коришћени у различитим концентрацијама. На пример, *Nb* и *Si* се сматрају важним легирајућим елементима од 1970-их, али њихов садржај варира између 0,4–1,5 % и 0,8–1,8 %, респективно. Чешћи, мањи додаци укључују 0,05–0,5% *Ti*, 0,03–0,5% *Mo*, и 0,08–1,5 *Mn*, док су елементи пенестоћа као што су *S* и *P* минимизирани испод 0,03 % [6,36–46]. Међутим, различити мањи додаци који се користе компликују процес центрифугалног ливења, јер неки елементи могу имати проблем као што је испаравање.

Код треће генерације ливеног челика коришћена је комбинација више легирајућих елемената. Уочено је да више легирајућих елемената узетих заједно при нижим концентрацијама дају бољи ефекат повећања отпорности на пузање него сваки појединачно. Увођење ових легирајућих елемената обично не прелази 0,5 %. Резултат легирања овим елементима је пречишћавање структуре легуре и побољшана стабилност карбида типа *MC* [22,24,25]. Код ових легура смањен је и садржај угљеника на 0,10–0,15 %. Студије усмерене на смањење садржаја угљеника спроведене су како би се побољшала пластична својства овог материјала. У примени је имплементирана ливена легура легирана са алуминијумом (*Manaurite KSO* и *Manaurite 40KSO*) [26]. Без обзира на неке технолошке потешкоће које су у вези са производњом одливака који садрже висок проценат алуминијума и велику кртост ливеног челика условљену структуром која садржи овај елемент, хемијски састав фамилије ових легура има високу отпорност на наугљеничење.

У табелама 2.1 и 2.2 приказани су номинални хемијски састави центрифугално ливених материјала за цеви реформера и њихове ознаке и вредности прекидна чврстоћа пузања за наведене легуре на температурама од 800, 850, 900, 950 и 1000 °C за најмање 100 000 сати.

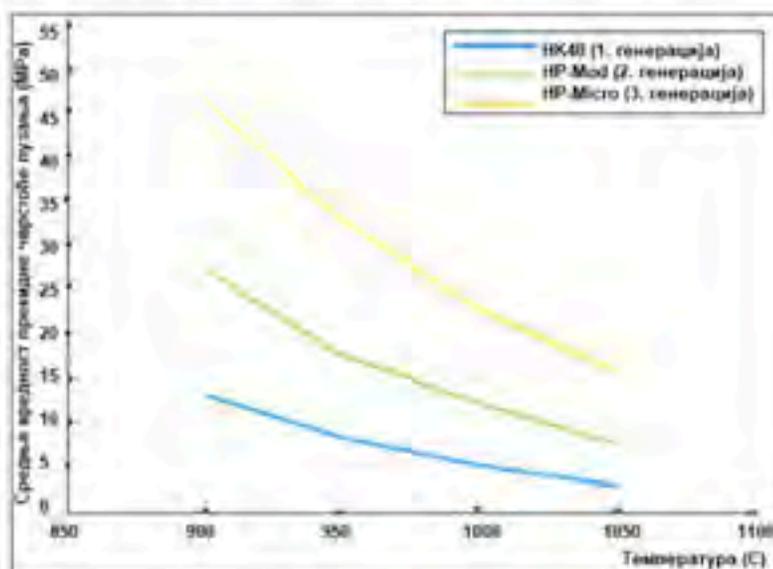
Слика 2.3 приказује поређење средње вредности прекидне чврстоће пузања; минималне дебљине цеви и максимално дозвољене запремине катализатора. Вредности израчунате на основу једначине за напон у *API 530,31* уз претпоставку унутрашњег притиска од 3 МПа на 1000 °C.

Табела 2.1. Номинални хемијски састав (мас.%) центрифугално ливених материјала за реформере [2]

Материјал	<i>S+C Märker®G / Centralloy®CA</i>	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>Cr</i>	Елементи који образују карбиде
Високоугљеничне легуре за цеви за радијацију (типично 0,40-0,45% C)					
<i>HK40</i>	4848	<52	20	25	-
<i>IN 519</i>	4855	<47	24	24	<i>Nb</i>
<i>HP+Nb</i>	4852	<37	35		
<i>HK MA</i>	4848 микро (нова <i>S+C</i> легура)	<52	20	25	<i>Nb, Ti, Zr</i>
<i>HP+Nb(MA)</i>	4852 микро	<37	25		<i>Nb, W, Ti, Zr</i>
Нискоугљеничне легуре за спољашње компоненте (типично 0,10-0,15% C)					
<i>32/30 + Nb</i>	4859	<45	32	20	<i>Nb</i>
<i>HP LC</i>	<i>H 101</i>				
<i>HP LC MA</i>	<i>H 101</i> микро (нова <i>S+C</i> легура)	<35	37	25	<i>Nb, Ti, Zr</i>

Табела 2.2. Прекидна чврстоћа пузања (MPa) за најмање 100.000 h за некоутљеничне челике [2]

Материјал	S+C назив	Температура (°C)				
		800	850	900	950	1000
Легура 800HT	Кована легура	20,0	13,6	9,6	5,5	-
32-30 + Nb	4859	37,6	27,2	18,8	12,2	7,0
HP LC	H 101	27,0	18,2	12,1	8,0	5,0
HP LC MA	H 101 микро	36,9	26,5	19,0	13,6	9,7

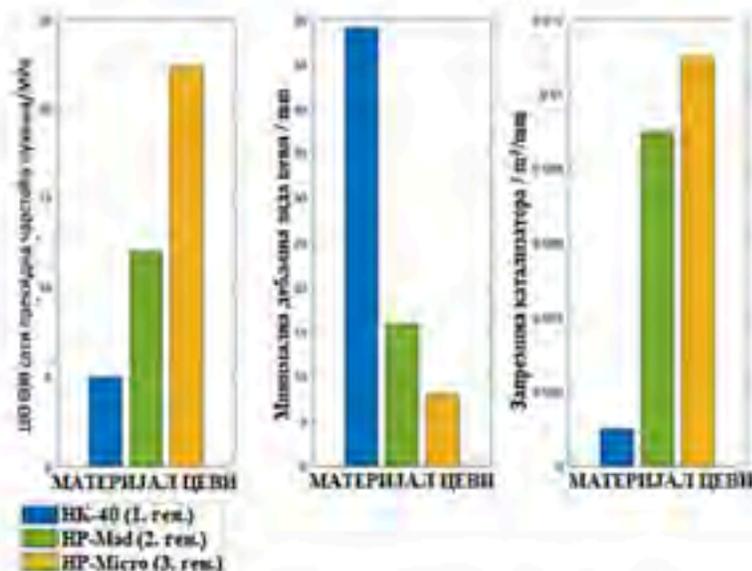


Слика 2.2. Поређење средње вредности прекидне чврстоће пузања после 100.000 сати за три генерације легура реформера [25,32,33,47]

За сваку нову генерацију легура, утврђено је да се средњи напон прекидне чврстоће пузања приближно удвостручно на свим температурама, омогућавајући услове рада који се тренутно користе.

Повећање века трајања материјала цеви при већим напонима је веома значајно, посебно зато што омогућава повећање радних температура истим накнадно смањење дебљине зида цеви.

Значајно повећање вредности прекидне чврстоће пузања, приказано на слици 2.3, омогућава повећање запремине катализатора кроз склопове реформатора, што резултира побољшаним протоком.



Слика 2.3. Поређење средње вредности прекидне чврстоће пузања; минималне дебљине цеви и максимално дозвољене запремине катализатора [21,26,32-34,36,48]

2.2. Механизми оштећења

Током експлоатације цеви за пиролизу етилена долази до пада механичких и микроструктурних карактеристика материјала, што доводи до смањења носивости, акумулације различитих оштећења или на крају до лома цеви. Према препорукама Америчког института за нафту (*American Petroleum Institute - API*), цеви се пројектују за номинални век трајања од 100 000 сати (11,4 године). Међутим, у зависности од стварних радних услова, квалитета материјала и дејства разних механизма оштећења (корозија, замор, пузање, ерозија, итд.), век трајања цеви може варирати од 30 000 до 180 000 сати.

Најчешћи механизми оштећења код цеви за пиролизу етилена укључују [48]: формирање кокса; термички замор; прегревање; крти дом; ерозија; пузање; оксидација; нитрација; цементација; дехромизација и људски фактор.

2.2.1. Формирање кокса

Кроз цеви парног реформера пролази гасна смеша под притиском, а горњоничи загревају гасове на високе температуре кроз зидове цеви. Хемијски састав процесног флуида, посебно однос паре и угљоводоника, игра кључну улогу у смањењу животног века цеви, јер је вишак угљоводоника познат узрок таложења кокса [49].

У циљу смањења таложења кокса, неки произвођачи етилена користе различите адитиве. Сировине на бази етана или пропана, којима се додају компоненте које садрже сумпор (нпр. водоник-сулфид, диметил сулфид или меркптани), разлажу се на елементарни сумпор. Овај сумпор конвертује оксиде у сулфиде и/или формира заштитни сулфидни филм на металној површини. Поред сумпорних адитива, нитенирани су и калиј-

силицијум, органски фосфор и силицијум/сумпор + диметилдисулфид за смањење таложења кокса. Таложење кокса има за последицу повећање дебљине зида цеви. Слојеви кокса могу достићи дебљину и до 20 mm до краја рада пећи, што смањује пренос топлоте кроз зид цеви у процесни флуид. Између нормалног рада цеви и процеса декоксовања цеви долази до повремених температурних скокова. Температурни коефицијент ширења цеви је већи од температурног коефицијента ширења кокса, што има за последицу температурни скок и одвајање кокса од зидова цеви. Кокс је веома тврд па се у процесу одвајања кокса јављају велика затезна оптерећења у металу цеви.

Излагањем цеви радним условима (висок притисак флуида који пролази кроз цев, и повишена температура) долази до пада механичких особина материјала. Отпорности цеви на деформацију се смањује, вредност затезне чврстоће се смањује, тврдоћа материјала се повећава [14,42,50] и то све узрокује губитка еластичности материјала. Смањена еластичност услед дејства високе температуре и високог притиска доводи до појаве пластичних деформација и убрзаног отказа система.

2.2.2. Термички замор

Пећи за пиролизу етилена се периодично заустављају ради инспекције система, услед квара система и због потреба процеса декоксовања. У том процесу, цеви у пећи се хладе заустављањем производње и поново загревају до радне температуре. Метали се шире при загревању и скупљају при хлађењу, што узрокује да су компоненте циклично изложене оштећењу услед различитог термичког ширења. Велике температурне промене узрокују термички замор материјала, што може довести до превременог отказа система [5,41,51-60]. Ове прелине имају карактеристичан изглед познат као „пуцање земље“, где су прелине оријентисане у различитим смеровима и гранају се.

Металографске карактеристике које идентификују нискоциклични термички замор укључују више тачака иницијалног пуцања које се спајају у главну прелину, попречни лом и транскристални лом.

2.2.3. Прегревање

Прегревање настаје када су материјали изложени температурама изнад пројектованих граница. Разликују се дуготрајно и краткотрајно прегревање. Дуготрајно прегревање може трајати месецима и карактерише га лом са минималном локализованом деформацијом (наслоге, локална топла места, итд.) [61]. Краткотрајно прегревање може се десити у року од неколико сати, обично када цев остане без радног флуида. Прегревање доводи до микроструктурних промена, смањења механичких својстава и на крају до лома цеви.

Прегревање или локалне промене температуре понекад настају услед неправилног рада горнионика. Горнионици су распоређени са обе стране цеви како би се обезбедила равномерна температура. Ако горнионик ради неправилно, било слабије или јаче, долази до кривљења цеви. У таквим случајевима, испупчени део цеви се приближава горнионик, што знатно повећава затезно оптерећење на том месту и ствара услове за настанак прелина. Те прелине постају директно изложене високотемпературној оксидацији, што доводи до слабљења границе зрна и стварања интеркристалних прелина. Прегревање може довести до скраћења радног века цеви и отказа, као што је уочено у раду Урибе (*Uribe*) и његових коаутора [62] (слика 2.4).



Слика 2.4. Уторин цеви након 70 000 сати рада код којих је дошло до појаве уздужних пукотина [62]

Прегревање може узроковати и таложење секундарних карбида у аустенитној основи, што смањује живљивост материјала и процентуално издужење. Излагање високим температурама може смањити дуктилност код неких легура и до 80 % у односу на полазно стање легуре.

Услед излагања температурама од 900 и 1000 °C уочено је да се излучују карбиди у виду финих честица унутар дендрита. Повећањем температуре на 1100, 1200 и 1250 °C смањује се садржај карбида унутар дендрита, и груби комади карбида дуж границе дендритског зрна добијају зрнасти облик. Хемијски састав карбида унутар и дуж граница зрна дендрита углавном садржи *Cr*, *Nb* и *C*. При излагању легуре *HP40Nb* температурама нижом од 1100 °C не мења се значајно укупни запремински удео карбида унутар и дуж границе зрна дендрита. Међутим, повећањем температуре преко 1100 °C долази до смањења запреминског удела карбида, а при температури од 1250 °C укупни запремински удео карбида унутар и дуж граница дендрита се смањује за 14,3 %, што може бити резултат растварања карбида. Због презасићености аустенитне основе угљеником, када се легура *HP40Nb* излаже повишеним температурама, долази до излучивања угљеника из карбида и легирања са ниобнијумом или хромом. Са даљим повећањем температуре на 1250 °C смањење запреминског удела карбида дуж граница зрна дендрита се може објаснити теоријом фазних прелаза. Карбиди се растварају у легури и на тај начин изазивају смањење садржаја карбида. Промена садржаја карбида се може приписати динамичкој равнотежи између растварања и раста карбида, и услед дифузије угљеника.

Група аутора [14] испитивала је прекидну чврстоћу лузања до којег је дошло након што су цеви биле изложене краткотрајном прегревању након половине свог пројектованог радног века. Након прегревања изведено је испитивање затезањем на собној температури цеви која на себи нема видљиве знаке оштећења. На основу добијених резултата уочен је благи пад затезне чврстоће горњег и средњег дела цеви, као и значајни пад издужења цеви услед старења због дуготрајног излагања радној температури. У микроструктури код цеви на којој је дошло до прегревања и настанка преломе уочени су карбиди M_3C_2 око којих се формирају шупљине, док основа са фином структуром M_3C_2 карбида на граничној површини остаје непромењена. Велике шупљине се формирају око примарних M_3C_2 карбида са грубом структуром, док карбиди M_3C_2 са фином структуром не доприносе стварању шупљина. Карбиди M_3C_2 са веома фином структуром се

трансформишу у $M_{23}C_6$, док се примарни карбиди издвајају у облику структуре „кinesког писма“. Анализом преосталог радног века цеви применом *Larson-Miller*-овог параметра закључено је да је радни век након излагања радној температури од 1050 °C знатно скраћен (70 сати).

Перез (*Perez*) и сарадници [42] испитивали су краткотрајно прегревање и закључили да, иако су цеви изложене високим температурама, оне и даље задржавају отпорност на пузање.

2.2.4. Крти лом

Крти лом представља лом материјала без присуства пластичне деформације, који се дешава изненада, без претходних промена у микроструктури материјала. Лом може да се простире кроз зрна или дуж њихових граница. Генерално, крти лом се јавља кроз зрна (транскристални или трансгрануларни лом), док код метала високе чврстоће прелина може да се шири дуж граница зрна (интеркристални или интергрануларни лом). Транскристални лом је познат и као лом цепањем [61].

Крти лом почиње нуклеацијом пукотина на местима где је ометено клизање дислокација, као што су области са честицама талога или границе зрна. Пошто зрна имају различиту оријентацију, прелине се шире гранањем у виду степеница при преласку преко граница зрна. Ове новонастале површине прелина се касније спајају у једну, формирајући карактеристичан изглед познат као „ток реке“. Површине настале цепањем се називају „фасете“. Крти лом производи равне фасете, што указује на то да је до лома дошло цепањем.

Иако крти лом није карактеристичан за аустенитне ливене цеви од *HP40Nb* легуре, у одређеним радним условима може доћи до појаве оваквог типа лома.

Аутори [63] су открили да крти лом узорака цеви узетих из експлоатације настаје услед оксидације. Због значајне оксидације, ефективна површина попречног пресека, која је важна за носивост се смањила.

Карака (*Karaka*) [64] је анализирао цеви из експлоатације након испитивања затезањем при собној температури и открио да дуготрајно излагање легуре *HP40Nb* високим температурама доводи до излучивања талога на границама зрна и интергрануларног лома. Механичке особине узорака су значајно деградирале услед повећања количине талога и количине секундарних карбида, што је условило крти лом.

Алвино (*Alvino*) и сарадници [41] су такође потврдили крти лом након испитивања затезањем узорака цеви узетих из експлоатације, што указује на неповољан утицај радних услова на механичка својства. Реј (*Ray*) и сарадници [42] су у свом истраживању такође уочили крти лом приликом испитивања механичких својстава и узрока лома цеви из експлоатације.

Гуо (*Guo*) и сарадници [65] су анализирали микроструктуру и механичке особине наугљеничених цеви од легуре *HP40Nb* из експлоатације. Утврђено је да цеви за пиролизу етилена постају крте због високих температура, што је повезано са излучивањем карбида и формирањем секундарних карбида у плочастом облику, као и појавом микропрелина.

Перез (*Perez*) и сарадници [66] су испитивали две *HP40* легуре различитог састава након експлоатације и уочили су да је легура са већим садржајем хрома и мањим садржајем никла подложнија појави и ширењу прелина између дендрита, што доводи до трансгрануларног кртог лома у аустениту. Ова појава је повезана са одсуством еутектичких карбида M_7C_3 .

2.2.5. Ерозија цеви

Ерозија цеви за пиролизу етилена настаје услед кретања радионог флуида под притиском кроз цеви. Флуид, заједно са ситним честицама које носи, ствара ерозију на унутрашњим зидовима цеви. Ова оштећења, у комбинацији са високим притиском и температурама током експлоатације, доводе до стањивања зидова и потенцијалног отказа цеви [57,67,68].

Узроци ерозије у цевима за пиролизу су:

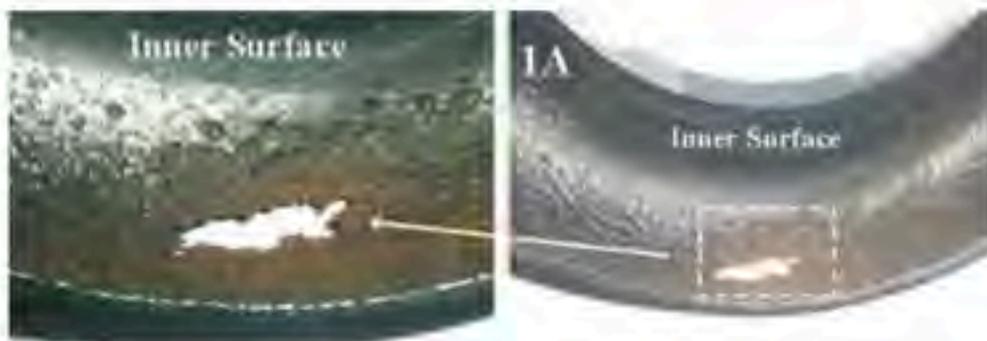
- проток гаса велике брзине: Гасови који се брзо крећу, често садрже честице, могу изазвати континуирани удар на површину цеви.
- чврсте материје: Катализатори, честице кокса или други чврсти загађивачи из сировине могу узроковати абразију унутрашње површине цеви.
- турбулентни ток: Турбулентан или брз проток течности изазива абразивно хабање на површини цеви.
- хемијски састав: Неке компоненте у току процеса могу погоршати процес ерозије када се комбинују са механичким факторима.

Ерозија унутрашњих зидова цеви утиче неповољно јер доводи до разарања заштитног слоја оксида Cr_2O_3 који се формира на површини [69].

Главни фактори који имају утицај на ерозију су [70].

- брзина удара,
- облик честица (еродената),
- величина и тврдоћа честица (еродената),
- проток еродената,
- угао удара еродената,
- карактеристике материјала еродената и материјала који је подлегао ерозији,
- температура.

На слици 2.5 је приказан изглед ерозије на унутрашњем зиду цеви од легуре нискоугљеничног челика *35.8/1 (DIN)* након експлоатације [71], док је на слици 2.6 дат пример спољног изгледа перфорације услед ерозије на цеви од *HK40 (ASTM A351)* [72].



Слика 2.5. Пример ерозије на унутрашњем зиду цеви [75]



Слика 2.6. Цурење на спољној површини ASTM A351 HK40 цеви [76]

Ерозија цеви може бити узрок појаве ерозионе корозије, која такође може водити до отказа цеви [73]. Такође, треба истаћи да код цеви у пећима за пиролизу етилена долази до разугљеничења унутрашње површине цеви. Овакве површине имају смањену отпорност на хабање и чврстоћу чиме цеви постају осетљивије на механичка оштећења изазвана ерозијом, посебно у условима агресивног окружења, као што су високе температуре и присуство честица које врше ударе на површину [35].

2.2.6. Кавитација

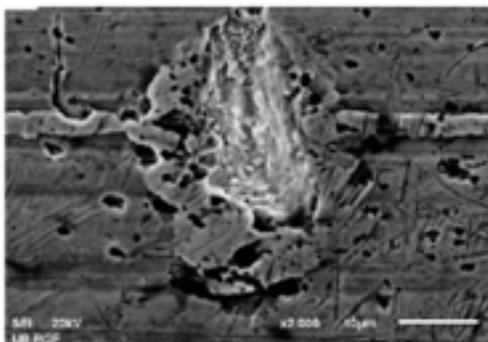
Кавитационо оштећење је такође могуће код цеви за пиролизу етилена. Кавитација је појава формирања мехурића паре или гасова у течности, који у зонама високог притиска стварају ударне таласе и високоенергетске млазове. Емисија ударних таласа и високоенергетских млазова може доћи у интеракцију са оближњим чврстим површинама и довести до оштећења материјала [74-77].

Литературним прегледом [78-81] је константовано да постоји веза између отпорности материјала на кавитацију и: микроструктуре, тврдоће, способности према очвршћавању, пластичности, фазне трансформације изазване деформацијом или напрезањем.

Отпор према кавитацији *Fe-Cr-Ni-C* легуре зависи од низа фактора. Вујун (*Wujun*) и његови сарадници [82] су открили да увођење *Fe* и *Mo* може смањити отпор, док Парк (*Park*) и сарадници [83] су приметили да је отпор према кавитацији опада са повећањем концентрације *Ni*, али се побољшава са повећањем концентрације *Mn*. Купари (*Cuppari*) и његови сарадници [84] су утврдили да легирањем са 1 теж.% *Ni* легурама *Fe-Cr-C-Si* значајно је побољшало отпорност према кавитационој ерозији, док су веће

концентрације никла имале штетан утицај. Они су такође својим истраживањима закључили да кавитациона отпорност материјала, посебно оних који са аустенитном основом и карбидима, је одређена морфологијом карбида и механичким карактеристикама аустенитне фазе.

Исто тако, у раду Тимотијевић и коаутора [85] је испитано кавитационо понашање центрифугално ливене легуре *HP40Nb* отпорне на топлоту у односу на микроструктурне карактеристике. Резултати истраживања су показали да отпорност на кавитацију центрифугално ливене легуре отпорне на топлоту – *HP40Nb*, првенствено зависи од морфологије карбида и механичких карактеристика аустенитне основе. На слици 2.7 је приказана микроструктура узорка легуре *HP40Nb* после дејства кавитације од 60 минута. Запажено је да повећање времена излагања дејству кавитације условљава повећан степен оштећења аустенитне металне основе са већим бројем јамица и одвајање карбида (M_3C_3) из металне основе.



Слика 2.7. SEM микрофотографија узорка легуре *HP40Nb* после кавитације у трајању од 60 минута [85]

2.2.7. Пузање

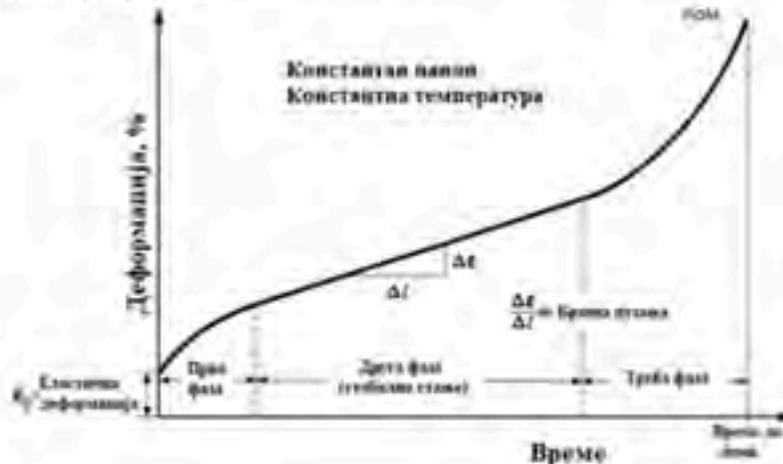
Главни механизам оштећења код цеви за пиролизу етилена је пузање, које настаје услед дуготрајног излагања притиску и високој температури [14,86]. Пузање је процес споре и дуготрајне деформације метала на повишеној температури под константним или споро променљивим оптерећењем, које је мање од напона течења. Услови експлоатације цеви за пиролизу етилена, константан притисак флуида на високим температурама, често узрокују деформације пузањем у цевима парних реформера.

Идеализована крива пузања (слика 2.8) састоји се од три стадијума:

- **Први стадијум:** Примарни стадијум пузања, у којем се одмах по оптерећењу спрувете јавља тренутно издужење. Величина издужења зависи од напона и модула еластичности материјала на датој температури. Деформација се повећава са временом уз континуално опадање брзине деформације. Опадање брзине деформације је последица деформационог ојачавања у материјалу, које настаје услед пораста густине дислокација под утицајем оптерећења [61].
- **Други стадијум:** Секундарни, или стадијум стабилног пузања, карактерише се константном брзином деформације. У овом стадијуму брзине ојачавања и опорављања су избалансиране, па брзина пузања остаје стабилна. Поред пузања

дислокација, активирају се и механизми дифузног пузања и клизања по границама зрна.

- **Трећи стадијум:** Терцијарни стадијум, где се настају оштећена материјала, попут смањена попречног пресека, формирана шупљина и појаве микро и макропукотина. У последњем стадијуму пузања, механизам клизања по границама зрна доминира, доводећи до стварања микрошупљина које се касније шире и формирају пукотине. Микропукотине могу штетити и у ранијим фазама пузања, па чак и током производње елемената, независно од услова експлоатације. Иако на почетку процеса пузања њихов утицај није велики, касније доводе до формирања микро и макропукотина.



Слика 2.8. Идеализована крива статичке деформације

Издужење услед пузања настаје као резултат деловања сопствене тежине цеви и слоја кокса, под утицајем температуре и напрезања на попречном пресеку цеви, при чему су карактеристике материјала од кључног значаја. Познато је да *HP-Micro* легуре без цементације имају мање изражено пузање у односу на *Fe-45Ni-35Cr* легуре. Међутим, цементација доводи до повећања специфичне запремине новоформираних карбида, што изазива унутрашње напрезање и поспешује пузање.

У раду [87] испитивана је деформација услед пузања цементираних ливених легура које су већ биле у употреби, као и материјала цеви са високим садржајем угљеника. Истраживања су показала да је цементација главни узрок повећања лонгитудиналног пузања, чиме се скраћује век трајања цеви.

Сваминатан (*Srinivasan*) и аутори [48] приметили су у својим истраживањима повећање спољашњег пречника цеви као последицу пузања на узорцима узетим из експлоатације. У раду Переза (*Perez*) и колега [16] уочене су микропукотине настале као последица пузања, које се спајају и поспешују ширење пукотина између декарита. У студији [15], где је испитивана легура *HP40*, такође су уочена оштећења у виду густих шупљина услед пузања.

2.2.8. Оксидација

Излагање *HP40Nb* легуре радним температурама доводи до формирања високотемпературне корозије, познате као оксидација. Оксидacionи слој настаје на унутрашњој и спољашњој страни цеви. Иако оксидација у почетку делује као заштитни слој, на повишеним температурама она постаје штетна, јер се њен интензитет повећава с температуром. Заштитни оксидни слој најчешће се јавља на спољној страни цеви у етиленским пећима, где на местима локалног прегревања може доћи до његовог оштећења, што резултује преласком хрома у хромове оксиде. На тим местима кисеоник продире у метал, реагујући са нечистоћама, стварајући зону унутрашње оксидације. Ова зона постаје подлога за формирање гасних мехурова (CO_2 и H_2O) дуж граница зрна или за таложење чврстих оксида силицијума и хрома, који могу довести до стварања нових микрошупљина. Повећање постојећих микропора и стварање нових микрошупљина доводи до слабљења чврстоће материјала унутар ових зона [61].

Што се тиче унутрашње стране зида цеви у етиленским пећима, угљоводоници који пролазе кроз њу заједно са паром, у условима загревања, стварају оксидациону и цементациону средину. У овим условима долази до осиромашења основних елемената легуре, па се испод оксидног слоја на унутрашњем зиду формира зона осиромашена карбидима. Истовремено, концентрација силицијума се повећава, изузев у зонама које су осиромашене карбидима, што се може објаснити продором силицијума током раста карбида. У зонама осиромашеним карбидима повећава се садржај никла и гвожђа, док се садржај хрома, силицијума и мангана смањује услед оксидације[30].

Салвиера (*Salveira*) и др. [88] су истраживали цев која је била у експлоатацији, испитујући утицај оксидних слојева формираних на спољашњој страни. Открили су да се дебљи оксидни слојеви (састава SiO_2 , Cr_2O_3 , + $MnCr_2O_4$, $NiFe_2O_4$ + Fe_3O_4) јављају на местима изложеним вишим температурама, попут зона код горњоника. Такође су утврдили да оксидни слој смањује магнетичност цеви, јер *HP40Nb* легура, иначе магнетична, губи свој магнетни одзив са повећањем дебљине оксидног слоја. Исти закључак донела је и група аутора [89-90] која је испитивала две цеви изложене различитим температурама. Наглашено је да дебљину оксидног слоја на спољашњем зиду треба узети у обзир приликом контролног прегледа пећи.

У раду [89] такође је утврђено да оксидни слој негативно утиче на својства цеви. На унутрашњој страни цеви формиран су оксиди алуминијума, титанијума и ниобијума, док су на спољашњој страни формиран оксиди хрома и мангана, као и у студији Кеу (*Keu*) [92]. Након 500 сати излагања температури од 800-1150 °C [91], примећено је присуство оксида на бази Si , CrO_2 оксида који садрже различите хемијске елементе, као и $CrSi_3O_4$. У каснијим фазама оксидације легуре, формирају се нове фазе у подповршинској зони, нарочито на местима где је био присутан хромов карбид. Неке од ових фаза су азотизовани хром-оксид на дубини до 100 μm и азотизовани хром на дубини од 150-250 μm од површине легуре.

2.2.9. Нитрација

На спољашњој површини цеви за пиролизу етилена, поред оксидације, на високим температурама долази и до нитрације. Изнад 1100 °C формирају се нитриди на спољашњем зиду, при чему азот пролази кроз оксид и реагује са хромом, таложећи нитриде. Овај процес често започиње трансформацијом карбида у карбонитриде

$M_2(C,N)$, $M(C,N)$ и $M_6(C,N)$, који се формирају са апсорпцијом хрома и азота [93]. Промене у материјалу изазване нитрацијом и цементацијом су сличне: оба процеса доводе до таложења у унутрашњости и осиромашења основне легуре хромом. Формирање нитридног слоја смањује магнетичност *HP* легура.

Наоја (*Naoya*) [94] је испитивао утицај нитридног слоја који се образовао на спољашњем зиду цеви као одговор система при испитивању наугљеничења методом вртложних струја са магнетним језгром облика С (С-језгро). Утврђено је да нитридни слој такође смањује магнетичност цеви.

2.2.10. Наугљеничење

У процесу производње етилена, цеви подлежу наугљеничењу (цементацији или карбуризацији), што представља озбиљан проблем у етиленским пећима. Овај феномен се јавља услед високих температура на којима се цеви загревају (до 1150 °C) и високог угљеничног потенцијала из сировина као што су етан, пропан и нафта. Проблем наугљеничења датира од средине 1980-их, када је почела примена легуре *HK40*, и данас је један од најчешћих узрока замене цеви.

Наугљеничење се јавља ближе унутрашњој површини цеви, где велики угљенични потенцијал изазива дифузију угљеника у материјал. Угљеник реагује са хромом и другим елементима, формирајући нове карбиде или повећавајући постојеће. Ова трансформација карбида подразумева хемијске и морфолошке промене, што може довести до њиховог раста и спајања, а затим и фазне трансформације. Таложење карбида повећава запремину, мења коефицијент термичког ширења у зони наугљеничења и чини цеви кртим. Дуктилност се смањује, а унутрашњи напони расту, што негативно утиче на својства пузања и способност цеви да издрже термичке циклусе. Наугљеничење доводи до смањења дуктилности и стварања микропорелина услед раздвајања граница зрна, узрокованих унутрашњим напрезањима.

Лиан (*Lian*) и коаутори [95] анализирали су 17 каталитичких цеви од легуре *Fe-35Cr-45Ni-Nb+MA* и 34 цеви од легуре *Fe-25Cr-35Ni-Nb+MA*. Њихова анализа је показала да је, код *Fe-25Cr-35Ni-Nb+MA* цеви са радним веком од 4-7 година, 8 имало угљенични слој који прелази 60 % дебљине зида. С друге стране, једна цев од *35Cr45NiNb+MA* са радним веком од 9 година такође је показала угљенични слој дебљи од 60 %. Стивенс (*Stevens*) и његови сарадници [96] истражили су методе неразајаућег испитивања наугљеничења цеви. Успешно су применили различите методе: испитивање тврдоће, рендгенске дифракције (*XRD*), скенирајуће електронске микроскопије (*SEM*) и светлосне микроскопије за процену степена наугљеничења.

Мек Леод (*McLeod*) и његови коаутори [93] анализирали су степен наугљеничења у случају цеви од легуре *HP40mod* применом вртложних струја. У раду је потврђена применљивост вртложне струје за процену степена наугљеничења. Аутори су уочили три значајне промене у микроструктури испитиваног материјала: трансформацију карбида $M_{23}C_6$ у M_7C_3 ближе унутрашњем зиду цеви, трансформацију $M_{23}C_6$ у $Cr_2(C,N)$ на спољашњем зиду и трансформацију *NbC* карбида у η фазу (*MeC* карбид) од половине зида до неколико милиметара од спољне површине.

2.2.11. Дехромизација

Дехромизација, односно процес осиромашења хромом, јавља се унутар зида цеви, вероватно услед дифузије хрома ка спољној површини ради формирања слоја оксида богатог хромом. Да Силвеира (*Da Silveira*) и сарадници [5] анализирали су цеви од *HP* легуре легиране *Nb* и *Ti* након 90 000 сати рада и идентификовали су микроструктурне промене у аустенитној основи као последицу дехромизације. Воицу (*Voicu*) и остали аутори [91] испитивали су зону осиромашену хромом код две *HP40* легуре различитих произвођача након старења, уочивши дебљину зоне дехромизације од 150-200 μm . У овој зони су приметили светле и тамне честице, при чему су тамне дефинисали као талог богате *Si*, а светле као талог карбида са *Nb* и *Cr*. Процес дехромизације у цевима израђеним од *HP40* легуре има значајан утицај на микроструктуру и механичка својства током њихове експлоатације. Овај процес доводи до опсежних промена у микроструктури, укључујући формирање фаза богатих хромом које осиромашују аустенитну основу са хромом [65,93]. Током дужег периода рада, примарни карбиди постају крупнији и формирају континуиране мреже, док се секундарни карбиди таложу унутар дендрита [65]. Ове промене доводе до повећања границе течења, али смањења затезне чврстоће, дуктилности и жилавости на собној температури, као и до смањења чврстоће на пузање при високим температурама [65]. Смањење садржаја хрома може бити значајно, чак и до 4 % *Cr* на унутрашњем зиду цеви, што резултира трансформацијом карбида $M_{23}C_6$ у M_7C_3 и *NbC* карбида у μ -карбид [93]. Ове промене узрокују смањење прекидне чврстоће пузања и скраћење века трајања при пузању, иако дуктилност при пузању може бити повећана.

2.2.12. Људски фактор

На основу досадашњих студија уочено је да је људска грешка одговорна за више од 80% отказа у хемијској и петрохемијској индустрији [98]. Грешке које настају као последица људског фактора могу да се класификују у три категорије: грешке које се јављају услед пројектовања и израде цеви, грешке које се јављају током монтаже цеви, и грешке које се јављају у току експлоатације цеви и одржавања система [99].

Када се говори о грешкама које се јављају у пројектовању и изради мисли се на неправилно димензионисање цеви, избор материјала који није адекватан за специфичне услове, и неправилно дефинисање дозвољених напрезања и оптерећења цеви. Услед неадекватне контроле квалитета током пројектовања, а затим и израде цеви, може доћи до присуства микроструктурних дефеката што скраћује радни век цеви.

Током монтаже цеви се такође јављају грешке које доводе до каснијих оштећења или лома. Употреба неодговарајућих материјала за заптивање, неправилно изведен процес спајања цеви заваривањем, неправилно подешавање топлотне изолације на потребним деловима, су неки од узрока појаве оштећења. Поред тога до погоршања интегритета целог система долази и услед недовољне обуке људи и несавесног праћења процедура монтаже.

Један од честих облика утицаја на отказ и скраћење радног века цеви је неправилно руковање системом. Неретко је случај да се у пећима за пиролизу етилена догоди прекорачење дозвољених температура или притисака, одсуство редовних инспекција или пак занемаривање оштећења (пукотина или деформација цеви), што директно води до убрзаног отказа цеви.

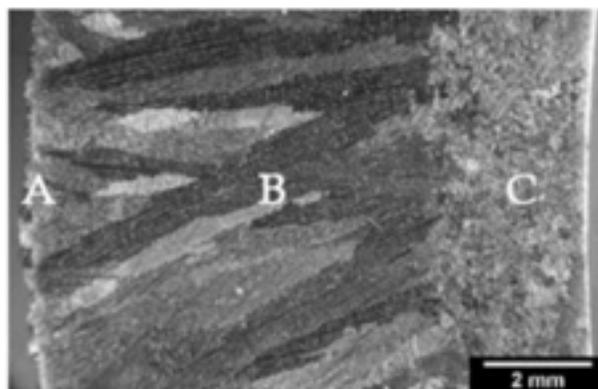
Поред наведених група грешака које се јављају као последица људског фактора, треба напоменути да до грешака и оштећења може доћи и услед пропуста у вођењу тачне и ажуриране документације о претходним интервенцијама на цевоводима.

На основу претходно наведеног, исправно функционисање пећи зависи од правилног избора материјала цеви, ефективних конструкционих решења и благовременог откривања потенцијалних оштећења. Потребно је редовно изводити прегледе пећи у планираним интервалима, посебно након искључивања пећи из рада и током процеса декоксања. Стабилан рад система обезбеђен је благовременим прегледима и квалитетном и правовременом заменом коришћених цеви.

2.3. Микроструктура

2.3.1 Макроструктура

Уобичајена макроструктура попречног пресека центрифугално ливених цеви за пиролизу приказана је на слици 2.9 [38]. На макро-пресеку уочавају се три врсте зрна: мала равноосна зрна оформљена на спољашњем пречнику (А), стубаста зрна која се радијално шире ка средњем зиду (В) и равноосна зрна на унутрашњем пречнику (С). Облик и величина зрна зависе од параметара ливења, односно температуре изливања растопа, материјала калупа и брзине ротације калупа. Цеви са потпуно стубастим зрнима могу настати ако је брзина хлађења велика. Нечистоће и инклузије се издвајају у близини унутрашњег пречника цеви услед центрифугалних сила које настају током ливења [100-102].

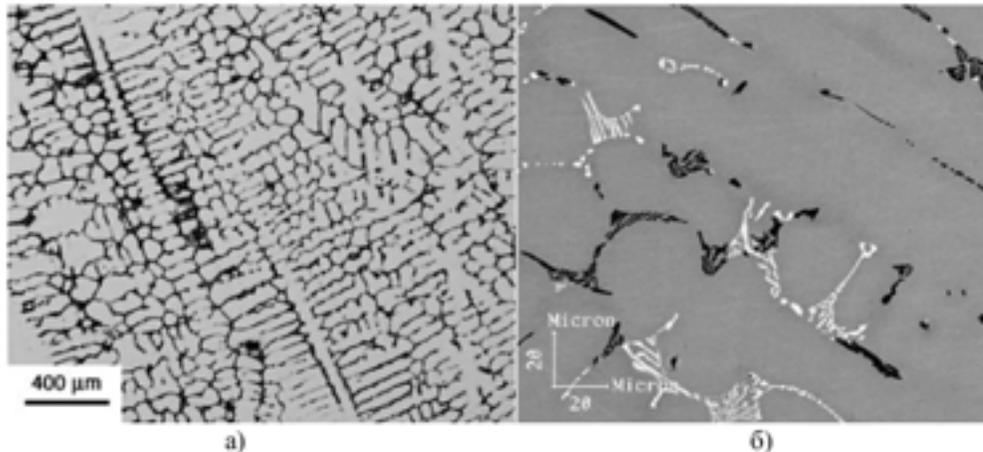


Слика 2.9. Макроструктура попречног пресека центрифугално ливених цеви од HP 40 легуре [38]

2.3.2. Микроструктура у ливеном стању

Микроструктура центрифугално ливених легура серије HP је сложена [103]. У ливеном стању микроструктура ових легура састоји се претежно из γ -чврстог раствора (> 90%), и карбида на бази хрома и ниобијума, као и интерметалних фаза насталих током рада на високој температури које садрже Cr, Ni, Nb, Si, и Fe у свом саставу [36,104-110].

На слици 2.10 приказана је карактеристична структура легуре *HPNb* у ливеном стању примененом светлосне и скенирајуће електронске микроскопије. Микроструктура у ливеном стању се састоји из аустенитне основе у облику дендрита, на чијим границама зрна се налазе примарни карбиди хрома (Cr_7C_3) и ниобијума (NbC). Карбиди хрома изгледају тамно сиви, док карбиди ниобијума изгледају бели због разлике у атомском броју хрома и никла, као што се види на слици 2.10б [104].



Слика 2.10. LM и (б) BSEM микроструктура легуре *HPNb* у ливеном стању [104]

2.3.3. Примарни и секундарни карбиди

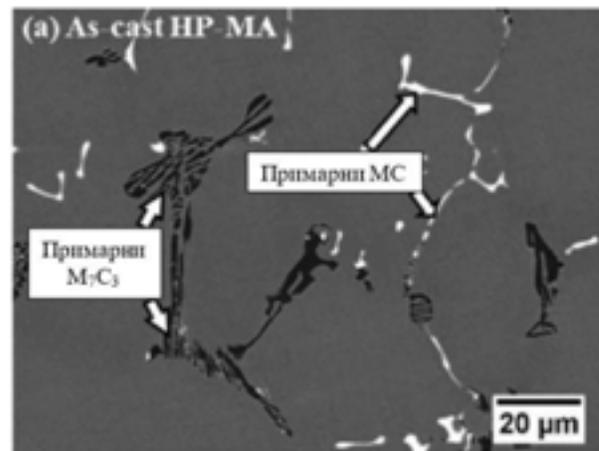
Различити карбиди се таложе у *HP* легурама током очвршћавања [36,41,50,109,111,112-121], а њихова природа и структура се развијају током дугог третмана старења [36,39,47,90,94,104,112,122-124]. Разликују се карбиди и карбонитриди различитих врста, нпр. M_7C_3 , $M_{23}C_6$, MX , M_2X и M_6C , где M означава металне атоме, а X означава C и/или N . MX фаза се формира са Nb , Ti , Ta , V или Zr , и може бити интергрануларна или интрагрануларна. $M_{23}C_6$, M_7C_3 и M_2X су фазе богате Cr које такође садрже Fe и Ni [125]. MC карбиди – еутектички M_7C_3 се углавном формирају на границама зрна током очвршћавања, док се $M_{23}C_6$ таложи унутар зрна ако је угљеник презасићен у γ аустенитној основи [126]. Друге фазе, као што су нитриди или силициди, такође могу бити присутни у структури [36,47,104,108,112,118].

Међутим, иако је формирање карбида током очвршћавања и накнадног хлађења образложено у суперлегурама на бази Ni и често је утврђено да прати секвенцу $MC-M_7C_3-M_{23}C_6$, идентификација карбида у *HP* легурама у стању ливења довела је до различитих закључака. Примарни карбиди су означени као M_7C_3 за легуре без Nb , M_7C_3 и MC за садржај Nb око 1% и $M_{23}C_6$, као и MC за већи садржај Nb (~ 2%) [112,121]. Према Де Алмеида Соарес (*De Almeida Soares*) [112], MC преференцијално троше угљеник у односу на хром карбиде, при чему се количина ових других смањује додавањем Nb . Осим тога, будући да M_7C_3 садржи већи удео угљеника од $M_{23}C_6$ (30 ат.% у поређењу са 20,7 ат.%), смањење доступног угљеника након таложења MC могло би да подстакне формирање $M_{23}C_6$ на рачун M_7C_3 .

a) Карбид M_7C_3

Карбиди типа M_7C_3 се формирају током очвршћавања легуре и стога су присутни у ливеном стању, образују континуалну мрежу у међудендритним просторима унутар аустенитне основе (слика 2.11). Ови еутектички карбиди имају фину ламеларну морфологију ($\leq 5 \mu\text{m}$) и богати су хромом, иако могу садржати и знатне количине железа и никла (до 5-9% Fe и 1-2% Ni) [111-114]. Чен (Chen) и коаутори [115] проучавали су ове карбиде у челицима чији је хемијски састав сличан испитиваном материјалу и приписали су јој компактну хексагоналну кристалну структуру. Међутим, неколико студија о *HP* легурама открили су да је структура карбида M_7C_3 орторомбична [114,126,127].

У температурном опсегу којем су цеви изложене, карбид M_7C_3 није термодинамички стабилан, и током рада се може трансформисати у $M_{23}C_6$.



Слика 2.11. BSE микрофотографија *HP-Mod* легуре у ливеном стању, изглед примарних карбида богатих са хромом типа M_7C_3 и *MC* карбиди богати са (Nb,Ti) [115]

b) Карбид типа $M_{23}C_6$

Карбид типа $M_{23}C_6$ није присутан у стандардним *HP* легурама у ливеном стању. У микроструктури након експлоатације, карбиди типа $M_{23}C_6$ појављују се трансформацијом из M_7C_3 . Карбиди настали током рада цеви на повишеним температурама трансформацијом из примарних карбида, називају се секундарни карбиди. Секундарни карбиди могу имати различите морфологије. Различити аутори су приметили коегзистенцију финих кубних и игличастих честица унутар легура *HP* типа након старења на температурама између 700 и 1050°C [112,113,126,128].

Таложење карбида $M_{23}C_6$ на кристалним дефектима је установљено у аустенитним и феритним легурама, посебно на границама зрна, границама двојника и дислокацијама које представљају енергетски повољна места за њихово настајање [126].

У случају модификованих *HP* легура, карбид $M_{23}C_6$ може настати у процесу очвршћавања. Овај феномен је посебно примећен у случају легура које садрже елементе као што су ниобијум и титанијум. Током процеса ливења, примарни карбиди типа *MC*,

богати са ниобијумом и титанијумом формирају се на високим температурама разлагањем карбида хрома. Однос C/Cr се тиме смањује и доводи до стварања примарних карбида типа $M_{23}C_6$ [111,112,122,128,129].

Таложење секундарних карбида $M_{23}C_6$

Једна од значајних карактеристика *HP40* је секундарно таложење карбида $M_{23}C_6$ унутар аустенитних зрна током експлоатације, тј. након излагања на температурама вишим од $650\text{ }^{\circ}\text{C}$. Бекит (*Beckitt*) и његови сарадници [130] су доказали да се у нерђајућем челику $\sim Fe-18Cr-10Ni-0,2C$ изложеном до 200 сати на 650 или $750\text{ }^{\circ}\text{C}$, формирају $M_{23}C_6$ карбиди у облику кубних кохерентних талоба. Вен-Таи (*Wen-Tai*) [22], проучавајући легуру *HK* између 900 и $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, приметили су одсуство секундарних карбида веома близу граница зрна, док су кохерентни кубни талоби $M_{23}C_6$ пронађени у унутрашњости зрна. На $750\text{ }^{\circ}\text{C}$, примећено је равномерно таложење кохерентног игличастог $M_{23}C_6$. До сличних закључака су дошли [2] и Родригез (*Rodríguez*) и коаутори [6] у својим истраживањима за случај легуре $\sim Ni-0,4C-1Si-1Mn-33Cr-20Fe-0,5Nb$ изложеној 168 сати на $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ [6]. Коизментни резултати су објављени за *HP* легуре, тј. интрагрануларно секундарно таложење карбида $M_{23}C_6$ након старења на карактеристичним радним температурама [91,112,118,121]. Кохерентни $M_{23}C_6$ карбиди су такође присутни у легурима типа *HK* након старења $\sim 60\ 000$ сати на $890\text{ }^{\circ}\text{C}$, иако би легура обogaћена *Nb* садржала мање талоба [111].

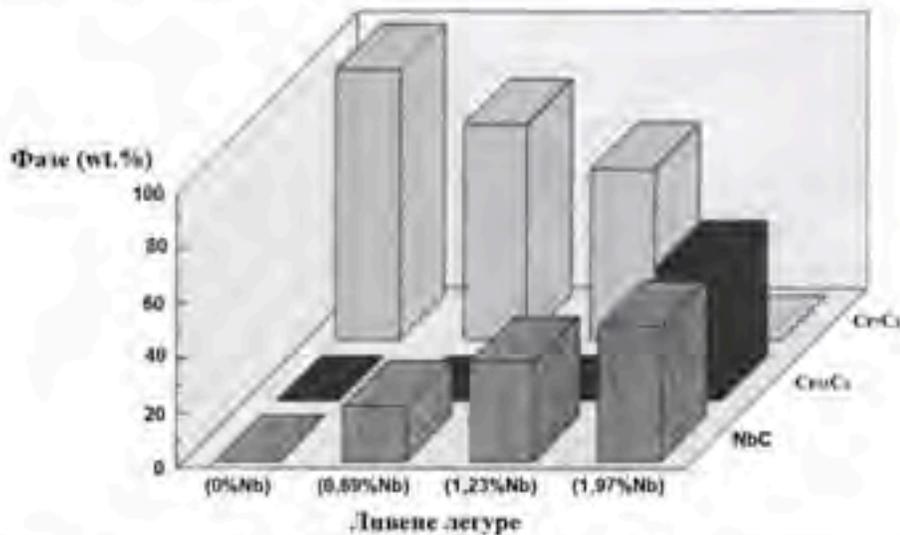
с) Карбиди типа *MC*

Ниобијум је елемент који се врло често среће у хемијском саставу *HP* легура. Потврђено је да легирање са ниобијумом има повољан утицај на својства отпорности на деформацију у режиму пузања, а самим тим и на век трајања *HP* легура [112,116]. Присуство ниобијума у *HP* легури проузрокује промену у линеној микроструктури јер фаворизује таложење *NbC* карбида, а не Cr_7C_3 хром карбида. Многи аутори су проучавали утицај ниобијума на микроструктуру *HP* легура и приметили су присуство примарних карбида типа *NbC* на границама зрна (слика 2.11) и међудендритским просторима који су присутни заједно са Cr_7C_3 карбидима [111,112,113,122,123]. Његова висока тачка топљења и значајна слободна енталпија формирања (видети слику 2.12) доводе до тога да се *NbC* талоби у аустениту пре осталих карбида током очвршћавања легуре [131,132].



Слика 2.12. Дијаграм слободне енталпије таложења различитих карбида у функцији температуре [124].

С обзиром да ниобијум има висок афинитет према угљенику, запремински удео примарног карбида NbC повећава се заједно са порастом садржаја ниобијума у легури. Другим речима, висок садржај ниобијума у легури доводи до образовања Cr_2C_6 на рачун смањења садржаја карбида Cr_7C_3 током ливења [104,112,113,128] (видети слику 2.13).



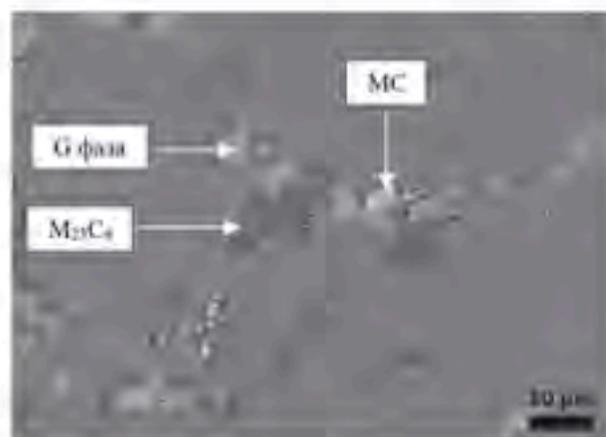
Слика 2.13. Дијаграм који представља утицај садржаја ниобијума на запремински удео примарних карбида у ливеном стању [112].

2.3.4. Интерметалне фазе

G фаза

Таложење других често непожељних фаза, од којих се најчешће појављује такозвана G фаза, се јавља при трансформацији примарних карбида типа MC богатих са ниобијумом током дуготрајног старења. G фаза је стехиометријско једињење опште формуле $X_nM_6Z_7$, где су X и I прелазни метали, а Z је хемијски елемент четврте групе периодног система елемента [131,133]. С обзиром на састав легура HK и HP , највероватнији састави за G фазу могу бити $Ni_{10}Mn_6Si_7$ или $Ni_{10}Nb_6Si_7$ [6,104,111,115,118,134–136]. Никел може бити делимично замењен са Fe , а Si са Cr [112,115,136]. G фаза се образује на температурама између 500 и 1050 °C, у зависности од случаја [36,132,137,138]. Образовање G фазе смањује садржај ниобијума у MC карбидима, док истовремено угљеник дифундује у аустенитну основу, што доводи до таложења секундарних карбида $M_{23}C_6$. [119].

Према литератури, G фаза се најчешће формира на границама зрна, као што је приказано на слици 2.14. Ипак, код легура изложених веома дугом процесу старења, може се таложити и унутар зрна, у оквиру дендрита [139].



Слика 2.14. BSE SEM Микроструктура *HP* легуре након експлоатације [140]

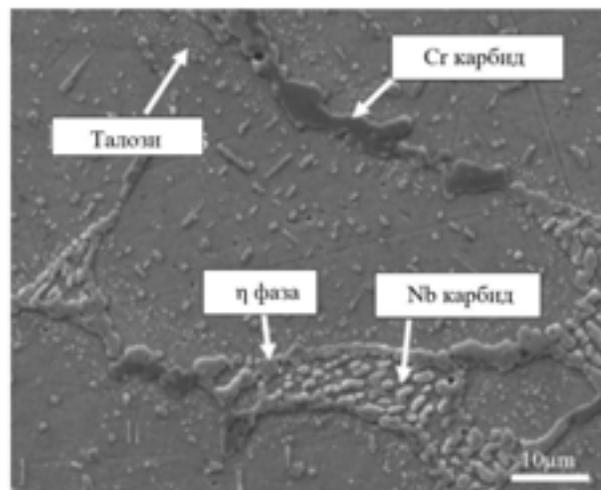
Као што је већ доказано [137], у структури легуре током експлоатације, где је дошло до процеса старења, преостало је само неколико *MC* карбида, пошто су се они прогресивно трансформисали у *G* фазу (слика 2.14 BSE SEM микроструктура). EDS анализом одређен је просечан хемијски састав веома близак саставу *G* фазе у *HP* легурама, $Ni_{10}Nb_{80}Si_7$ [137].

Ако је повећан садржај силицијума у легури онда је образовање *G* фазе убрзано зато што силицијум има тенденцију ка сегрегацији у близини *MC* карбида, *G* фаза се не образује изнад температуре солвуса од $-1000-1050$ °C [36,118,137]. Неколико студија су објавиле да присуство кисеоника у легури поспешује образовање *G* фазе у легурама *BK* [134] или да би веома мали додаци титанијума спречили њено формирање [104].

η фаза

Ово је случај *M₆C* карбида познатог као η фаза, која се такође формира након дугог излагања високој температури [91]. Кеник (*Kenik*) и сарадници [107] су у истраживањима открили присуство η фазе у *HP* легури после старења на 1000 °C. *G* фаза, пошто је богата са *Nb* и *Si*, а прилично сиромашна са угљеником, по саставу је врло слична η фази богатој силицијумом који се налазе у другим нерђајућим челицима.

Пример изгледа η фазе и различитих карбида је дат на слици 2.15.



Слика 2.15. SEM микроструктура узорка легуре *HP40Nb* након процеса старења после 900h [139]

Нитриди

Нитриди се могу образовати у *HP* легурама зато што азот може бити присутан у *HP* и сродним легурама, било да потичу из производног процеса или од нитрирања након излагања високим температурама у атмосфери богатој азотом (нпр. ваздух или гасови сагоревања) [139].

На пример, такозвана *Z* фаза, која је нитрид опште формуле $Cr_2Nb_2N_2$ (или $CrNbN$, али јединична ћелија заправо садржи шест атома), може да се формира у аустенитном или мартензитном челику [141]. Атомска места могу бити делимично супституисана са *Fe*, *Mo* или *B*, дајући на пример $Cr_2(Nb,B)_2N_2$ [142].

Z фаза је откривена након 1 сат на 1027 °C у челику $\sim Fe-18Cr-12Ni-0,2b-0,1N-0,01C$ [143]; или између 700°C у року од ~10 сати и 1000 °C у року од ~0,5h, у $\sim Fe-21Cr-10Ni-0,3Nb-3Mo-4Mn-0,4N-0,05C$ челику [144]. *Z* фаза се таложу дуж граница зрна, двојника или дислокација, у облику фино диспергованих иглица [143,144].

3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛНА ПРОЦЕДУРА

Легура *HP40Nb* због своје добре отпорности на пузање и добрих механичких својства при раду на високим температурама проналази велику примену у петрохемијској индустрији. Цевни катализатори које су постављене као цевне змије, налазе се у пећи за пиролизу етилена и израђене су од легуре *HP40Nb*.

У циљу унапређења квалитета материјала од којих су израђени цевни снопови етиленских пећи тј. пећи за пиролизу бензина. ХИП Петрохемија из Панчева је обезбедила сегменте нове цеви од *HP40Nb* легуре (легура *HP40-0,63%Nb*) и сегменте цеви који су били у експлоатацији више од 100 000 сати (легура *HP40-1,5%Nb*) за експериментални део ове докторске дисертације.

Примећено је да током процеса пиролизе, долази до изненадног квара цеви који је резултат различитих механизма оштећења [9]. Прекорачење радних температура погодује процесу интензивног наугљеничења и појачаном таложењу кокса. У случају када се наталожи кокс пожељно је појачати загревање да би се процесу дало довољно енергије. Због тога материјал цеви ради у врло неповољном температурном подручју [11]. Добро је позната чињеница да је главни механизам оштећења којим се скраћује радни век реформаторских цеви пузање. Током нормалних радних услова код реформаторских цеви од *HP40Nb* легуре, оштећење од пузања настаће полако тако да пројектни век протекне безбедно без отказа. Међутим, у пракси често долази до неконтролисаног прегревања цеви и већина је преурањена, што доводи до отказа узрокованим локализованим прегревањем [12,14-18].

Након набавке материјала, веома је важно проверити особине материјала у циљу провере тачности пројектоване тј. дефинисане ознаке са прописаним вредностима датим стандардом. То је условило да се ураде хемијске анализе оба материјала, микроструктурна испитивања и одређивање основних механичких својстава.

3.1. Избор материјала за испитивање

У циљу утврђивања нивоа старења материјала обављена су упоредна испитивања новог и старог материјала тј. центрифугално ливене легуре отпорне на топлоту класе *HP40Nb* узете из пећи *F1-A* за пиролизу.

Под новим материјалом подразумевају се сегменти цеви произведене од легуре *HP40-0,63%Nb* које нису биле у експлоатацији.

Стари материјал су сегменти цеви од *HP40-1,5%Nb* легуре који су били у експлоатацији више од 100 000 сати.

Радни флуид који је пролазио кроз цевне змије је сирови бензин, разблажен паром. Улазна температура флуида у цевне змије је максимум 600°C , а излазна радна температура износила је 870°C . Притисак на улазу у цевну змију је до 2,5 bar, а на излазу из цевне змије је 0,84 bar.

3.2. Хемијски састав

Хемијски састав испитиваног материјала према стандарду *ASTM A608* и стандарду *EN10204 3.1* је приказан у табели 3.1.

Табела 3.1. Хемијски састав испитиваног материјала

Хемијски састав у мас%	<i>HPNb ASTM A608</i>	Сертификат материјала према <i>EN 10204 3.1*</i>
<i>C</i>	0,38-0,45	0,4-0,45
<i>Mn</i>	0,5-1,5	≤1,5
<i>Si</i>	1,5-2,0	1,2-2,0
<i>P</i>	0,03	≤0,03
<i>S</i>	0,5-1,5	≤0,03
<i>Ni</i>	33,0-36,0	32-35
<i>Cr</i>	24,0-27,0	23-27
<i>Mo</i>		≤0,5
<i>Nb</i>	1,5	0,5-1,0
<i>Zr</i>	додати	додати
<i>Ti</i>	додати	додати
<i>Pb</i>	≤50ppm	≤50ppm
<i>Sn</i>	≤0,01	≤0,01
<i>Cu</i>	≤0,25	≤0,25
<i>N</i>	/	/
<i>Fe</i>	остатак	остатак

*Атестна документација о материјалу је достављена уз сегменте цеви

3.3. Механичке особине

У табели 3.2 приказане су захтеване минималне затезне карактеристике на собној температури центрифугално ливене легуре odporне на топлоту класе *HP40Nb* према стандарду *ASTM A297* грађе *HP*.

Табела 3.2. Затезне карактеристике легуре *HP40Nb* према стандарду *ASTM A297*

Стандард	Затезна чврстоћа R_m (MPa)	Напон течења $R_{p0.2}$ (MPa)	Издужење A (%)
<i>ASTM A297</i>	440	220	4
Сертификат материјала према <i>EN 10204 3.1*</i>	450	250	6

3.4. План експеримента

План експеримента обухвата следеће кораке:

1. Набавка материјала,
2. Испитивање хемијског састава и микроструктуре легура у полазном стању,
3. Израда спрувета за испитивања затезањем и израда узорака за микроструктурна испитивања,
4. Прегревање спрувета за испитивање затезањем и узорака за микроструктурна испитивања (30, 120 и 480 минута) на температурама од 950°C, 1050°C и 1150°C,
5. Микроструктурна испитивања узорака легура након краткотрајних прегревања (применом светлосног микроскопа, скенирајуће електронске микроскопије (*Scanning electron microscopy - SEM*), методом повратно расејаних електрона (*Backscattered electron - BSE*), идентификација и квантификација фаза (рендгеноструктурна анализа дифракцијом X-зрака (*X-Ray Diffraction Analysis - XRD*) и програм *JMicroVision*),
6. Испитивање механичких особина легура након прегревања (испитивање затезних карактеристика и тврдоће),
7. Анализа резултата применом регресионе анализе и оптимизација резултата.

Шема плана експеримента приказана је на слици 3.1.



Слика 3.1. Шематски приказ плана експеримента

3.5. Израда узорака

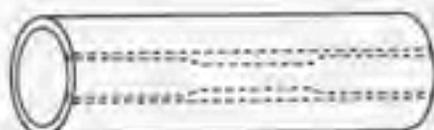
3.5.1. Припрема узорака за испитивање механичких особина

За потребе експерименталних испитивања, из сегмента цеви спољашњег пречника 76,2 mm, унутрашњег пречника 63,5 mm и дебљине зида 6,35 mm исечени су припремци, из којих су машинском обрадом добијене епрувете за металографска и механичка испитивања. Епрувете за механичка испитивања израђене су према стандарду [145], по коме епрувете за испитивање легуре *Manawite XM* треба да буду димензија $b=12,5\text{mm}$ и

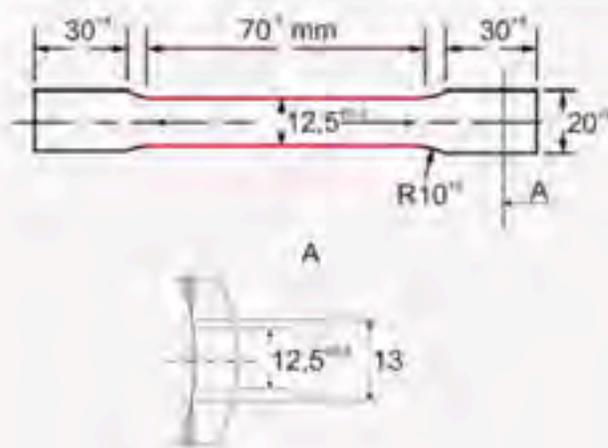
$b=20\text{ mm}$ где су b - ширина радног дела спрувете, B -ширина крајева спрувете $h=30\text{ mm}$, $L_c=70\text{ mm}$, сечене дуж цеви $63,5 \times 150\text{ mm}$.

Стандардне спрувете за испитивање затезањем из сегмената цеви исечене су помоћу *PTV Waterjet* машине у фирми д.о.о. „Милаја Симоновић“ у Чаčku.

На слици 3.2 је приказан правац сечења спрувета за испитивање затезањем у односу на правац сегмента цеви. На слици 3.3 (детал А) је приказано уклањање шрафираног дела спрувета ради каснијег правилног постављања спрувета у чељусти калалице, при чему се водило рачуна да се не оштети ивица означена са црвеном бојом и да не дође до прекомерног прегревања спрувета.



Слика 3.2. Шематски приказ правца сечења спрувета за испитивање затезањем у односу на правац сегмента цеви



Слика 3.3. Технички цртеж спрувете за испитивање затезањем са детаљем в обарању косина спрувете

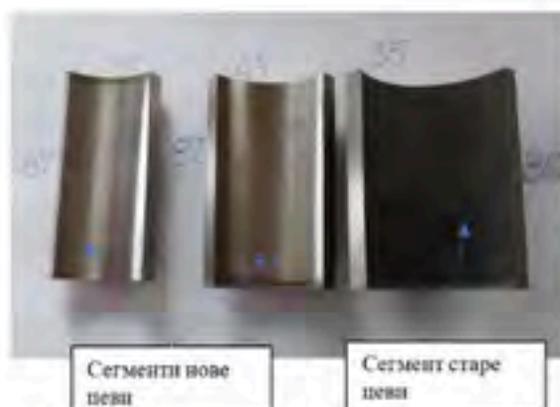
3.5.2. Припрема узорка за металграфска испитивања

Узорци за металграфска испитивања су исечени из сегмената цеви помоћу ерозивита. Израда металграфских узорка је урађена на ерозивит машини *Matra-FANUC Type Cut-WI* (слика 3.5) у фирми С.З.Р. „Фанук 032“ у Чаčku, при чему су узорци хлађени у процесу сечења. На слици 3.6 приказани су сегменти цеви од легуре $HP40-1,5\%Nb$ и

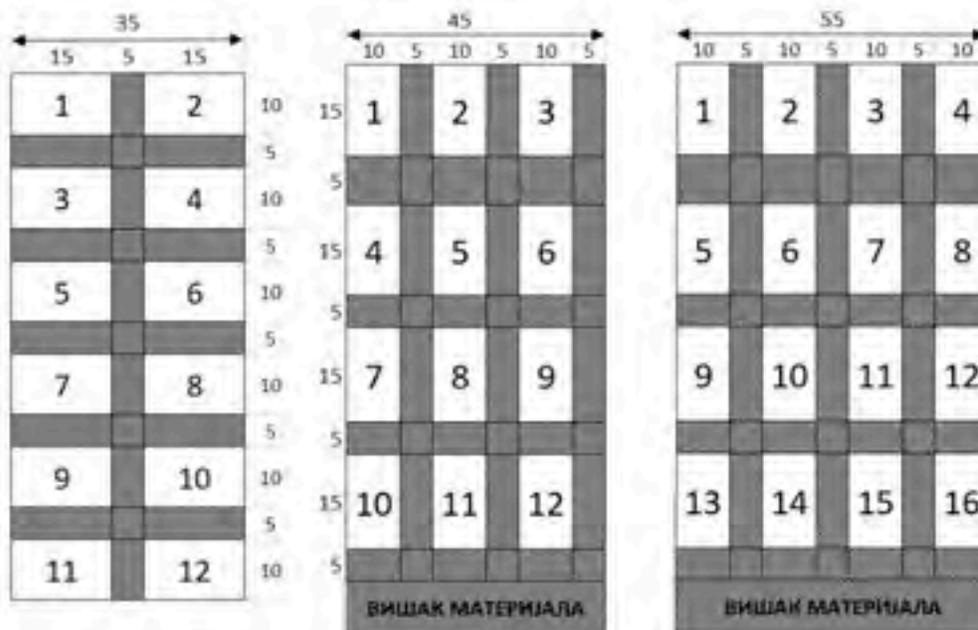
HP40-0,63%Nb из којих су исечени узорци за металографска испитивања, док је на слици 3.7 је приказан план сечења узорка. Узорци за металографска испитивања су димензија 10x15 mm.



Слика 3.4. Ерозиват машина на којој су исечени узорци за металографска испитивања



Слика 3.5. Сегменти цеви из којих су исечени узорци за металографска испитивања узорка



Слика 3.6. План сечења узорака за металографска испитивања из сегмента цеви

Машинским сечењем узорака за металографска испитивања на ерозиву добијено је 40 узорака (24 узорака од сегмента цеви легуре $HP40-0,63\%Nb$ и 16 узорака од сегмента цеви од легуре $HP40-1,5\%Nb$). На слици 3.7 приказани су исечени и обележени узорци за металографска испитивања, припремљени за качење у коморну пећ у којој је изведено прегревање.



Слика 3.7. Исечени и обележени узорци за металографска испитивања спремна за прегревање

3.6. Термички третман - краткотрајно прегревање

Према плану испитивања, термички третмани жарењем су изведени у Лабораторији за материјале, на Катедри за материјале и технологије спајања, Факултета техничких наука у Новом Саду, у коморној лабораторијској пећи MP3, максималне радне температуре 1150°C снаге 4,5 kW произвођача „Грејач Комерц“ Нови Бечеј са ПИД контролором температуре (слика 3.8). Такође, термички третмани су изведени у Лабораторији за испитивање материјала Института „Винча“ у Београду у коморној пећи максималне радне температуре 1200 °C и снаге 120 kW. Параметри термичке обраде узорка приказани су у табели 3.3.

Табела 3.3. Параметри термичке обраде

Легура	Температура прегревања (°C)	Брзина загревања (°C/мин)	Време прегревања (min)	Хлађење на ваздуху
HP40-0,63Nb	950	10	30	✓
HP40-0,63Nb	950	10	120	✓
HP40-0,63Nb	950	10	480	✓
HP40-1,5Nb	950	10	30	✓
HP40-1,5Nb	950	10	120	✓
HP40-1,5Nb	950	10	480	✓
HP40-0,63Nb	1050	10	30	✓
HP40-0,63Nb	1050	10	120	✓
HP40-0,63Nb	1050	10	480	✓
HP40-1,5Nb	1050	10	30	✓
HP40-1,5Nb	1050	10	120	✓
HP40-1,5Nb	1050	10	480	✓
HP40-0,63Nb	1150	10	30	✓
HP40-0,63Nb	1150	10	120	✓
HP40-0,63Nb	1150	10	480	✓
HP40-1,5Nb	1150	10	30	✓
HP40-1,5Nb	1150	10	120	✓
HP40-1,5Nb	1150	10	480	✓



Слика 3.8. Коморна изведба лабораторијске пећи која је коришћена за термичке третмане спрувета и узорака

На слици 3.9 је приказан начин ређања спрувета у пећи ради равномерног загревања.



Слика 3.9. Сложене спрувете у пећи спремне за третман прегревања

Третмани прегревања за узорке за металографска испитивања су исти као и за узорке за испитивања механичких особина.

4. МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА

4.1. Испитивање хемијског састава

Испитивање хемијског састава на узорцима сегмената цеви је обављено у две референтне лабораторије. У Металуршкој хемијској лабораторији у А.Д. Ливници Кикинда -Цимос (*Cimos*), Кикинда применом оптичко емисионог спектрометра *ARL-3460*, и у Лабораторији за хемијско-физичка испитивања - ХФИ у Заводу за заваривање ДОО помоћу спектрометра тип *ARL TM i Spark 8820*.

4.2. Испитивање микроструктуре материјала

Испитивање микроструктуре легура се састојало од:

- металографске припреме узорака,
- испитивања светлосним микроскопом и
- анализе слика помоћу програма *JMicroVision*.

4.2.1. Металографска припрема

Металографска припрема узорака је урађена стандардном процедуром: Узорци за металографска испитивања су исечени из комада узорака добијених на машини *Waterjet*-у. Исецање узорака је урађено са тошлом са воденим хлађењем помоћу уређаја „*Diskotom*“, *Struers*. Исечени узорци су топло затопљени у полимер ради лакшег руковања и ради заштите припремљених ивица узорака на преси „*Prontopres*“, *Struers*. Даља припрема је била у складу са стандардном техником: брушење узорака (са *SiC* водобрусним папирима финоће зрна од П180 до П2400) на машини „*Knuth Rotor*“ произвођача *Struers*, полирање узорака (суспензијом са дијамантским честицама величине 6, 3, 1 и $\frac{1}{4}$ μm) на уређају „*DP-U2*“, *Struers* и нагризање металне основе раствором (15 ml *HCl*-а, 10 ml глицерола и 5 ml *HNO₃*). Слика 4.1 приказује изглед ерозимат машине која је коришћена за сечење узорака за металографска испитивања. На слици 3.10 је дат приказ процеса сечења епрувета где се може видети решење позиционирања цеви на радном столу Вотерџета (*Waterjet*).



а)

б)

Слика 4.1. Процес сечења спрувете за испитивање затезањем на машини Waterjet

4.2.2. Светлосна микроскопија

Испитивање микроструктуре, тј. карактеризација присутних фаза извршена светлосним микроскопом *Orthoplan (Leitz, Germany)* у Лабораторији за испитивање материјала, Катедра за материјале и технологије спајања, Департман за производно машинство, на Факултету техничких наука у Новом Саду.

4.2.3. Испитивање удела фаза

Анализа слика (квантификација фаза) у микроструктури испитиваних легура спроведена је применом софтвера за квантитативну анализу слике *JMicroVision*, верзија 1.3.4. (<http://jmicrovision.com/>). Овај софтвер је примењен за анализу микрофотографија легуре *HP40-1,5%Nb* и *HP40-0,63%Nb* које су добијене помоћу скенирајуће електронске микроскопије, са увећањем $\times 500$. *JMicroVision* софтвер је искоришћен за квантификовање присутних фаза легура (аустенит, примарни и секундарни карбиди хрома и ниобијума). У софтверу је за квантификовање фаза коришћен алат *Object Extraction*. Након одабира алата дефинисане су класе-фаза које очекујемо да су присутне у микроструктури (примарни и секундарни карбиди хрома, примарни и секундарни карбид ниобијума) ради даље примене софтвера. Након дефинисања фаза дефинисани су интензитети сиве боје које се су присутне на микрографији. Црвеном бојом обележени су примарни и секундарни карбиди богати са хромом, а зеленом бојом обележени су примарни и секундарни карбиди богати са ниобијумом.

Пример микроструктуре на којој је спроведена квантификација у програму *JMicroVision* је дат на слици 4.2.



Слика 4.2. Пример примене софтвера *JmicroVision* за квантификацију карбида
Вредности запреминског удела фаза у *Excel* табли се добијају избором команде *Data Viewer*.

4.3. Скенирајућа електронска микроскопија

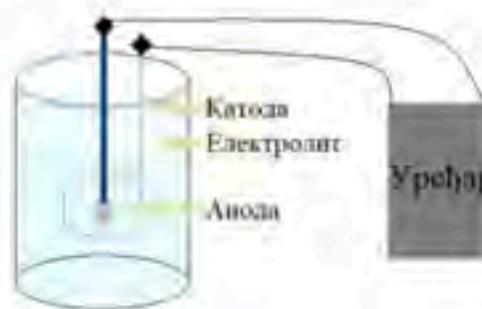
Металографска испитивања скенирајућим електронским микроскопом (*SEM*) су извршена на уређају *JEOL JSM 6460 LV* који ради на 20 kV помоћу различитих увећања.

Испитивање хемијског састава присутних фаза у микроструктури узорка новог и старог материјала *HP40Nb* извршено је применом енергодисперзионе спектроскопије са *X*-зрацима (*EDS*) опремом *INCA Oxford Instruments* инсталираном на *SEM*-у.

4.4. Метода за електролитичку екстракцију талога

За потребе анализе (хемијског и кристалног састава) фаза методама дифракције рендгенских зрака (*XRD*) извршена је екстракција фаза електролитичком методом, јер *XRD* метода омогућава анализу фаза масивног узорка само ако је њихова појединачна количина већа од приближно 1% запремине. С обзиром на могућу ниску присутност појединих фаза у аустенитној основи испитиваних легура, извршена је њихова екстракција.

Шема поступка екстракције фаза електролизом, приказана је на слици 4.3.



Слика 4.3. Шема поступка екстракције фаза из металне основе узорка

Узорци за екстракцију фаза су добијени сечењем вратног дела епрувете за испитивање затезањем, на деловима где није дошло до деформације. Узорци за екстракцију фаза су добијени сечењем вратног дела епрувете за испитивање затезањем, на деловима где није дошло до деформације. На слици 4.4а је приказана фотографија поступка екстракције са хлађењем. Електролиза се изводи константном једносмерном струјом ампераже $0,2 \text{ A/cm}^2$ и 20 V (уређај је приказан на слици 4.4б). Узорак у облику квадра димензија $15 \times 12,5 \times 6,35 \text{ mm}$ претходно полиран представља аноду (слика 4.4а). Узорак је потапан у електролит до дубине од 10 mm како би се избегло дејство носача узорка. Након потапања у електролит узорак се испере у етанолу како би се талог са површине издвојило. Овај поступак се понавља неколико пута, све док количина праха не буде довољна за наредне анализе. Уређај на коме је вршена екстракција је Полиповер (*Polipover*), произвођач *Strives*. Bitно је напоменути да је у процесу екстракције талог потребно хладити електролит како не би дошло до његовог загревања и испаравања.



а)



б)



в)

Слика 4.4. а) поступак екстракције узорка у раствору 94% vol. етанол + 6% vol. HCl и хлађењем електролита у води, б) уређај за екстракцију, в) узорак

4.5. Испитивање узорка методом рендгенске дифракције

Рендгеноструктурна анализа дифракцијом X зрака за идентификацију аустенита, примарних и секундарних карбида хрома и карбида ванобијума је урађена на узорцима у облику праха добијених методом електролитичке екстракције талога.

Дванаест узорка у облику праха добијени су поступком електролитичке екстракције талога су испитани на дифрактометру за прах *Rigaku Smartlab*.

Употребљено је зрачење са анткатоде бакра таласне дужине $CuK\alpha 1,2 = 1,54178 \text{ \AA}$. Радни напон на цеви био је $U = 40 \text{ kV}$, јачина струје $I = 30 \text{ mA}$. Узорци су испитани под следећим експерименталним условима: опсег дифракционих углова $5 - 130^\circ 2\theta$ са кораком $0,01^\circ$ и брзином снимања $6^\circ/\text{минути}$. Дифракциони подаци обрађени су помоћу софтверског пакета *PDXL2* (верзија 2.8.30, *Rigaku Co.*). Положаји дифракционих максимума (2θ) као и одговарајући интензитети (counts) приказани су графички. На основу добијених вредности, упоређивањем са литературним подацима и стандардима, идентификоване су присутне (само) кристалне фазе чији је садржај у узорку већи од приближно 1 %.

Дијаграм праха или дифрактограм јесте дифракциона слика добијена помоћу дифрактометра за поликристални материјал. Дифрактограм настаје када се срасени поликристални узорак постави у сноп рендгенских зрака и дође до дифракције на оним кристалима који су оријентисани тако да задовољавају Брагов (*W. H. Bragg* и *W. L. Bragg*) закон. Дијаграм праха се састоји од низа дифракционих линија, тј. рефлексија различитог положаја и интензитета. Положај пика дефинисан је Браговим углом 2θ и зависи од таласне дужине употребљеног зрачења, а интензитети зависе од бројних структурних, инструменталних и експерименталних (највише припреме узорка и мерења) фактора.

Испитивање је извршено у Лабораторији за кристалографију (Рударско-геолошки факултет, Универзитет у Београду) на дифрактометру за прах *Rigaku SmartLab* (слика 4.5) Резултат рендгеноструктурне анализе су приказани у виду *XRD* дифрактограма, графички и табеларно.



Слика 4.5. Дифрактометар *Rigaku SmartLab*

4.6. Испитивање механичких особина

Механичке особине сегмента цеви су одређене применом испитивања затезањем и испитивањем тврдоће легура. Испитивања механичких особина је урађена у Лабораторији за испитивање материјала, Депарتمان за производно машинство на Факултету техничких наука у Новом Саду.

4.6.1. Испитивање затезањем

Испитивање затезањем на собној температури урађено је према стандарду [146] на механичкој кидалици типа *Schenck Trebel* ($F_{max}=1000$ kN) са номиналном брзином деформације од 2 mm/min. Испитивањем затезањем добијене су вредности конвенционалног напона течења, затезне чврстоће и процентуалног издужења испитиваних легура пре и након термичког третмана и дијаграми зависности напона од деформација.

4.6.2. Испитивање тврдоће

Тврдоћа је мерена по Викерсу у складу са стандардом [147] на уређају *HPO 250, WEB Leipzig*, Немачка. Примењена сила утискивања је износила 10 kgf, тј. 98,1 N, а време утискивања је 15 s. На сваком узорку је пет пута мерена тврдоћа након чега је израчуната просечна вредност.

4.7. ANOVA анализа, регресиона анализа

Анализа добијених резултата механичких карактеристика урађена је применом регресионе анализе *ANOVA (Analysis of Variance)*, са циљем утврђивања утицаја фактора температуре и времена прегревања на механичке особине легуре након третмана прегревања. Такође, у циљу детаљније дискусије резултата, спроведена је додатна анализа у којој су упоређене механичке особине легуре у полазном стању (пре прегревања) и након прегревања, коришћењем *ANOVA* методе.

Регресиона анализа се бави постављањем стохастичког модела објекта истраживања којим се на довољно поуздан начин објашњава стање и понашање датог објекта регресије унутар обухваћеног експерименталног простора. Основни циљ регресионе анализе у теорији експеримента је идентификација адекватног математичког модела којим се описује однос између једне или више независних променљивих (x) и зависне променљиве (y). Овај однос се може изразити у облику линеарне (праволинијске) везе, нелинеарне (криволинијске) везе или просторно. Веза између параметара посматраних појава може се појавити у две различите врсте веза према јачини: функционална (математичка) и корелациона (стохастичка) веза. У случају да се посматрају две појаве и да између њих постоји корелациона (стохастичка) веза при чему се може прилагодити линеарна функција оригиналним вредностима параметара, онда се говори о простој линеарној регресији. У случају када се испитује међусобна веза више променљивих од којих је једна зависна променљива, а остале појаве су независне променљиве, онда се формира вишеструки регресиони модел. Једначина која описује вишеструку линеарну регресију је $y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \dots + \beta_k x_k$, где је y променљива одзива односно зависна променљива која може бити повезана са k независних или регресионих променљивих, а параметари $\beta_j, j=0,1,\dots,k$ су регресиони коефицијенти.

Тестирање значајности регресионог модела вишеструке линеарне применом *ANOVA* корисно је за одређивање адекватности модела. Пре свега, испитује се статистичка значајност регресионих променљивих. На овај начин се утврђује да ли постоји релевантна веза између променљиве одговора y (зависне) и регресионих променљивих x_1, x_2, \dots, x_k , односно проверава се да ли је нека од независних променљивих статистички значајна и тиме потврђује адекватност регресионог модела.

Примењено на анализу резултата у овој тези, метода *ANOVA* омогућава процену утицаја температуре прегревања и времена прегревања на затезну чврстоћу и тврдоћу испитиване легуре. Другим речима *ANOVA* врши тестирање статистичке значајности разлика између средњих вредности испитиваних група или фактора. Коришћењем *ANOVA* анализе утврђено је да ли постоје статистички значајне разлике између различитих услова експеримента и које промене имају највећи утицај на механичке особине легуре.

Значај појединачних фактора на одабрану карактеристику процењен је коришћењем *ANOVA* методе и Фишер теста (*F-test*). *F-test* израчунава *F*-вредност која представља однос варијансе објашњене факторима према варијанси изазваној инхерентним грешкама у систему. Израчуната *F*-вредност се затим пореди са унапред дефинисаном критичном *F*-вредношћу (*F_{cr}*). Ако је израчуната *F*-вредност нижа од критичне вредности, закључује се да фактор нема значајан утицај на одзивну површину на одабраном нивоу поузданости или није релевантан у односу на постојећу грешку система. *F*-вредност се може израчунати помоћу израза [148]:

$$F = \frac{MS_R}{MS_E} \quad (4.1)$$

где су:

MS_R – средњи квадрат регресије и

MS_E – средња квадратна грешка.

Критична *F*-вредност може се преузети из табела са Фишеровом расподелом која се налази у статистичкој литератури, а може се пронаћи и помоћу *online* статистичких калкулатора и табела. Ако је *F*-вредност за регресиони модел и његове факторе, као и грешку неусаглашености већа од *F_{cr}*, ти фактори се сматрају значајним. Аналогно, као што *P*-вредност треба да буде мања од 0,05, *F*-вредност треба да буде већа од *F_{cr}* вредности. Приликом израчунавања *F_{cr}*, важно је навести степене слободе. Први степен слободе (*DoF*) се односи на бројилац (регресиони фактори), док се други степен слободе односи на именилац (грешка). Процентуални доприноси сваког фактора добијају се из суме квадрата (*Adj SS*). Сви процентуални доприноси се сабирају и њихов збир треба да буде 100 %, што потврђује значај основних компоненти регресије и грешке у анализи.

Регресиона анализа и *ANOVA* су спроведени у софтверу *Minitab*. Након уношења вредности добијених испитивањем механичких особина за све термичке третмане прегревања, софтвер је формирао модел линеарне регресије и генерисао *ANOVA* табелу у којој се налазе статистички параметри поузданости (*Degrees of Freedom, Sum of Squares, Mean Squares, F Ratio u P Value*) [148] за све изворе са којима се тестира нулта хипотеза. Овај тест значајности се ради због утврђивања постојања везе између зависне и регресионих променљивих. Програм даје и коефицијент детерминације *R – sq* који се користи као мера репрезентативности регресионог модела. Овај коефицијент је релативна мера која нам показује колико су варијације променљиве у објашњене са променљивом *x* – што је вредност *R – sq* већа, то је модел бољи. Предикциони коефицијент *R²_{pred.}* представља меру колико модел добро предвиђа одзив за нове вредности улазних променљивих. Статистички параметри поузданости су много већи од 1 осим вредности *P*, којој се поклања посебна пажња јер указује на статистичку значајност коефицијента. Што је вредност *P* мања, већа је разлика између варијансе узроковане одговарајућим извором и варијансе узроковане случајном грешком. Обично се за ниво значајности узимају вредност 0,05 или 0,1. У тези је узета вредност 0,05.

Вредност P мора бити мања од нивоа значајности да би се сматрало да је утицај фактора значајан. Један од начина за процену значаја променљиве је тестирање да ли је њен регресиони коефицијент једнак нули. Ако није, променљива се сматра значајном и нулта хипотеза се одбацује. На овај начин се добија табела коефицијената који тестирају нулту хипотезу (*Coefficient, Standard Error, T Value, P Value* – регресиони коефицијент, стандардна грешка, вредност T и вредност P) где је P вредност једнака P вредности из табеле линеарне регресије [148]. На крају, резултати вредности P нам пружају увид у то да ли се промене у температури и времену прегревавања одражавају на механичке особине легуре (ако је вредност P мања од 0,05) омогућавајући боље разумевање процеса и потенцијално идентификовање оптималних параметара термичке обраде.

Оптимизација параметара прегревавања цеви етиленских пећи извршена је у програмском пакету *Matlab*. За функцију циља селектована је експериментално добијена регресиона једначина за испитиване механичке особине легуре. Када су у питању параметри прегревавања, температура и време прегревавања, дефинисани су преко горњих и доњих граница (*Upper and Lower Bounds*):

-границе за температуру прегревавања:

- Доња граница: 950 °C
- Горња граница: 1150 °C

-границе за време прегревавања:

- Доња граница: 30 минута
- Горња граница: 480 минута.

У циљу добијања оптималних резултата, оптимизација је извршена применом три различита метахеуристичка алгорита, *PSO (Particle swarm optimization-Алгоритам роја честица)* [149], *HBA (Honey badger algorithm-Алгоритам медног јазавца)* [150] и *GWO (Grey wolf optimizer-Алгоритам сивог вука)* [151]. Метахеуристички алгоритми представљају оптимизационе методе инспирисане природним процесима и понашањем живих бића у природи. Алгоритам роја честица инспирисан је понашањем јата птица или рибљих јата, која у потрази за храном заједнички истражују простор и на основу заједничког искуства проналазе најбољу позицију. Алгоритам медног јазавца је новија метода инспирисана понашањем медног јазавца, животиње познате по интелигенцији и агресивном приступу при потрази за храном, што алгоритам чини погодним за сложеније проблеме оптимизације. Алгоритам сивог вука заснива се на хијерархијском начину лова сивих вукова. Они међусобно сарађују и прате вођу како би брзо и успешно дошли до циља, што у овом случају представља најбоље решење проблема. Сви наведени алгоритми су веома ефикасни у решавању сложених оптимизационих проблема, јер брзо и прецизно долазе до најбољег могућег решења. Сваки алгоритам покренут је 20 пута (20 runs) у 100 итерација. Број јединки у популацији је 20.

5. РЕЗУЛТАТИ ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИХ ИСТРАЖИВАЊА

5.1. Хемијски састав

Након испитивања хемијског састава испитиваних сегмената цеви добијен је хемијски састав легура у полазном стању.

Резултати испитивања хемијског састава узорка легуре *HP40-0,63%Nb* приказани су у табели 5.1 док су резултати испитивања хемијског састава узорка легуре *HP40-1,5%Nb* приказани у табели 5.2. Првенствена разлика између легура се огледа у садржају *Nb*.

Табела 5.1. Хемијски састав легуре *HP40-0,63%Nb* у мас.%

Хемијски елемент у мас%	Легура <i>HP40-0,63%Nb</i>
<i>C</i>	0,439
<i>Mn</i>	1,109
<i>Si</i>	1,6
<i>P</i>	0,0233
<i>S</i>	0,062
<i>Ni</i>	34,046
<i>Cr</i>	26,99
<i>Mo</i>	0,017
<i>Nb</i>	0,634
<i>Pb</i>	0,0014
<i>Sn</i>	0,0056
<i>Cu</i>	0,014
<i>N</i>	0,05
<i>Fe</i>	остатак

Табела 5.2. Хемијски састав легуре *HP40-1,5%Nb* у мас.%

Хемијски елемент у мас%	Легура <i>HP40-1,5%Nb</i>
<i>C</i>	0,448
<i>Mn</i>	0,974
<i>Si</i>	1,358
<i>P</i>	0,045
<i>S</i>	0,01924
<i>Ni</i>	32,214
<i>Cr</i>	26,219
<i>Mo</i>	0,0272
<i>Nb</i>	1,5
<i>Pb</i>	0,006
<i>Sn</i>	0,073
<i>Cu</i>	0,214
<i>N</i>	0,07
<i>Fe</i>	36,558

5.2. Механичке особине у полазном стању

5.2.1. Затезне карактеристике легуре *HP40-0,63%Nb* и *HP40-1,5%Nb* у полазном стању

У табели 5.3 приказане су измерене вредности затезних карактеристика испитиваних легура у полазном стању.

Табела 5.3. Затезне карактеристике у полазном стању легуре *HP40-0,63%Nb* и легуре *HP40-1,5%Nb*

Материјал	Напон течења, $R_{p0,2}$ (MPa)			Затезна чврстоћа, R_m (MPa)			Процентуално издужење, A (%)		
<i>HP40-0,63%Nb</i>	242	238	240	452	448	450	8	11	10
<i>HP40-1,5%Nb</i>	308	308	309	356	360	358	4,2	4,5	4,7

5.2.2. Тврдоћа легуре *HP40-0,63%Nb* и *HP40-1,5%Nb* у полазном стању

У табели 5.4 приказана је измерена тврдоћа испитиваних легура у полазном стању.

Табела 5.4. Измерене вредности тврдоће HV10 легура *HP40-0,63%Nb* и *HP40-1,5%Nb* у полазном стању

Материјал	Тврдоћа HV10				
	1	2	3	4	5
<i>HP40-0,63%Nb</i>	222	218	222	221	223
<i>HP40-1,5%Nb</i>	186	183	186	187	185

5.3. Механичке особине након прегревања

5.3.1. Затезне карактеристике легуре *HP40-0,63%Nb*

Испитивањем затезањем легуре на собној температури након третмана прегревања добијени су дијаграми зависности напона и деформације, чији су типични примери приказани на сликама 5.1-5.9 (карактеристични примери), а измерене затезне карактеристике дате су у табелама 5.5-5.7 за легуру *HP40-0,63%Nb*.

Највећа средња вредност напона течења (346 MPa) је измерена након прегревања узорка на температури од 950 °C у трајању од 120 минута. Највећа средња вредност затезне чврстоће (582 MPa) је измерена након прегревања узорка на температури од 1150°C у трајању од 30 минута. Највећа средња вредност процентуалног издужења (8,76%) је измерена након прегревања узорка на температури од 1150 °C у трајању од 30 минута.

Најмања средња вредност напона течења (303 MPa) је измерена након прегревања узорка на температури од 1150 °C у трајању од 480 минута. Најмања средња вредност затезне чврстоће (515 MPa) је измерена након прегревања узорка на температури од 950 °C у

трајању од 120 минута. Најмања средња вредност процентуалног издужења (4,95%) је измерена након прегревања узорка на температури од 950 °C у трајању од 480 минута.

Табела 5.5. Резултати испитивања напона течења легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на 950, 1050 и 1150 °C у трајању од 30, 120 и 480 минута

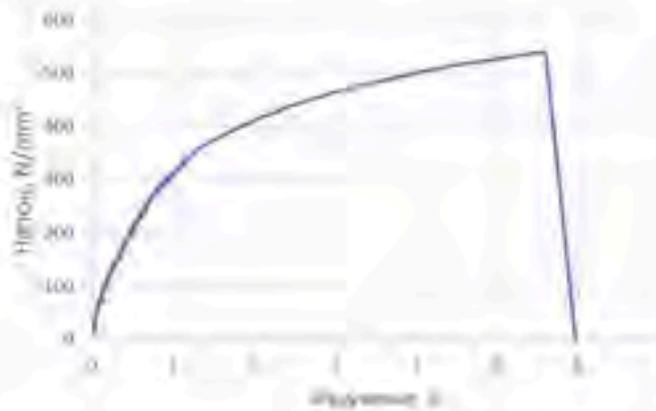
Темп. прегревања (°C)	Време прегревања (минути)	Напон течења $R_{p0,2}$ (MPa)			Средња вредност (MPa)	Стандардна девијација (MPa)	p параметар
		1	2	3			
950	30	305	316	311	311	4	$0,3100 \times 10^{-6}$
950	120	341	351	346	346	4	$0,4420 \times 10^{-7}$
950	480	336	349	342	342	5	$0,1290 \times 10^{-6}$
1050	30	311	322	316	316	4	$0,22890 \times 10^{-6}$
1050	120	313	320	316	316	3	$0,5210 \times 10^{-7}$
1050	480	319	307	312	313	5	$0,3820 \times 10^{-6}$
1150	30	313	302	308	308	4	$0,3690 \times 10^{-6}$
1150	120	311	311	305	309	3	$0,7470 \times 10^{-7}$
1150	480	305	301	302	303	2	$0,2990 \times 10^{-7}$

Табела 5.6. Резултати испитивања затезне чврстоће легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на 950, 1050 и 1150 °C у трајању од 30, 120 и 480 минута

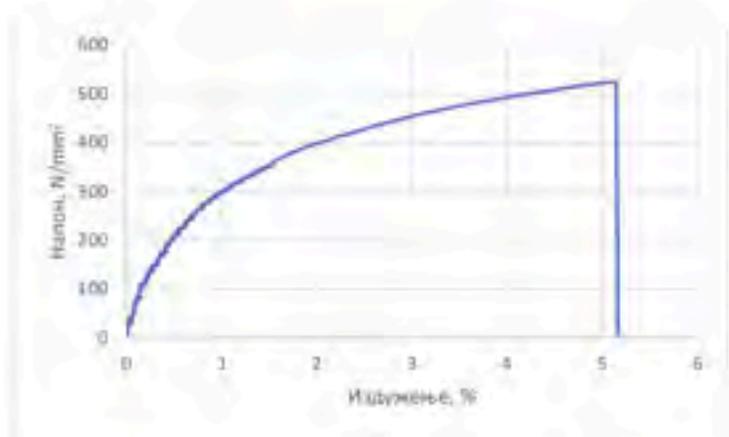
Темп. прегревања (°C)	Време прегревања (минути)	Затезна чврстоћа R_m (MPa)			Средња вредност (MPa)	Стандардна девијација (MPa)	p параметар
		1	2	3			
950	30	527	536	531	531	3,68	$0,8950 \times 10^{-7}$
950	120	506	525	515	515	7,76	$0,3100 \times 10^{-3}$
950	480	514	522	519	518	3,30	$0,1250 \times 10^{-6}$
1050	30	541	527	535	534	5,73	$0,3690 \times 10^{-6}$
1050	120	547	538	542	542	3,68	$0,5400 \times 10^{-7}$
1050	480	532	500	518	517	13,10	$0,2032 \times 10^{-2}$
1150	30	588	577	582	582	4,5	$0,2550 \times 10^{-7}$
1150	120	573	548	566	562	10,53	$0,1180 \times 10^{-3}$
1150	480	561	543	554	553	7,41	$0,4390 \times 10^{-6}$

Табела 5.7. Резултати испитивања издужења легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на 950, 1050 и 1150 °C у трајању од 30, 120 и 480 минута

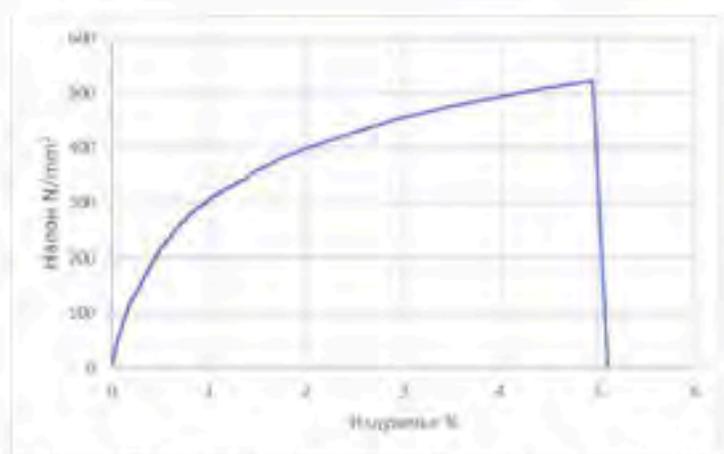
Темп. прегревања (°C)	Време прегревања (минута)	Идужење Δ (%)			Средња вредност (%)	Стандардна девијација (%)	p параметар
		1	2	3			
950	30	5,43	5,49	5,47	5,46	0,02	$0,8871 \times 10^{-2}$
950	120	4,96	5,15	5,08	5,06	0,08	$0,6474 \times 10^{-2}$
950	480	4,96	4,95	4,94	4,95	0,01	$0,5893 \times 10^{-2}$
1050	30	5,26	4,99	5,15	5,13	0,11	$0,6886 \times 10^{-2}$
1050	120	6,00	5,46	5,72	5,73	0,22	$0,1169 \times 10^{-1}$
1050	480	5,56	4,60	5,12	5,09	0,39	$0,7780 \times 10^{-2}$
1150	30	9,08	8,34	8,86	8,76	0,31	0,3749
1150	120	9,10	6,40	7,61	7,70	1,10	0,1709
1150	480	8,44	7,36	7,98	7,93	0,44	0,1364



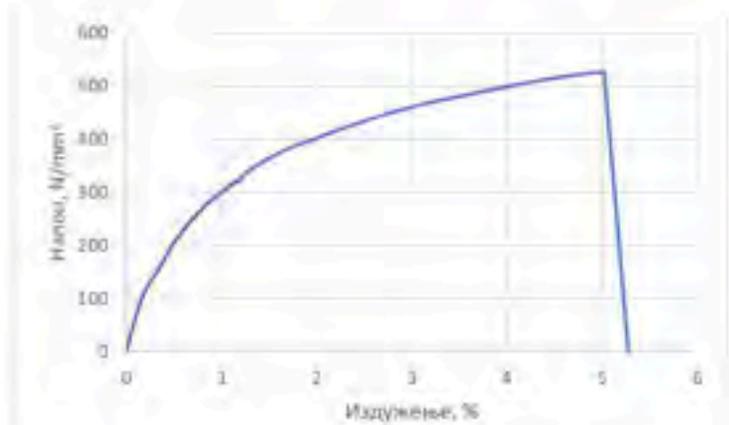
Слика 5.1. Дијаграм зависности напон - деформација легуре *HP40-0,63%Nb* након трстива прегревања на 950 °C у трајању 30 минута



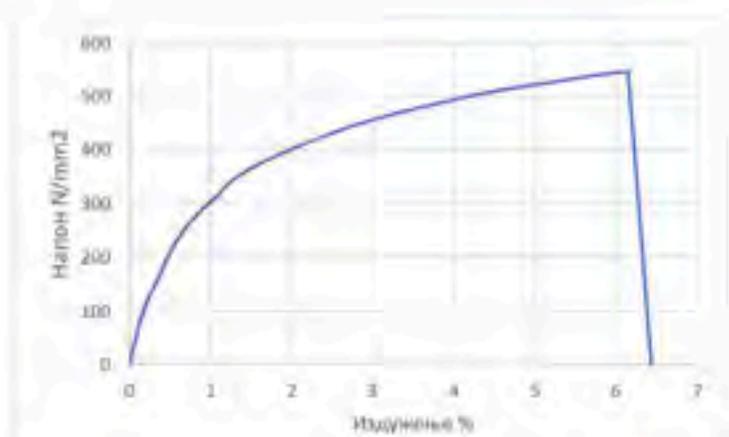
Слика 5.2. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-0.63%Nb* након третмана прегревања на 950 °C у трајању 120 минута



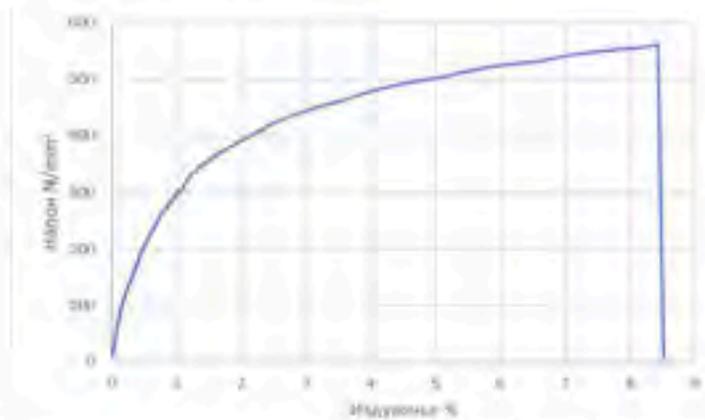
Слика 5.3. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-0.63%Nb* након третмана прегревања на 950 °C у трајању 480 минута



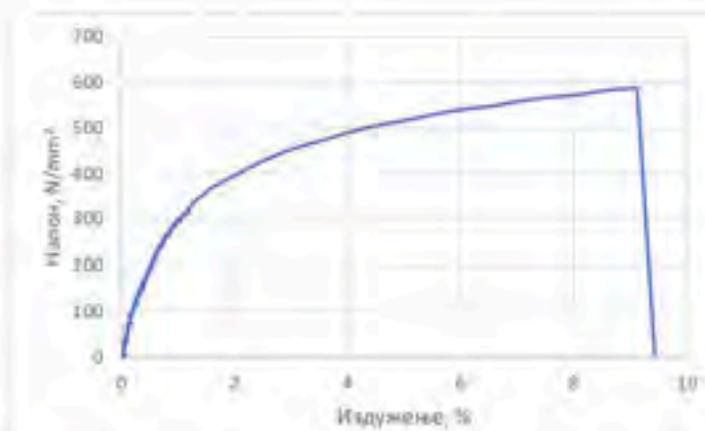
Слика 5.4. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-0.63%Nb* након третмана прегревања на 1050 °C у трајању 30 минута



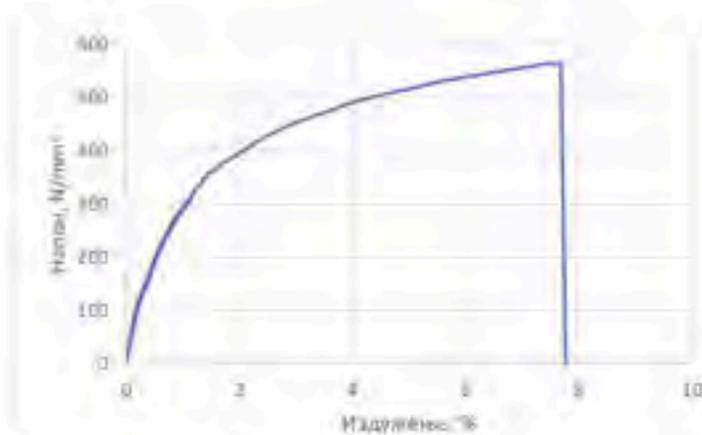
Слика 5.5. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-0.63%Nb* након третмана прегревања на 1050 °C у трајању 120 минута



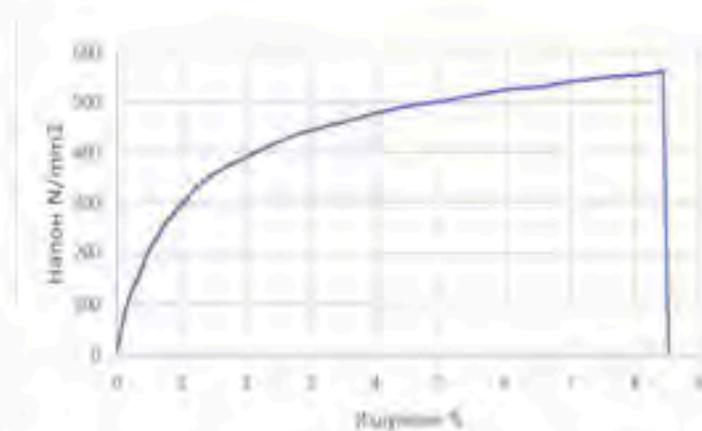
Слика 5.6. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-0,63%Nb* након третмана прегревања на 1050 °C у трајању 480 минута



Слика 5.7. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-0,63%Nb* након третмана прегревања на 1150 °C у трајању 30 минута



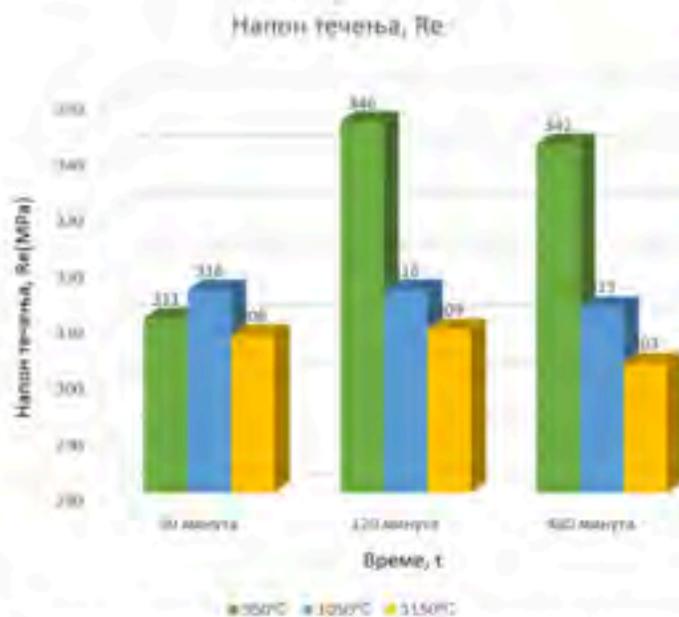
Слика 5.8. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-0.63%Nb* након третмана прегревања на 1150 °C у трајању 120 минута



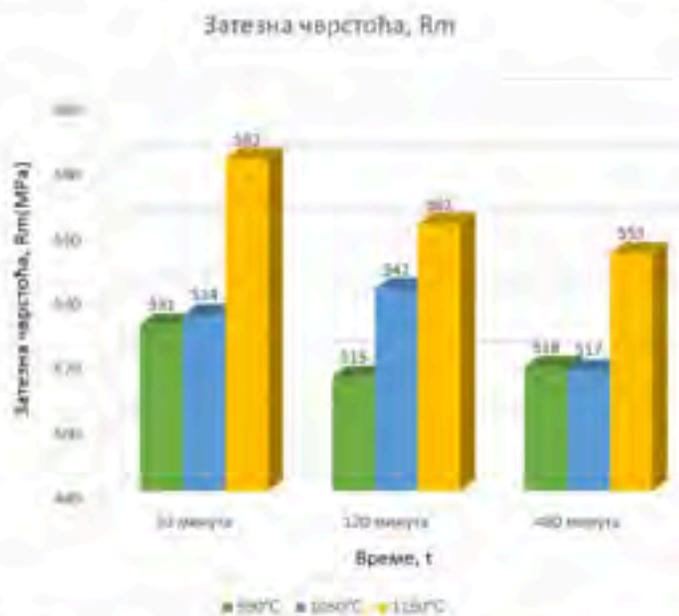
Слика 5.9. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-0.63%Nb* након третмана прегревања на 1150 °C у трајању 480 минута

5.3.1.1. Утицај времена прегревања на затезне карактеристике легуре *HP40-0.63%Nb*

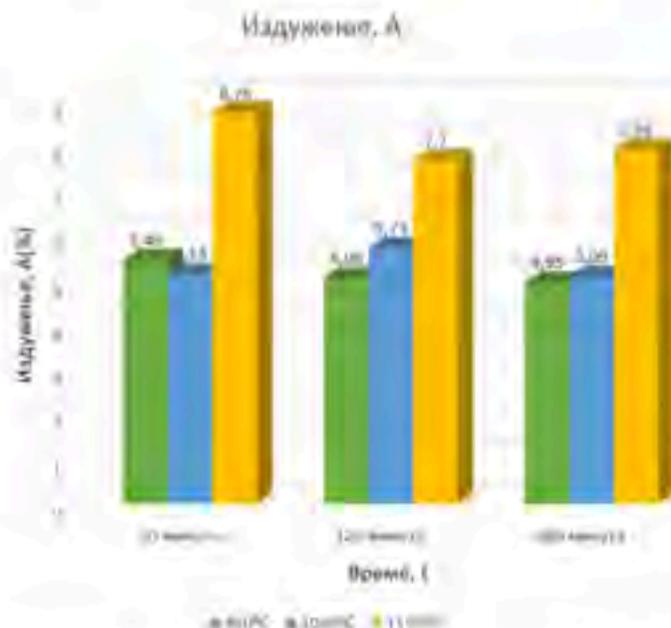
Дијаграми на сликама 5.10-5.12 приказују резултате испитивања механичких особина легуре *HP40-0.63%Nb* након затезања, у зависности од времена прегревања. На основу ових дијаграма може се јасно уочити како различити временски интервали прегревања утичу на промене затезних карактеристика легуре за поједине температуре.



Слика 5.10. Дијаграм напона течења узорка легуре *HP40-0,63%Nb* након краткотрајног прегревања на температурама од 950, 1050 и 1150 °C



Слика 5.11. Дијаграм затезне чврстоће узорка легуре *HP40-0,63%Nb* након краткотрајног прегревања на температурама од 950, 1050 и 1150 °C



Слика 5.12. Дијаграм процентуалног издужења узорка легуре *HP40-0,63%Nb* након краткотрајног прегревања на температурама од 950, 1050 и 1150 °C.

Температура прегревања 950°C

Узорак легуре *HP40-0,63%Nb* који је прегреван на температури од 950 °C у трајању од 30 минута има вредност напона течења 311 МПа. Ако се узорак прегрева 120 минута на истој температури, долази до скока вредности напона течења на 346 МПа. Вредност напона течења се незнатно смањила (342 МПа) при 480 минута прегревања на 950°C.

Затезна чврстоћа узорка легуре након прегревања на 950 °C у трајању од 30 минута је достигла вредност 531 МПа. Ако се време прегревања повећа на 120 и 480 минута долази до пада вредности на 515 МПа и 518 МПа.

Прегревањем узорка легуре на 950 °C у трајању од 120 минута, затезна чврстоћа се смањила, а даљим повећањем времена прегревања на 480 минута дошло је до благог повећања затезне чврстоће.

Процентуално издужење након прегревања узорка на 950 °C у трајању од 30 минута је 5,46%. Повећање времена прегревања на 120 минута и 480 минута утицало је на смањење процентуалног издужења.

Температура прегревања 1050°C

Узорак легуре *HP40-0,63%Nb* који је прегреван на температури од 1050 °C у трајању од 30 минута има вредност напона течења 316 МПа. Прегревањем узорка легуре *HP40-0,63%Nb* на 1050 °C/120 минута напон течења се није мењао. Са даљим повећањем времена прегревања на 480 минута вредност напона течења се смањила незнатно.

Вредност затезне чврстоће узорка након прегревања на 1050 °C у трајању од 30 минута је 534 МПа. Прегревањем узорка легуре на 1050 °C/120 минута затезна чврстоћа се повећала, а даљим повећањем времена прегревања на 480 минута дошло је до благог смањења затезне чврстоће.

Процентуално издужење узорка након прегревања на 1050°C у трајању од 30 минута износи 5,13 %. Повећањем времена прегревања на 120 минута дошло је до повећања издужења, а затим даљим повећањем времена прегревања на 480 минута дошло је до смањења процентуалног издужења.

Температура прегревања 1150°C

Узорак легуре *HP40-0,63%Nb* који је прегреван на температури од 1150 °C у трајању од 30 минута има вредност напона течења 308 МПа. Из табеле 5.5 види се да напон течења са порастом времена прегревања монотono опада.

Вредност затезне чврстоће узорка након прегревања на 1150 °C у трајању од 30 минута је 582 МПа. При дужем времену прегревања на температури 1150 °C затезна чврстоћа опада (са 562 на 553 МПа).

Вредност процентуалног издужења након прегревања узорка на 1150 °C у трајању од 30 минута је 8,76 %. Са даљим повећањем времена прегревања на 1150 °C, уочен је пад вредности процентуалног издужења (са 8,76 на 7,70 %) након 120 минута . Незнатни пораст вредности процентуалног издужења (7,90%) се запажа након 480 минута прегревања на 1150 °C.

5.3.1.2. Утицај температуре прегревања на затезне карактеристике легуре *HP40-0,63%Nb*

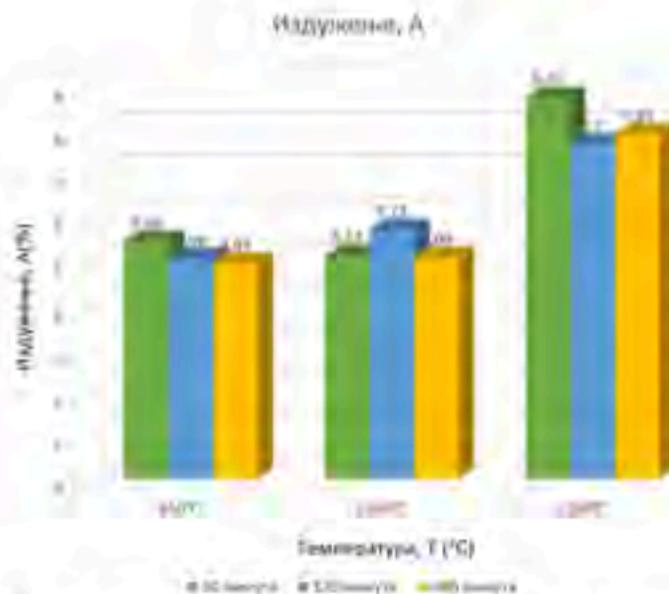
Дијаграми на сликама 5.13-5.15 приказују резултате испитивања механичких особина легуре *HP40-0,63%Nb* након затезања, у зависности од времена прегревања. На основу ових дијаграма може се јасно уочити како различите температуре прегревања утичу на промене затезних карактеристика легуре.



Слика 5.13. Дијаграм напона течења узорка легуре *HP40-0.63%Nb* након краткотрајног прегревања у трајању од 30, 120 и 480 минута



Слика 5.14. Дијаграм напона течења узорка легуре *HP40-0.63%Nb* након краткотрајног прегревања у трајању од 30, 120 и 480 минута



Слика 5.15. Дијаграм напона течења узорка легуре *HP40-0.63%Nb* након краткотрајног прегревања у трајању од 30, 120 и 480 минута

Време прегревања од 30 минута

Узорак легуре *HP40-0.63%Nb* који је прегреван у трајању од 30 минута на температури од 950 °C има вредност напона течења 311 МПа. Повећање температуре прегревања са 950 на 1050 °C довело је до повећања напона течења, а повећање температуре прегревања на 1150 °C довело је до смањења напона течења.

Вредност затезне чврстоће узорка након прегревања трајању од 30 минута на 950 °C је 531 МПа. Повећање температуре прегревања на 1050 и 1150 °C довело је до повећања вредности затезне чврстоће легуре.

Процентуално издужење након прегревања узорка у трајању од 30 минута на 950 °C је 5,46 %. Повећање температуре прегревања на 1050 °C утицало је на смањење процентуалног издужења легуре, а даље повећање температуре прегревања на 1150 °C утицало је на повећање процентуалног издужења.

Време прегревања од 120 минута

Узорак легуре *HP40-0.63%Nb* који је прегреван у трајању од 120 минута на температури од 950 °C има вредност напона течења 346 МПа. Повећање температуре прегревања на 1050 и 1150 °C довело је до смањења вредности напона течења легуре. Повећање температуре прегревања на 1050 и 1150 °C је утицало на повећање затезне чврстоће легуре. Такође, повећање температуре прегревања на 1050 и 1150 °C је утицало на повећање процентуалног издужења.

Време прегревања од 480 минута

Узорак легуре *HP40-0,63%Nb* који је прегреван у трајању од 480 минута на температури од 950 °C има вредност напона течења 342 МПа. Повећање температуре прегревања на 1050 и 1150 °C утицало је на смањење вредности напона течења легуре. Повећање температуре прегревања на 1050 °C утицало је на незнатно смањење вредности затезне чврстоће, а затим повећање температуре прегревања на 1150 °C утицало је на повећање затезне чврстоће легуре. Код узорка прегреваних у трајању од 480 минута, повећање температуре прегревања на 1050 и 1150 °C утицало је на повећање процентуалног издужења.

5.3.1.3. Анализа утицаја прегревања на затезне карактеристике легуре **HP 40-0,63%Nb**

Анализом вредности напона течења легуре *HP40-0,63%Nb* након термичких третмана (табела 5.5), може се уочити да су вредности напона течења знатно више на 950 °C/120 минута него на 1050 и 1150 °C. Затезна чврстоћа се повећала у случају кад је прегревање изведено на вишим температурама 1050 °C/120 минута и 1150 °C/120 минута.

5.3.2. Тврдоћа легуре **HP 40-0,63%Nb**

Резултати испитивања тврдоће су приказани у табели 5.8 за легуру *HP40-0,63%Nb* у ливеном стању и након прегревања.

Највећа вредност тврдоће (232 HV) је код узорка који је прегреван на 1150 °C трајању од 480 минута. Најмања вредност тврдоће (198 HV) је код узорка прегрејаног на температури од 950 °C у трајању од 30 минута.

Табела 5.8. Тврдоћа легуре *HP40-0,63%Nb* у полазном стању и након прегревања на температурама 950, 1050 и 1150 °C у трајању од 30, 120 и 480 минута

Темп. прегревања (°C)	Време прегревања (минуте)	Тврдоћа HV10					Средња вредност	ρ параметар
		1	2	3	4	5		
Полазно стање – Спољашњи део		245	245	245	245	245	245	245
Полазно стање – Бочни део		191	199	191	198	190	194	191
Полазно стање – Унутрашњи део		222	218	222	221	223	221	
950	30	184	205	197	198	199	197	0,4716x10 ⁻¹
950	120	210	205	206	206	206	207	0,2668
950	480	224	224	230	226	228	226	0,1607
1050	30	199	201	199	202	198	200	0,6455x10 ⁻¹
1050	120	207	203	198	206	206	204	0,1654
1050	480	213	235	235	240	238	232	0,8540x10 ⁻¹
1150	30	204	196	204	199	203	201	0,9241x10 ⁻¹
1150	120	204	208	208	209	208	207	0,3105
1150	480	233	230	230	233	232	232	0,5182x10 ⁻¹

5.3.2.1. Утицај температуре прегревања на тврдоћу легуре *HP40-0,63%Nb*

Посматрајући измерене вредности тврдоће које су приказане у табели 5.8, може се уочити да се вредност тврдоће легуре за третман прегревања који је трајао 30 минута повећава са повећањем температуре прегревања. За третман прегревања који је трајао 120 минута тврдоћа легуре се смањила незнатно када је температура прегревања повећана на 1050 °C, а затим је са повећањем температуре прегревања тврдоћа имала исту вредност као након прегревања на 950 °C. И код третмана прегревања који је трајао 480 минута примећено је повећање тврдоће са повећањем температуре прегревања на 1050 °C, а затим до благог смањења тврдоће са повећањем температуре прегревања на 1150 °C.

5.3.2.2. Утицај времена прегревања на тврдоћу легуре *HP40-0,63%Nb*

На основу вредности тврдоће легуре након прегревања на 950 °C у трајању од 30, 120 минута, а затим и у трајању од 480 минута може се уочити да са повећањем времена прегревања долази до повећања тврдоће легуре. Повећање времена прегревања и на температурама од 1050 и 1150 °C је довело до повећања тврдоће легуре.

5.3.2.3. Анализа утицаја прегревања на тврдоћу легуре *HP 40-0,63 %Nb*

На основу резултата микроструктуре узорака од легуре *HP40-0,63%Nb* након свих третмана прегревања (слика 5.33-5.41) и резултата мерења тврдоће (табела 5.8) може се закључити да је присуство великог броја секундарних карбида у аустенитној основи последица повећања вредности тврдоће легуре. Узрок максималне вредности тврдоће узорка третираног на 1150 °C у трајању од 480 минута је растварање секундарних хромових карбида и дифузија угљеника у аустенитну основу.

5.3.3. Затезне карактеристике легуре *HP40-1,5%Nb*

Испитивањем затезањем легуре на собној температури након третмана прегревања добијени су дијаграми зависности напона и деформације чији су типични примери приказани на сликама 5.16-5.24, док су измерене затезне карактеристике дате у табелама 5.9-5.11 за легуру *HP40-1,5%Nb*.

Највећа средња вредност напона течења (394 МПа) је измерена након прегревања узорка на температури 1150 °C од у трајању од 30 минута. Највећа средња вредност затезне чврстоће (467 МПа) је измерена након прегревања узорка на температури 1150 °C у трајању од 120 минута. Највећа средња вредност процентуалног издужења (9,19 %) је измерена након прегревања узорка на температури 1150 °C у трајању од 480 минута.

Најмања средња вредност напона течења (220 МПа) је измерена након прегревања узорка на температури 950 °C у трајању од 30 минута. Најмања средња вредност затезне чврстоће (281 МПа) је измерена након прегревања узорка на температури 950 °C у трајању од 30 минута. Најмања средња вредност процентуалног издужења (0,88 %) је измерена након прегревања узорка на температури 950 °C у трајању од 30 минута.

Табела 5.9. Резултати испитивања напона течења легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на 950, 1050 и 1150 °C у трајању од 30, 120 и 480 минута

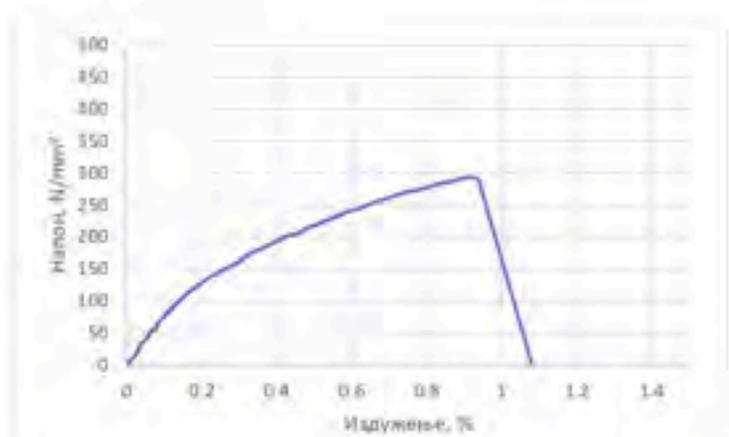
Темп. прегревања (°C)	Време прегревања (минути)	Напон течења $R_{p0.2}$ (MPa)			Средња вредност (MPa)	Стандардна девијација (MPa)	p параметар
		1	2	3			
950	30	225	216	219	220	3,74	$0,1145 \times 10^{-5}$
950	120	293	292	297	294	2,16	$0,4779 \times 10^{-5}$
950	480	302	304	303	303	0,82	$0,1815 \times 10^{-5}$
1050	30	299	296	298	298	1,25	$0,2010 \times 10^{-6}$
1050	120	308	305	299	304	3,74	$0,4808 \times 10^{-5}$
1050	480	315	298	308	307	2,98	$0,5477 \times 10^{-3}$
1150	30	397	391	394	394	2,45	$0,6561 \times 10^{-4}$
1150	120	311	297	298	302	6,38	$0,2737 \times 10^{-3}$
1150	480	308	297	301	302	4,55	$0,8102 \times 10^{-4}$

Табела 5.10. Резултати испитивања затезне чврстоће легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на 950, 1050 и 1150 °C у трајању од 30, 120 и 480 минута

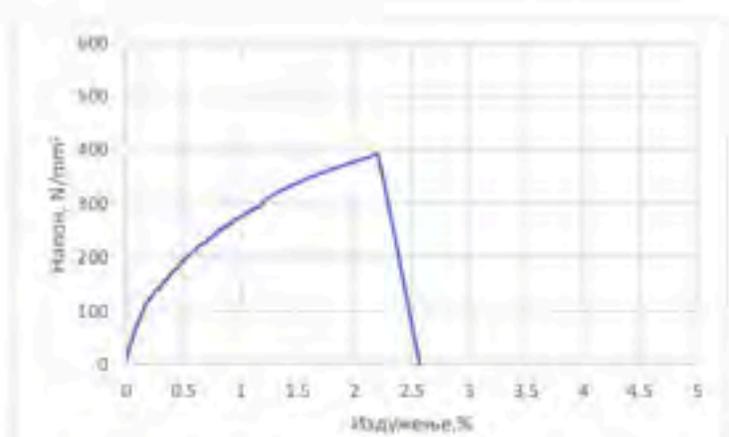
Темп. прегревања (°C)	Време прегревања (минути)	Затезна чврстоћа R_m (MPa)			Средња вредност (MPa)	Стандардна девијација (MPa)	p параметар
		1	2	3			
950	30	294	261	288	281	14,35	$0,546 \times 10^{-1}$
950	120	375	391	395	387	8,64	$0,2111 \times 10^{-3}$
950	480	405	432	421	419	11,09	$0,1449 \times 10^{-3}$
1050	30	378	385	382	382	2,89	$0,3679 \times 10^{-5}$
1050	120	378	383	376	379	2,94	$0,4724 \times 10^{-5}$
1050	480	410	420	415	415	4,08	$0,3289 \times 10^{-5}$
1150	30	474	458	453	462	8,96	$0,1736 \times 10^{-4}$
1150	120	460	481	459	467	10,14	$0,2503 \times 10^{-4}$
1150	480	460	421	432	438	16,42	$0,3700 \times 10^{-3}$

Табела 5.11. Резултати испитивања издужења легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на 950, 1050 и 1150°C у трајању од 30, 120 и 480 минута

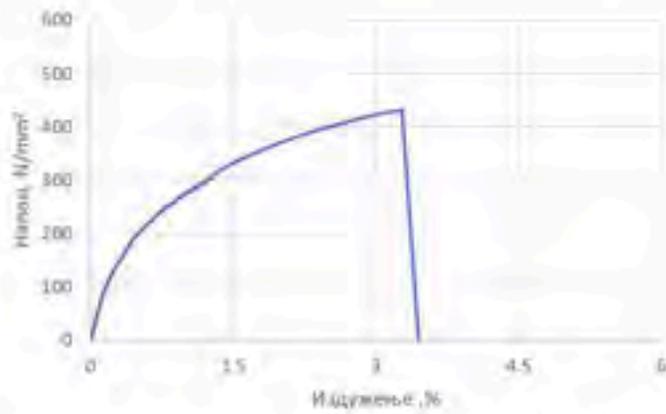
Темп. прегревања (°C)	Време прегревања (минути)	Издужење A (%)			Средња вредност (%)	Стандардна девијација (%)	p параметар
		1	2	3			
950	30	0,83	0,92	0,88	0,88	0,04	$0,1696 \times 10^{-4}$
950	120	2,74	2,20	1,98	2,31	0,32	$0,1296 \times 10^{-2}$
950	480	2,29	3,28	2,79	2,79	0,40	$0,6340 \times 10^{-2}$
1050	30	2,74	2,43	2,59	2,59	0,13	$0,3859 \times 10^{-3}$
1050	120	2,55	2,80	2,34	2,56	0,19	$0,6414 \times 10^{-3}$
1050	480	3,61	4,38	4,00	4,00	0,31	0,1515
1150	30	7,48	6,07	6,78	6,78	0,58	$0,5906 \times 10^{-2}$
1150	120	6,42	7,80	5,58	6,60	0,92	$0,3239 \times 10^{-1}$
1150	480	6,88	11,5	9,19	9,19	1,89	$0,2443 \times 10^{-1}$



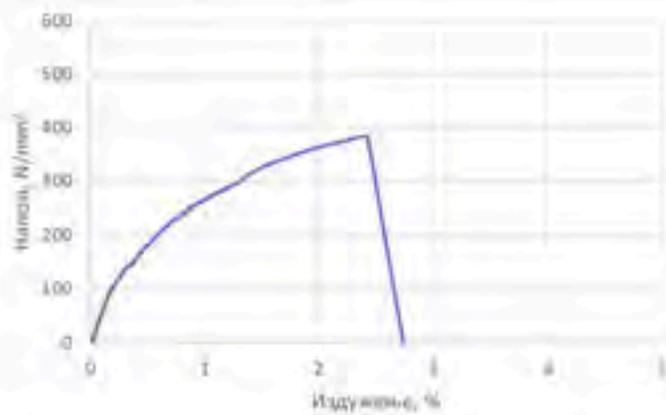
Слика 5.16. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-1,5%Nb* након третмана прегревања на 950 °C у трајању 30 минута



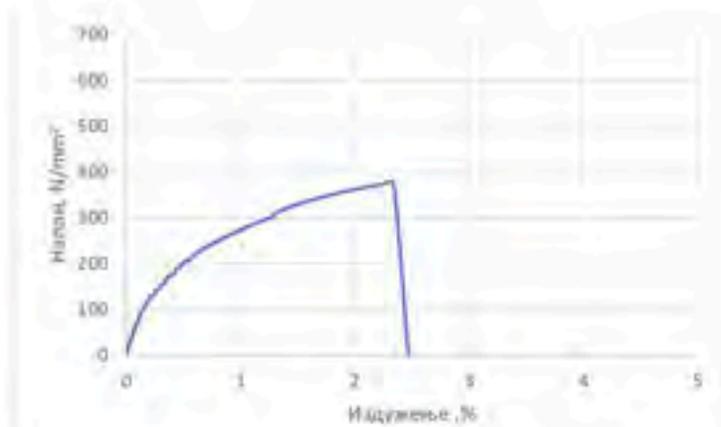
Слика 5.17. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-1,5%Nb* након третмана прегревања на 950 °C у трајању 120 минута



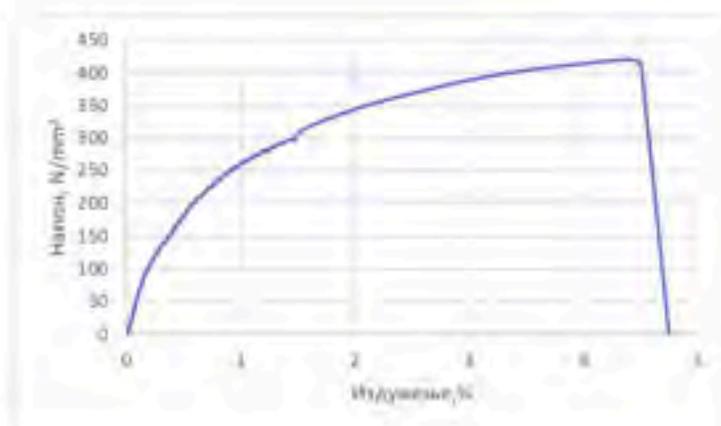
Слика 5.18. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-1,5%Nb* након третмана прегревања на 950 °C у трајању 480 минута



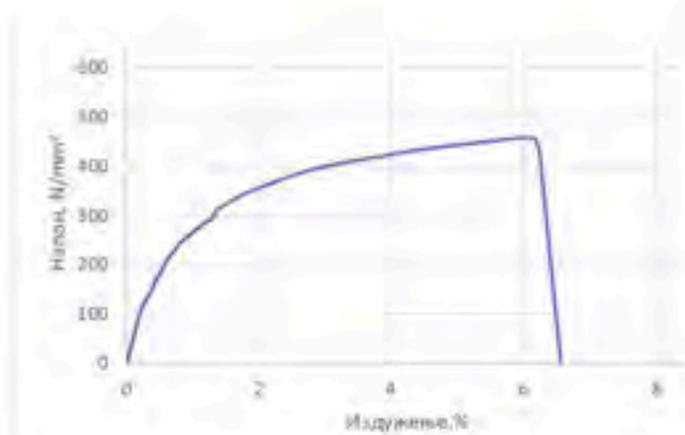
Слика 5.19. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-1,5%Nb* након третмана прегревања на 1050 °C у трајању 30 минута



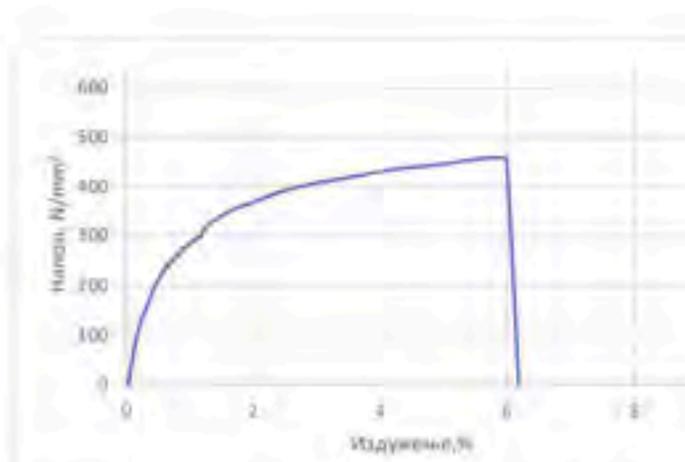
Слика 5.20. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-1,5%Nb* након третмана прегревања на 1050 °C у трајању 120 минута



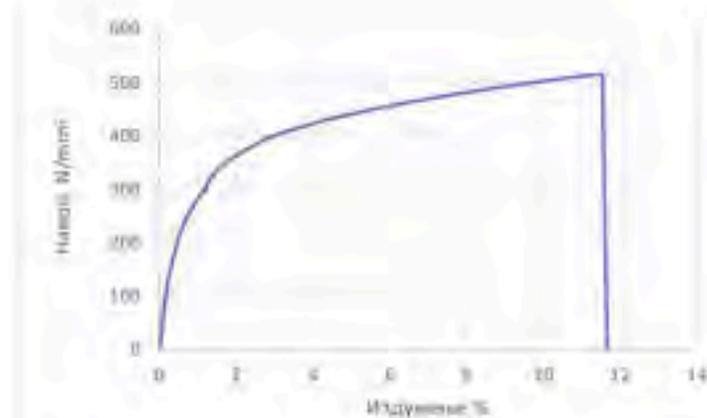
Слика 5.21. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-1,5%Nb* након третмана прегревања на 1050 °C у трајању 480 минута



Слика 5.22. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-1,5%Nb* након третмана прегревања на 1150 °C у трајању 30 минута



Слика 5.23. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-1,5%Nb* након третмана прегревања на 1150 °C у трајању 120 минута



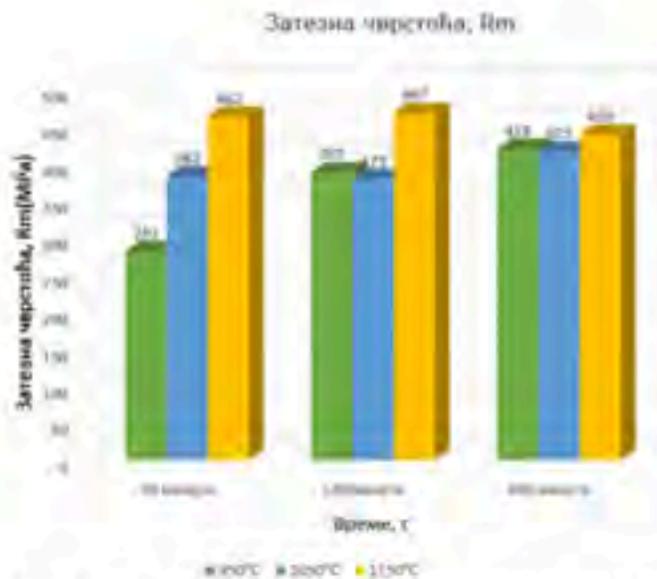
Слика 5.24. Дијаграм зависности напон – деформација легуре *HP40-1,5%Nb* након третмана прегревања на 1150 °C у трајању 480 минута

5.3.3.1. Утицај времена прегревања на затезне карактеристике легуре *HP40-1,5%Nb*

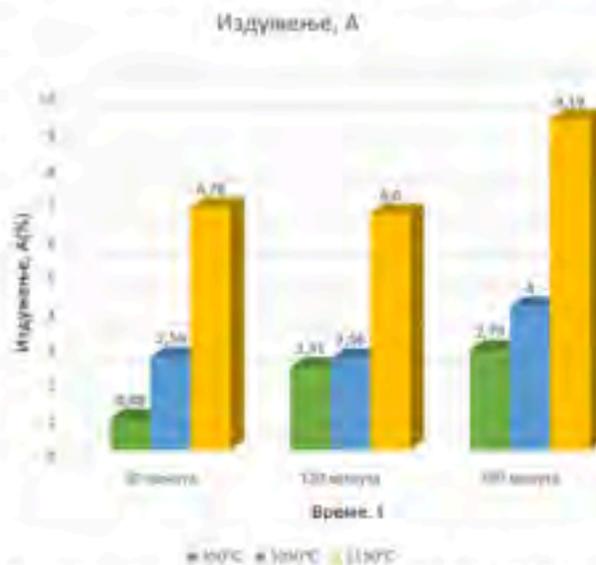
Дијаграми на сликама 5.25-5.27 приказују резултате испитивања механичких особина легуре *HP40-1,5%Nb* након затезања, у зависности од времена прегревања. На основу ових дијаграма може се јасно уочити како различити временски интервали прегревања утичу на промене затезних карактеристика легуре.



Слика 5.25. Дијаграм напона течења узорка легуре *HP40-1,5%Nb* након краткотрајног прегревања у трајању од 30, 120 и 480 минута



Слика 5.26. Дијаграм затезне чврстоће узорака легуре *HP40-1,5%Nb* након краткотрајног прегревања у трајању од 30, 120 и 480 минута



Слика 5.27. Дијаграм издужења узорака легуре *HP40-1,5%Nb* након краткотрајног прегревања у трајању од 30, 120 и 480 минута

Температура прегревања 950°C

Узорак легуре *HP40-1,5%Nb* који је прегреван на температури од 950 °C у трајању од 30 минута има вредност напона течења 220 МПа. Прегревањем узорка легуре *HP40-1,5%Nb* са дужим интервалом у трајању од 120 минута напон течења се повећао на 294 МПа, а даљим повећањем времена прегревања на 480 минута дошло је до даљег повећања напона течења на 303 МПа.

Вредност затезне чврстоће узорка након прегревања на 950 °C у трајању од 30 минута је 281 МПа. Прегревањем узорка легуре са дужим интервалом у трајању од 120 минута затезна чврстоћа се значајно повећала на 387 МПа, а даљим повећањем времена прегревања на 480 минута дошло је до око два пута мањег повећања затезне чврстоће на 419 МПа.

Процентуално издужење након прегревања узорка на 950 °C у трајању од 30 минута је 0,88 %. Повећање времена прегревања на 120 минута и 480 минута утицало је на једнако повећање проценталног издужења на 2,31 % и 2,79 %, респективно.

Температура прегревања 1050°C

Узорак легуре *HP40-1,5%Nb* који је прегреван на температури од 1050 °C у трајању од 30 минута има вредност напона течења 289 МПа. Прегревањем узорка легуре *HP40-1,5%Nb* са дужим интервалом у трајању од 120 минута и 480 минута напон течења се врло мало повећао на 304 МПа и 307 МПа.

Вредност затезне чврстоће узорка након прегревања на 1050 °C у трајању од 30 минута је 382МПа. Прегревањем узорка легуре са дужим интервалом у трајању од 120 минута затезна чврстоћа се веома мало смањила на 379 МПа, а даљим повећањем времена прегревања на 480 минута дошло је до повећања затезне чврстоће на 415 МПа. Процентуално издужење узорка након прегревања на 1050 °C у трајању од 30 минута износи 2,59 %. Повећањем времена прегревања на 120 минута дошло је до незнатног смањења издужења на 2,56 %, а затим даљим повећањем времена прегревања на 480 минута дошло је до повећања процентуалног издужења на 4,0 %.

Температура прегревања 1150°C

Узорак легуре *HP40-1,5%Nb* који је прегреван на температури од 1150 °C у трајању од 30 минута има вредност напона течења 394 МПа. Прегревањем узорка легуре *HP40-1,5%Nb* са дужим интервалом у трајању од 120 минута вредност напона течења се веома смањила (302 МПа). Са даљим повећањем трајања прегревања на 480 минута вредност напона течења се није мењала (302 МПа).

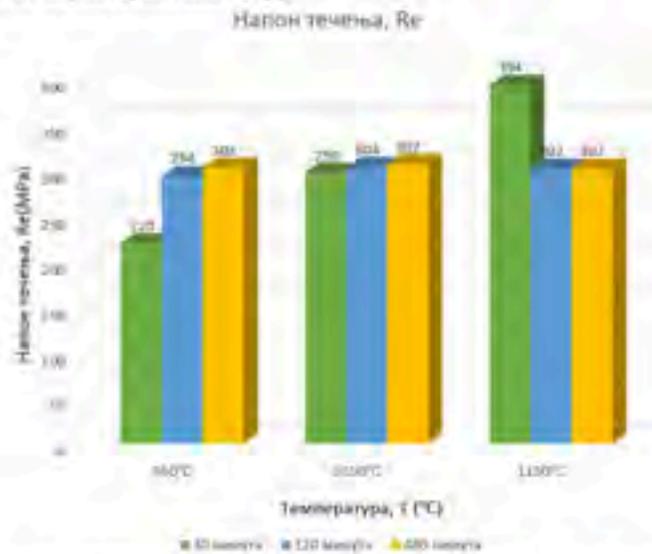
Вредност затезне чврстоће узорка након прегревања на 1150 °C у трајању од 30 минута је 462 МПа. Прегревање узорка на 1150 °C у трајању од 120 минута утицало је на благо повећање (467 МПа), 480 минута утицало је на смањење затезне чврстоће (438 МПа).

Вредност процентуалног издужења након прегревања узорка на 1150 °C у трајању од 30 минута је 6,78 %. Повећањем времена прегревања на 120 минута процентуално издужење се веома мало смањило па 6,6 %, а повећањем времена прегревања на 480 минута се вредност процентуалног издужења значајно повећала на 9,19 %.

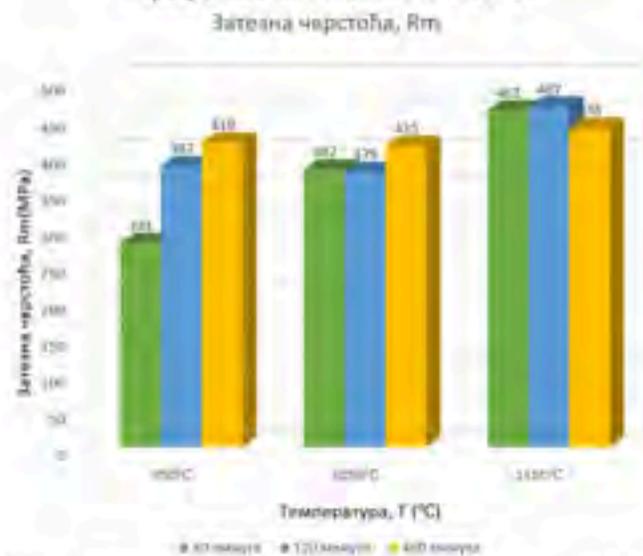
5.3.3.2. Утицај температуре прегревања на затезне карактеристике легуре HP 40-1,5%Nb

Дијаграми на сликама 5.28-5.30 приказују резултате испитивања механичких особина легуре *HP40-1,5%Nb* након затезања, у зависности од температуре прегревања. На основу

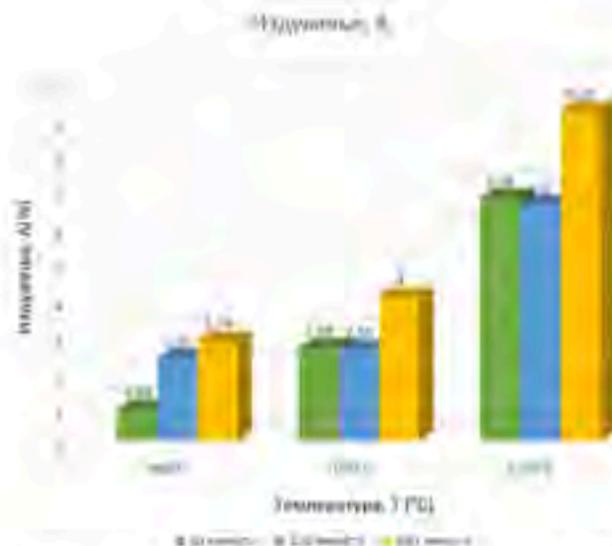
ових дијаграма може се јасно уочити како различите температуре прегревања утичу на промене затезних карактеристика легуре.



Слика 5.28. Дијаграм напона течења узорака легуре *HP40-1,5%Nb* након краткотрајног прегревања на 950, 1050 и 1150 °C



Слика 5.29. Дијаграм затезне чврстоће узорака легуре *HP40-1,5%Nb* након краткотрајног прегревања на 950, 1050 и 1150 °C



Слика 5.30. Дијаграм процентуалног издужења узорка легуре *HP40-1,5%Nb* након краткотрајног прегревања на 950, 1050 и 1150 °C.

Време прегревања од 30 минута

Узорак легуре *HP40-1,5%Nb* који је прегреван у трајању од 30 минута на температури од 950 °C има вредност напона течења 220 МПа. Повећање температуре прегревања са 950 °C на 1050 °C довело је до повећања напона течења (298 МПа), а повећање температуре прегревања на 1150 °C довело је до повећања напона течења за још већу вредност (394 МПа).

Вредност затезне чврстоће узорка након прегревања трајању од 30 минута на 950 °C је 281 МПа. Повећање температуре прегревања на 1050 и 1150 °C довело је до великог повећања вредности затезне чврстоће легуре (382 МПа и 462 МПа).

Процентуално издужење након прегревања узорка у трајању од 30 минута на 950 °C је 0,88 %. Повећање температуре прегревања утицало је на повећање процентуалног издужења легуре, прегревањем на 1050 °C издужење је 2,59 % и прегревањем на 1150 °C издужење је 6,78 %.

Време прегревања од 120 минута

Узорак легуре *HP40-1,5%Nb* који је прегреван у трајању од 120 минута на температури од 950 °C има вредност напона течења 294 МПа. Повећање температуре прегревања на 1050 °C довело је до благог повећања вредности напона течења легуре (304 МПа), а затим повећањем температуре прегревања на 1150 °C довело је до незнатног смањења вредности напона течења легуре (302 МПа).

Затезна чврстоћа узорка прегреваног у трајању од 120 минута на 950 °C је 387 МПа, а повећањем температуре прегревања на 1050 °C благо је смањена на 379 МПа. Даље повећање температуре прегревања утицало је на повећање затезне чврстоће легуре (467 МПа).

Процентуално издужење узорка који је прегреван у трајању од 120 минута на 950 °C је 2,31 %. Повећање температуре прегревања довело је до повећања процентуалног издужења. Прегревање у трајању од 120 минута на 1050 °C утицало је на повећање издужења на 2,56 %, а затим повећање температуре на 1150 °C на повећање издужења на 6,6 %.

Време прегревања од 480 минута

Узорак легуре *HP40-1,5%Nb* који је прегреван у трајању од 480 минута на температури од 950 °C има вредност напона течења 303 МПа. Повећање температуре прегревања на 1050 и 1150 °C утицало је веома мало повећање (307 МПа), а затим на веома мало смањење вредности напона течења легуре (302 МПа).

Повећање температуре прегревања на 1050 °C утицало је на незнатно смањење затезне чврстоће (379 МПа), а затим повећање температуре прегревања на 1150 °C утицало је на повећање затезне чврстоће легуре (462 МПа).

Код узорака прегреваних у трајању од 480 минута, повећање температуре прегревања на 1050 и 1150 °C утицало је на повећање процентуалног издужења (4,0 % и 9,19 %).

5.3.4. Тврдоћа легуре *HP40-1,5%Nb*

Резултати испитивања тврдоће су приказани у табели 5.12 за легуру *HP40-1,5%Nb* у ливеном стању и након прегревања. Највећа вредност тврдоће (212 HV) је код узорка који је прегреван на 1150 °C трајању од 480 минута. Најмања вредност тврдоће (174 HV) је код узорка прегрејаног на температури од 1050 °C у трајању од 120 минута.

Табела 5.12. Тврдоћа легуре *HP40-1,5%Nb* у полазном стању и након прегревања на температурама 950, 1050 и 1150 °C у трајању од 30, 120 и 480 минута

Температура прегревања (°C)	Време трајања прегревања (минуте)	Тврдоћа HV10					Средња вредност	p параметар
		1	2	3	4	5		
Полазно стање – Спољашњи део		191	183	191	190	184	188	
Полазно стање – Бочни део		191	199	191	198	190	194	
Полазно стање – Унутрашњи део		186	183	186	183	187	185	
950	30	187	187	181	184	186	185	0,8302
950	120	187	184	188	185	186	186	0,3981
950	480	206	203	205	205	206	205	0,853x10 ⁻⁸
1050	30	182	180	183	180	180	181	0,4716x10 ⁻¹
1050	120	177	173	172	173	175	174	0,2135x10 ⁻³
1050	480	191	189	191	190	189	190	0,6271x10 ⁻²
1150	30	176	176	176	175	177	176	0,3263x10 ⁻³
1150	120	184	173	176	179	179	178	0,2392x10 ⁻¹
1150	480	209	209	224	208	210	212	0,3531x10 ⁻⁶

5.3.4.1. Утицај температуре прегревања на тврдоћу легуре *HP40-1,5%Nb*

Посматрајући измерене вредности тврдоће које су приказане у табели 5.12, може се уочити да се вредност тврдоће легуре за третман прегревања који је трајао 30 минута смањује са повећањем температуре прегревања (181 HV, 176 HV). За третман прегревања који је трајао 120 минута тврдоћа легуре се смањила када је температура прегревања повећана на 1050 °C (174 HV), а затим је са повећањем температуре прегревања на 1150 °C тврдоћа се минимално повећала (178 HV). И код третмана прегревања који је трајао 480 минута примећено је смањење тврдоће са повећањем температуре прегревања на 1050 °C (190 HV), а затим до повећања тврдоће са повећањем температуре прегревања на 1150 °C (212 HV).

5.3.4.2. Утицај времена прегревања на тврдоћу легуре *HP40-1,5%Nb*

На основу вредности тврдоће легуре након прегревања на 950 °C у трајању од 30 минута, 120 минута а затим и у трајању од 480 минута може се уочити да са повећањем времена прегревања долази до повећања тврдоће легуре. Повећање времена прегревања и на температурама од 1050 и 1150 °C је довело до повећања тврдоће легуре.

5.3.4.3. Анализа утицаја прегревања на тврдоћу легуре *HP40-1,5%Nb*

Вредност тврдоће узорака се смањивала са порастом температуре. Време прегревања од 480 минута је за све температуре прегревања утицало на највећу вредност тврдоће. Максимална вредност тврдоће је постигнута код узорка третираног на 1150 °C у трајању од 480 минута.

5.4. Микроструктура

5.4.1. Микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* у полазном стању

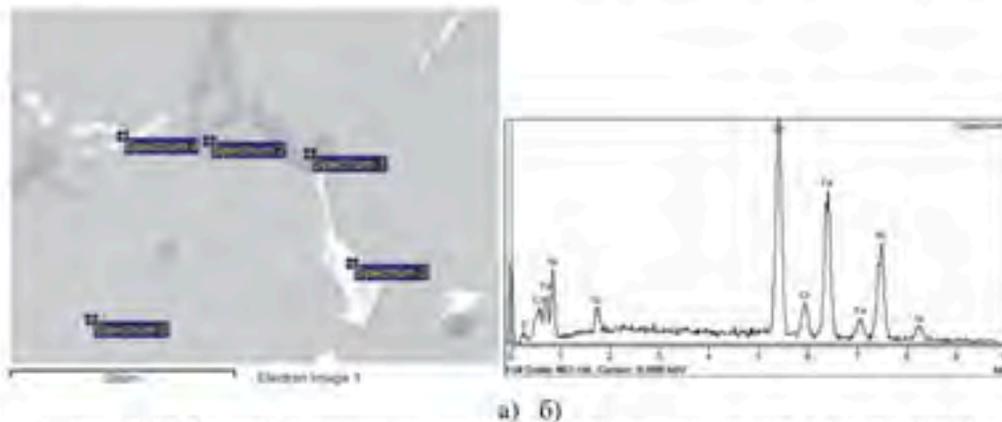
Микроструктура узорака у полазном стању састоји се од дендритне аустенитне основе и мреже примарних еутектичких карбида скелетног облика, који се издвајају на границама зрна и између дендрита (слика 5.31а). При већем увећању, на основу контраста повратно расејаних електрона (*BSE*), могу се уочити две врсте честица фаза различите морфологије на границама зрна (слика 5.31б). Као што се може видети на слици 5.31б, једна је фаза (тамно сива фаза) има ламеларну односно скелетну карактеристику, док је друга фаза (бела фаза) са карактеристикама ситнијих честица. Слика 5.32 приказује *SEM-BSE* микрографију *HP40-0,63%Nb* легуре у ливеном стању, док су резултати *EDS* анализе дати у табели 5.13. Као што се види на слици 5.32а, микроструктура се састоји од аустенитне основе (Спектар 5, табела 5.13) и мреже примарних карбида две врсте: богатих ниобијумом (светле честице на слици 5.32а, Спектар 3 и 4, табела 5.13), и богати хромом (тамне честице на слици 5.32а, Спектар 1 и 2, табела 5.13). Разлика у боји примарних карбида ниобијума и хрома која се уочава у микроструктури испитиваног материјала снимљена помоћу *SEM-BSE* технике јавља се захваљујући разлици у атомском броју између ниобијума и хрома (што већи број – то је светлија честица). Ову технику за идентификацију карбида код ливених челика отпорних на топлоту користили су и други истраживачи [22-24]. На основу *SEM-BSE* слике микроструктуре и дијаграма за спектар 2 (слика 5.32б) и рендгеноструктурне анализе узорка легуре *HP40-0,63%Nb* у полазном

стању (слика 5.54 и табела 5.29), може се извести закључак да су тамни карбиди, комплексни хромни карбиди типа $M_{23}C_6$, док је светла фаза (које има мало) су комплексни карбиди ниобијума типа MC , и да су у микроструктури присутни трагови $Nb_3Cr_4Si_5$ и Cr_7C_3 .

Карбиди на границама дендрита појављују се у ламеларном или скелетном облику. Карбиди богати ниобијумом су стабилнији на високим температурама у поређењу са секундарним хромовим карбидима [38,152].



Слика 5.31. Микроструктура узорка легуре $HP40-0,63\%Nb$ у полазном стању: а) увећање $\times 100$ (светлосни микроскоп), б) увећање $\times 500$ (SEM микроскоп, BSE)



Слика 5.32. Микрофотографија приказаних фаза у полазном стању легуре $HP40-0,63\%Nb$: а) SEM микрофотографија (BSE), б) EDS спектар карбида M_7C_3 ($M = Cr, Ni, Fe$) у тачки 2 испитивања (Спектар 2)

Табела 5.13. Хемијски састав (ат. %) излучених фаза у легури *HP40-0,63%Nb*, у складу са сликом 5.32

Тачка испитивања	C	Si	Pi	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
Спектар 1	36,97			54,39		6,92	1,72	
Спектар 2	15,83	3,41		28,73		27,11	24,93	
Спектар 3	44,98		4,30	4,62		2,56	1,80	41,73
Спектар 4	38,99	1,52	1,02	11,78		10,03	8,49	28,16
Спектар 5	10,76	2,56		22,12	0,94	34,03	29,58	

5.4.2. Утицај прегревања на микроструктуру легуре *HP40-0,63%Nb*

Време прегревања од 30 минута

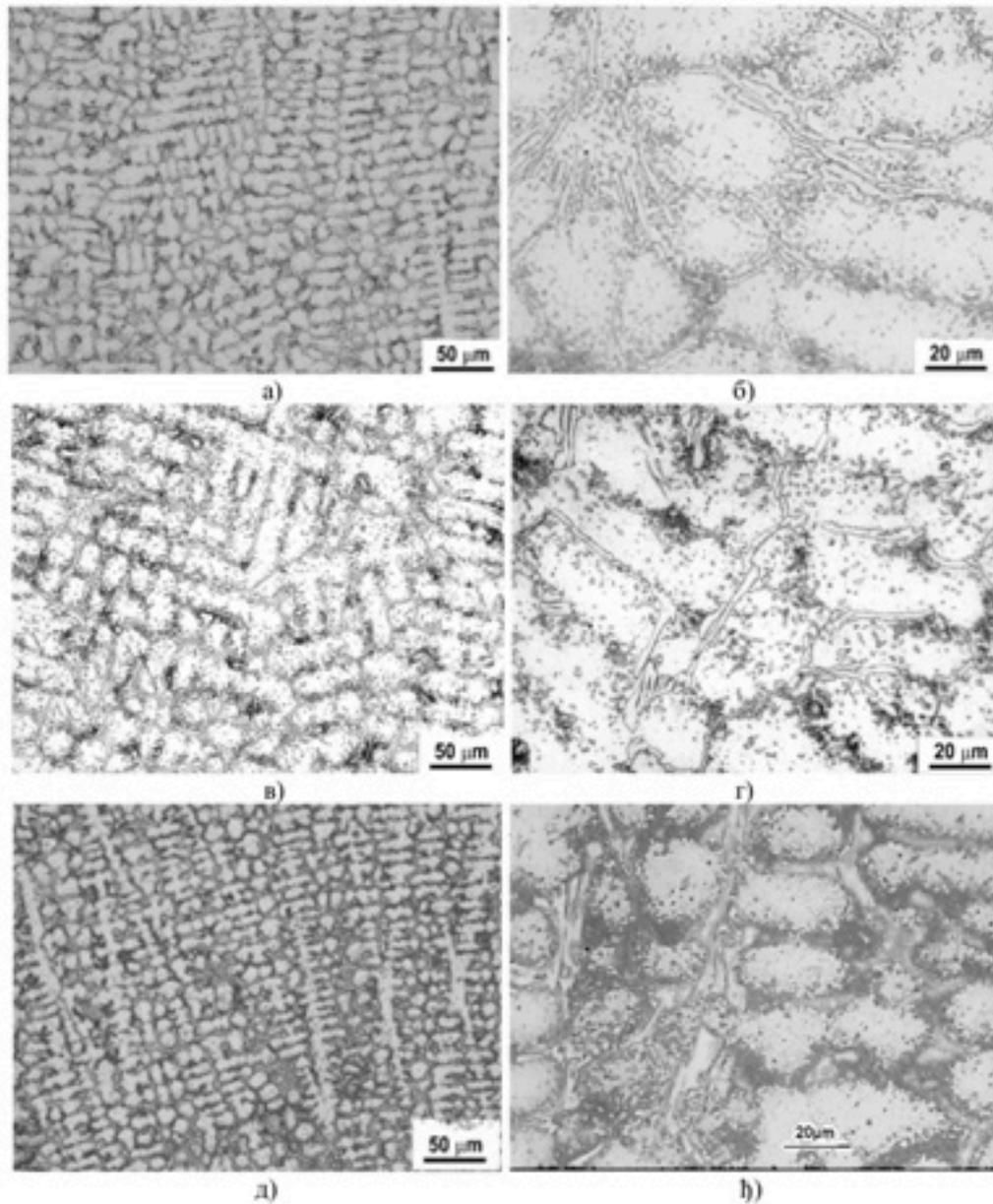
На слици 5.33а,б приказана је микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 950 °C у трајању од 30 минута. Микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и мреже примарних карбида облика скелета смештених дуж граница дендрита. Након прегревања на 950 °C у трајању од 30 мин, врло фини талог секундарних карбида хрома присутан је у аустенитној основи тзв. интердендритни карбиди. У микроструктури запажа се такође, и велика количина интрадендритних карбида који су распоређени дуж дендритних граница у близини примарних карбида хрома. Добро је познато да је угљеник презасићен у аустенитној основи центрифугално ливене *HP40-Nb* легуре [17,153]. Стога, када је једном изложен повишеним температурама, угљеник има тенденцију да се таложи из основе хемијски везујући се са хромом или ниобијумом [122]. Ниобијум први везује се са угљеником формирајући карбид ниобијума током очвршћавања легуре. Хром затим привлачи слободни угљеник који је остао у аустенитној основи формирајући хромове карбиде [122]. Стога је карбид ниобијума MC стабилнији од хромних карбида $M_{23}C_6$. У раним фазама експлоатације, садржај интрадендритских карбида почиње да расте све до достизања максималне вредности [78].

Током процеса старења при високим температурама, брзина дифузије атома угљеника се повећава, а презасићени атоми угљеника реагују са хромом у аустенитној основи и формирају секундарне карбиде богате хромом $M_{23}C_6$ у виду талоба у аустенитној основи [122].

На слици 5.33в,г приказана је микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 1050 °C у трајању од 30 минута. При истом времену прегревања, ако се температура прегревања повећа на 1050 °C у микроструктури се уочава већа количина секундарних карбида која се таложи у близини граница зрна, вероватно због нестабилности карбида M_7C_3 богатог са хромом на границама зрна који се раствара (тј. дисоције у основу) и таложи се у близини границе дендрита у облику комплексних хромних $M_{23}C_6$ карбида. То је зато што иако је $M_{23}C_6$ стабилна фаза, није стабилна током рада на високим температурама [154].

На слици 5.33д,ђ приказана је микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 1150 °C у трајању од 30 минута. У микроструктури која је прегревана на 1150 °C/30 минута запажа се да се постепено смањује број секундарних карбида у

аустенитној основи, величина секундарних карбида смањује, а карбид богат хромом на граници зрна постепено постаје грубљи и развија се у виду блока. То је зато што нако је $M_{23}C_6$ стабилна фаза, није стабилна током рада на високим температурама [155].



Слика 5.33. Микроструктура легуре (LM) HP40-0.63%Nb након прегревања на температури од а,б) 950 °C, в,г) 1050 °C и д,ђ) 1150 °C у трајању од 30 минута

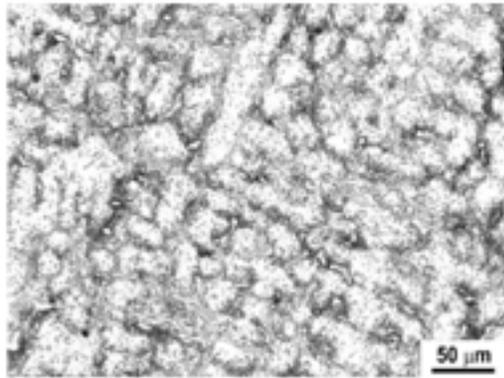
Време прегревања од 120 минута

На слици 5.34а-г приказана је микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 950 °C у трајању од 120 минута. Микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и непрекидане мреже примарних карбида облика скелета смештених дуж граница дендрита. У аустенитној основи у близини примарних карбида и у међудендритном простору излучена је велика количина секундарних карбида. Резултати *EDS* анализе фаза у узорку третираном на 950 °C у трајању од 120 минута, посматрани на *SEM* микрофотографији на слици 5.35, дати су у табели 5.14. Микроструктура се састоји од аустенитне основе (Спектар 1, 2, 3) и две врсте карбида: једни богати ниобијумом (бела фаза) - Спектар 5, и други богати са хромом (тамносива фаза) - Спектар 4. На основу слике 5.35 и 5.57, као и табела 5.14 и 5.30 може се уочити да су тамни карбиди карбиди типа $M_{23}C_6$ ($M=Cr$), светли карбиди су карбиди типа MC ($M=Nb$) и присутни су трагови ниобијум хром никл силицида – $Nb_3Ni_2Cr_2Si_6$ и оксида хрома (Cr_2O_3).

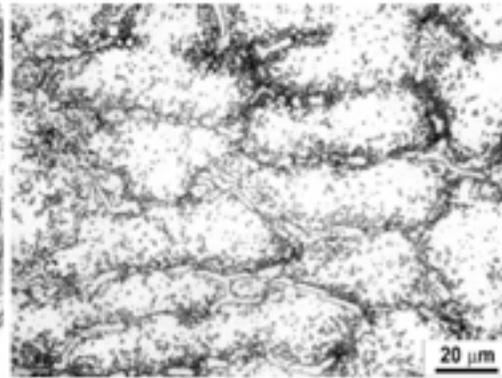
Количина секундарних карбида расте са временом старења (120 минута), као што је приказано на слици 5.35а. Запажа се да у микроструктури легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 950 °C у трајању од 120 минута више финих секундарних карбида таложи се у аустенитној основи и агломерира дуж граница зрна.

На слици 5.34д,ђ приказана је микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 1050 °C у трајању од 120 минута. Микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и непрекидане мреже примарних карбида облика скелета смештених дуж граница дендрита. У аустенитној основи у близини примарних карбида и у међудендритном простору излучена је велика количина секундарних карбида. На основу слика 5.36 и 5.59 може се уочити да се примарни карбиди хрома потпуно трансформишу из M_7C_3 у $M_{23}C_6$. Секундарни карбиди су уочени унутар аустенитне основе близу примарних карбида. Треба напоменути да се мања количина игличастих карбида типа $M_{23}C_6$ ($M = Cr, Ni, Fe$) формирала у аустенитној основи и количина секундарних карбида се повећала са порастом температуре прегревања на 1050 °C.

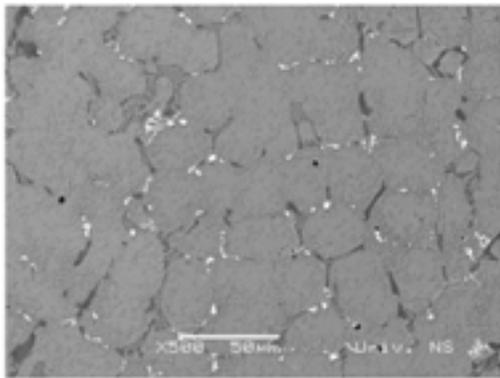
На слици 5.34е,ж приказана је микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 1150 °C у трајању од 120 минута. Микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и непрекидане мреже примарних карбида облика скелета смештених дуж граница дендрита. Примарни карбиди су коагулисали и међусобно се спојили. У аустенитној основи у близини примарних карбида присутна је велика количина финих секундарних карбида, а у међудендритном простору су се јавиле зоне без секундарних карбида. Секундарни карбиди су се количински смањили али је видљиво њихово укрупњавање [155]. Као резултат прегревања на температури 1150 °C у трајању од 120 минута уочава се да су се у зонама између дендрита издвојили секундарни карбиди глобуларног облика. На основу слика 5.35 и 5.37 може се закључити да повећање температуре са 1050 °C на 1150 °C није утицало на промену типа карбида присутних у микроструктури.



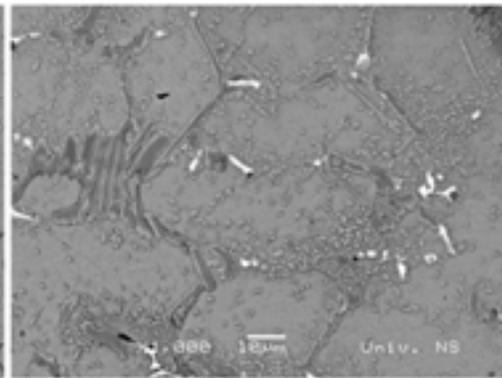
a)



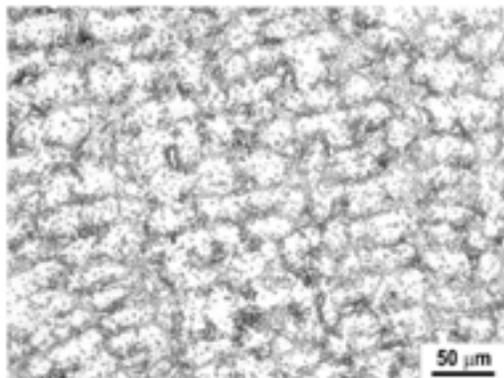
b)



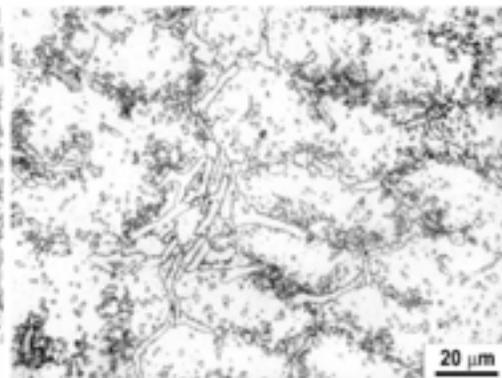
c)



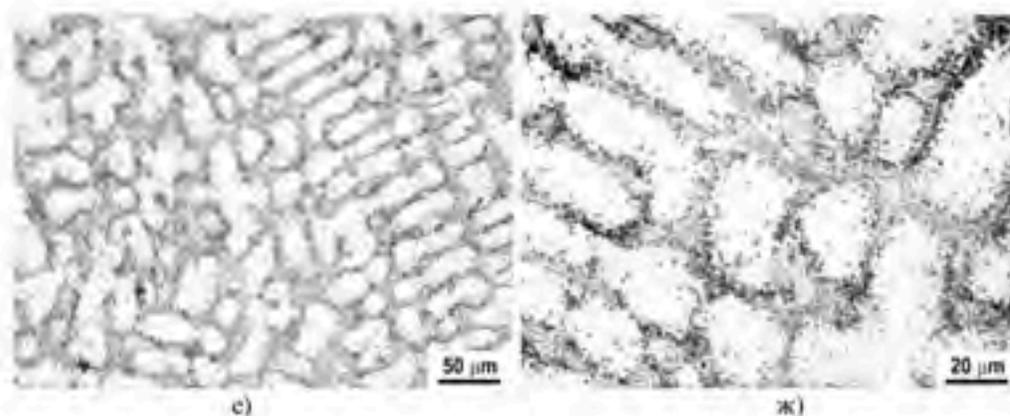
d)



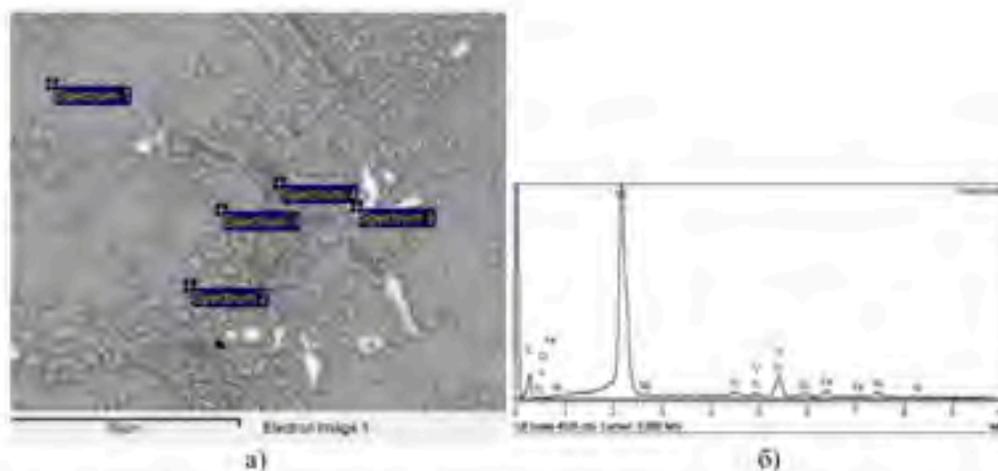
e)



f)



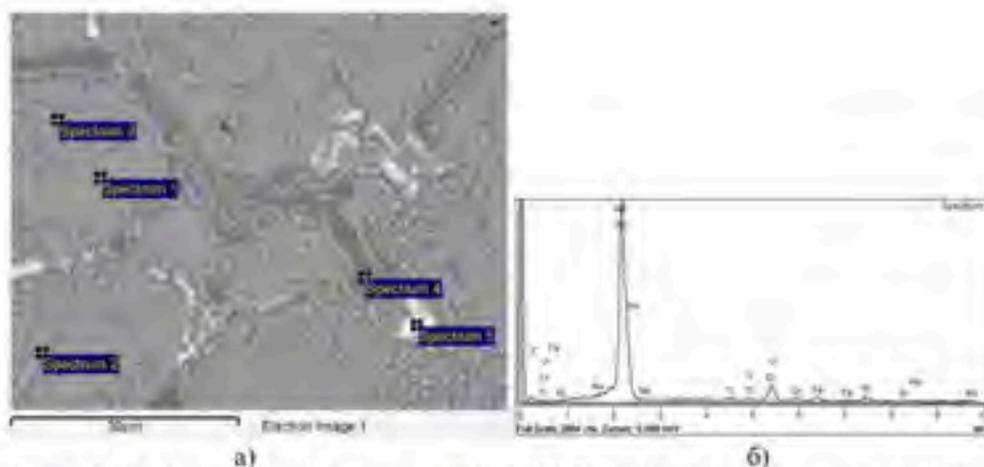
Слика 5.34. Микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од а-г) 950 °C, д,ђ) 1050 °C и е,ж) 1150 °C у трајању од 120 минута; а,б,д,ђ,е,ж) – LM, в,г) – SEM.



Слика 5.35. Микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 950 °C у трајању од 120 минута: а) SEM микрофотографија, б) EDS спектар MC карбида (*M-Nb*) при испитивању у тачки 5 (Спектар 5)

Табела 5.14. Хемијски састав (ат. %) излучених фаза у легури *HP40-0,63%Nb*, у складу са сликом 5.35

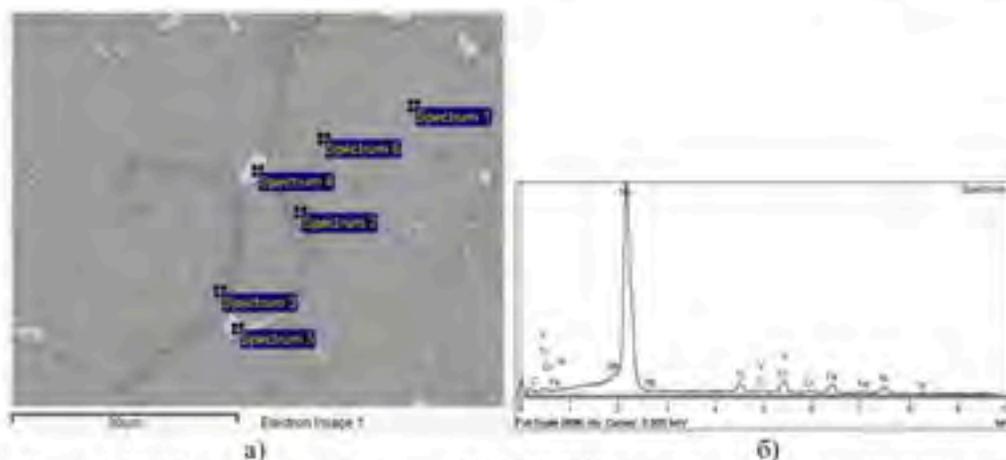
Тачка испитивања	C	Si	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
Спектар 1	30,96	2,04			16,93	1,00	25,62	23,46	
Спектар 2	38,71	2,24			20,75	0,86	18,29	19,15	
Спектар 3	58,54	1,08			13,85	0,74	13,13	12,66	
Спектар 4	61,09			0,21	32,49	0,55	4,33	1,33	
Спектар 5	79,87		0,45	0,26	3,15		1,24	1,22	13,82



Слика 5.36. Микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 1050°C у трајању од 120 минута: а) SEM микрофотографија, б) EDS спектар MC карбида (*M=Nb*) при испитивању у тачки 5 (Спектар 5)

Табела 5.15. Хемијски састав (ат. %) излучених фаза у легури *HP40-0,63%Nb*, у складу са сликом 5.36

Тачка испитивања	C	Si	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
Спектар 1	17,58	3,15			19,30	1,11	29,98	28,71	0,16
Спектар 2	25,06	2,40			26,53	1,32	23,00	21,68	
Спектар 3	18,21	2,81			23,22	1,25	28,01	26,51	
Спектар 4	25,63			0,36	60,91	1,23	8,63	3,25	
Спектар 5	56,24		0,48	0,37	6,02		1,75	2,61	32,54



Слика 5.37. Микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 1150 °C у трајању од 120 минута: а) SEM микрофотографија, б) EDS спектар MC карбида (*M=Nb*) при испитивању у тачки 4 (Спектар 4)

Табела 5.16. Хемијски састав (ат. %) излучених фаза у легури *HP40-0,63%Nb*, у складу са сликом 5.37

Тачка испитивања	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Ti</i>	<i>V</i>	<i>Cr</i>	<i>Mn</i>	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>Nb</i>
Спектар 1	18,18	3,24			19,63	1,27	29,48	28,20	
Спектар 2	34,04				47,88	0,99	10,95	6,13	
Спектар 3	33,77				47,95	1,06	11,29	5,92	
Спектар 4	69,05		1,77	0,21	2,90		2,54	2,41	21,12
Спектар 5			6,65	0,58	9,83		4,17	3,18	75,33
Спектар 6	15,89	2,24			30,73	1,23	26,11	23,80	

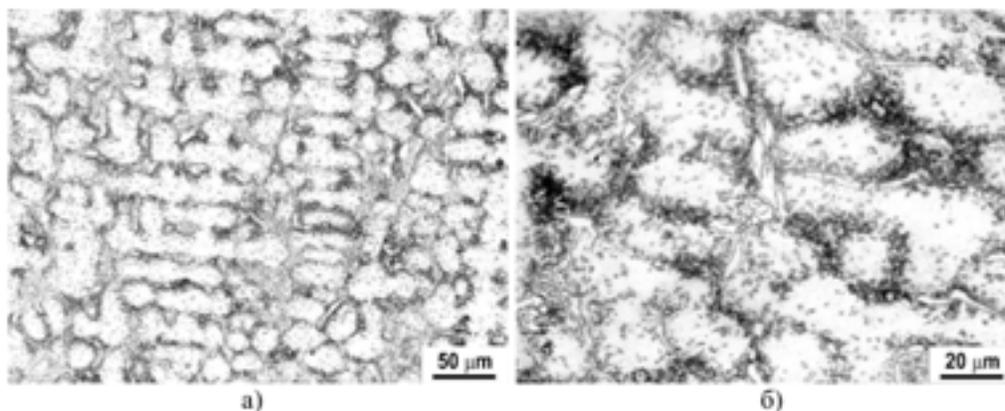
Време прегревања од 480 минута

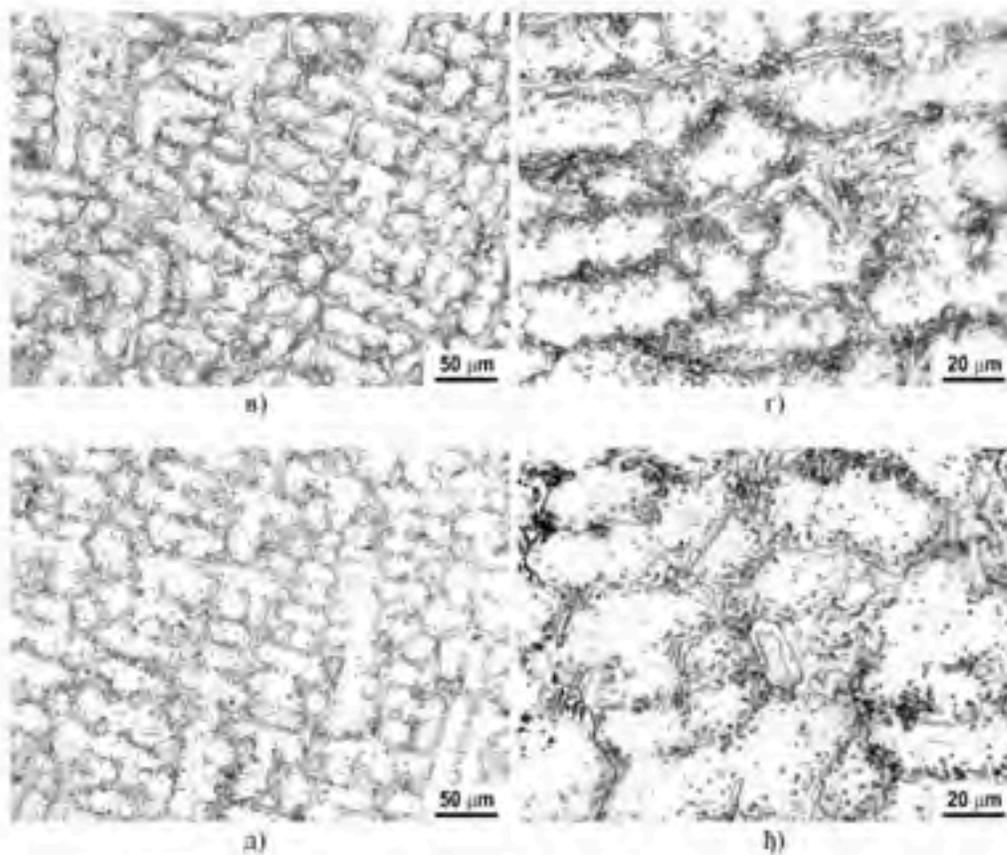
На слици 5.38а,б приказана је микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 950 °C у трајању од 480 минута. Микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и испрекидане мреже примарних карбида облика скелета смештених дуж граница дендрита. Унутар дендрита излучена је велика количина секундарних карбида.

На слици 5.38в,г приказана је микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 1050 °C у трајању од 480 минута. У близини примарних карбида који се налазе дуж граница дендрита издвојила се велика количина финих секундарних карбида.

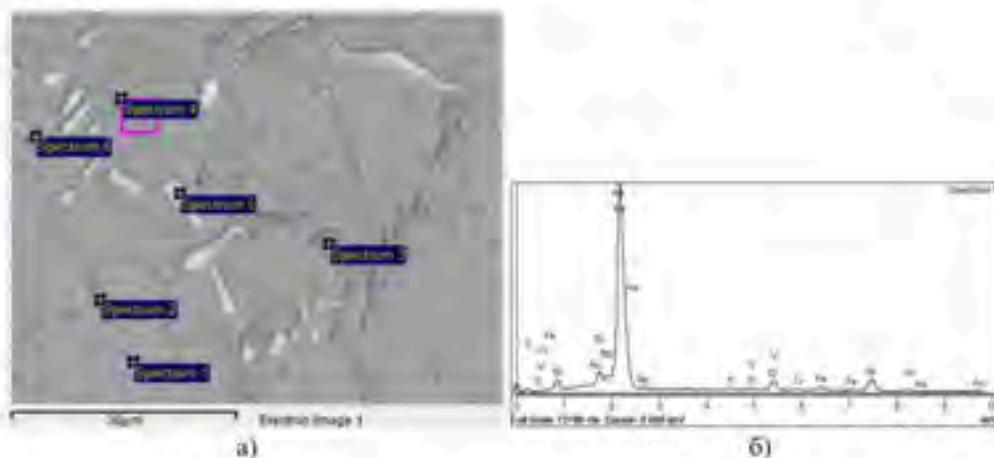
На слици 5.38д,ђ приказана је микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 1150 °C у трајању од 480 минута. У аустенитној основи може се уочити мала количина секундарних карбида.

Код узорака прегреваних у трајању од 480 минута, пораст температуре прегревања је довело до растварања секундарних карбида у унутар дендритском простору, а затим и до растварања карбида у близини примарних карбида који се налазе дуж граница дендрита.





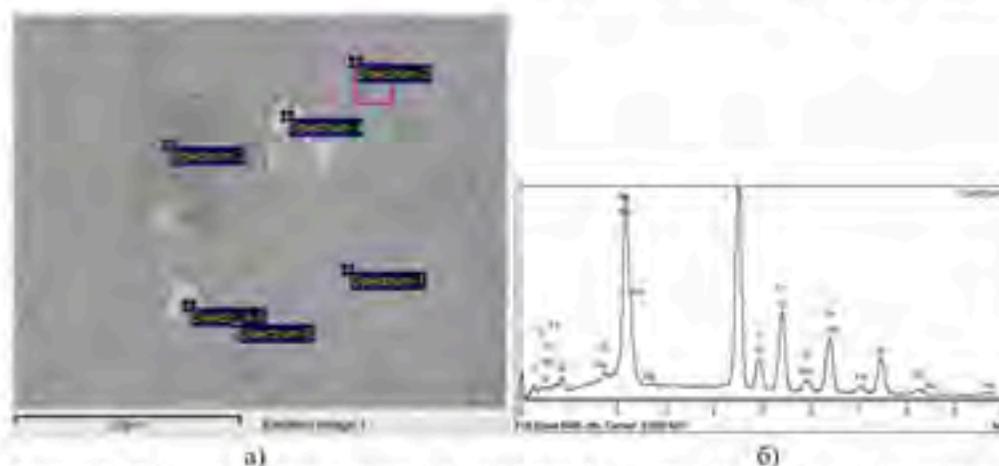
Слика 5.38. Микроструктура легуре (LM) *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од а,б) 950 °C, в,г) 1050 °C и д,е) 1150 °C у трајању од 480 минута



Слика 5.39. Микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 950°C у трајању од 480 минута: а) SEM микрофотографија, б) EDS спектар MC карбида ($M=Nb$) при испитивању у тачки 5 (Спектар 5)

Табела 5.17. Хемиски састав (ат. %) присутних фаза у легури *HP40-0,63%Nb*, у складу са сликом 5.39

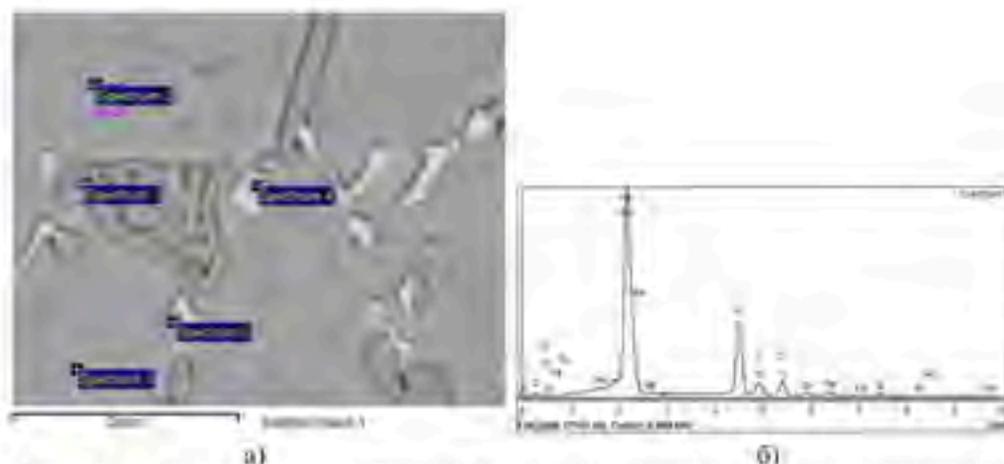
Тачка испитивања	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Ti</i>	<i>V</i>	<i>Cr</i>	<i>Mn</i>	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>Nb</i>
Спектар 1	20,07	2,60			21,62	0,97	28,31	26,45	
Спектар 2	50,95	1,28			17,41	0,63	15,81	13,92	
Спектар 3	35,14			0,27	52,44	0,98	7,86	3,31	
Спектар 4	35,60	2,60			19,28	0,90	20,88	20,74	
Спектар 5	65,32	1,95	0,29	0,24	2,50		1,11	4,96	23,65
Спектар 6	37,42	4,41	0,15	0,21	19,89	0,79	14,65	18,35	4,13



Слика 5.40. Микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 1050°C у трајању од 480 минута: а) SEM микрофотографија, б) EDS спектар *MC* карбида (*M-Nb*) при испитивању у тачки б (Спектар 6)

Табела 5.18. Хемиски састав (ат. %) присутних фаза у легури *HP40-0,63%Nb*, у складу са сликом 5.40

Тачка испитивања	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Ti</i>	<i>V</i>	<i>Cr</i>	<i>Mn</i>	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>Nb</i>
Спектар 1	19,38	3,24			18,77	1,22	29,12	28,28	
Спектар 2	33,71	2,33			17,45	1,02	23,15	22,35	
Спектар 3	36,62	0,27		0,20	45,77	0,95	9,88	6,31	
Спектар 4	65,05	0,34	0,25	0,24	5,10	0,29	5,15	4,56	19,02
Спектар 5	45,79		25,97	0,78	5,96	0,40	2,72	2,20	16,17
Спектар 6	46,56	0,58	18,64	0,56	9,07	0,34	8,06	6,93	9,27



Слика 5.41. Микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 1150 °C у трајању од 480 минута: а) SEM микрофотографија, б) EDS спектар *MC* карбида (*M=Nb*) при испитивању у тачки 5 (Спектар 5)

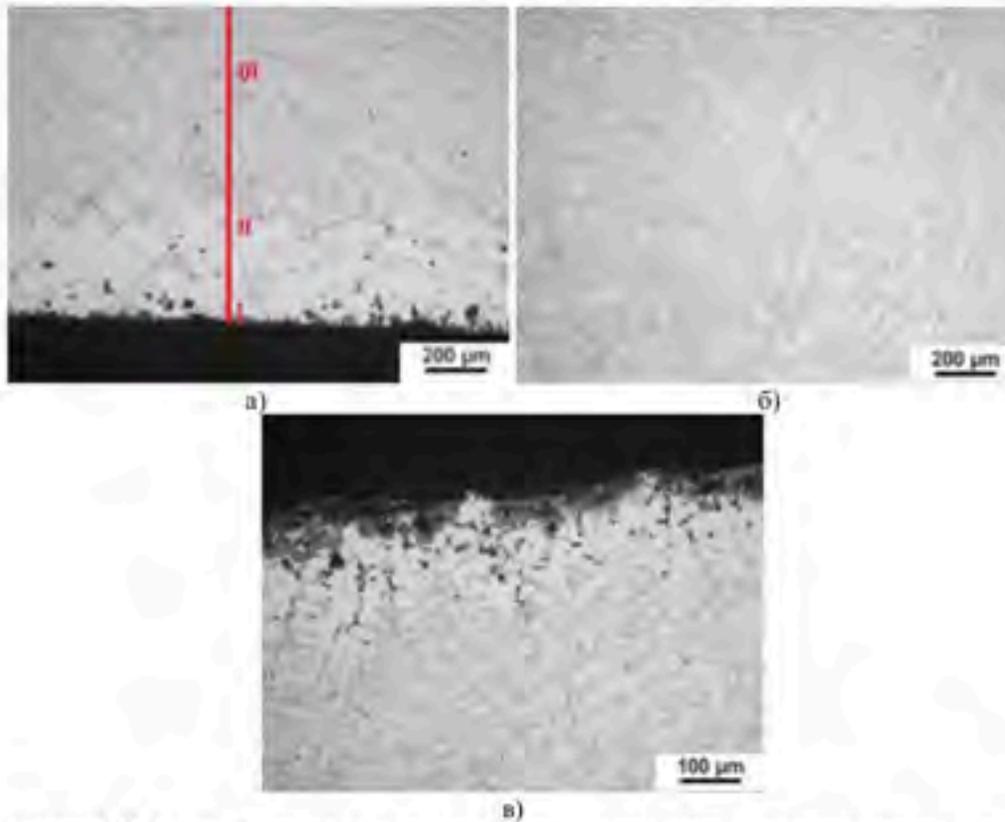
Табела 5.19. Хемички састав (ат. %) присутних фаза у легури *HP40-0,63%Nb*, у складу са сликом 5.41

Тачка испитивања	C	Si	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
Спектар 1	21,47	2,81			18,69	1,11	28,13	27,79	
Спектар 2	31,43	2,28			20,46	0,94	22,91	21,98	
Спектар 3	36,64				48,06	0,90	9,76	4,63	
Спектар 4	70,21		2,31	0,26	2,65		1,58	1,26	21,72
Спектар 5	54,73		16,44	0,63	3,67		1,09	0,93	22,51

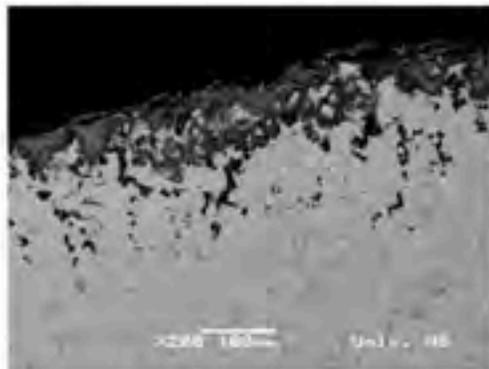
5.4.3. Микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* након експлоатације више од 100 000 сати, погодно стање

Микроструктура узорка *HP40-1,5%Nb* који је био у експлоатацији више од 100 000 сати приказана је на слици 5.42. Види се да постоје различите микроструктуре на изложеним деловима (унутрашња, спољашња површина и централни делови). Тамна фаза на унутрашњој страни цеви, зона I на микрофотографији (слика 5.42a), је оксидни слој дебљине око 30 μm . Ближе унутрашњој површини (зона II на слици 5.42a) је друга зона дужине око 150 μm , која показује слој оспрмашен карбидима. Према слици 5.42a, најудаљенија од унутрашње стране зида је III зона. Ова зона има карбиде у облику скелета и неке секундарне карбиде унутар аустенитне основе. Према слици 5.42b, материјал у средњем делу састоји се од дендритне аустенитне основе и сложене мреже трубих интергрануларних преципитата. Слика 5.42b приказује типично оштећење спољашње површине зрачних цеви. За разлику од унутрашњег зида цеви, деградација материјала на спољашњој површини је другачија. Чини се да је оштећење од пузања главни узрок деградације материјала у спољашњем зиду цеви, на шта указује формирање шупљина које настају дуж граница зрна, као што се види на слици 5.42b. Неке шупљине које се појављују дуж дендритских граница, већ су се спојиле једна са другом, формирајући интергрануларне прелине на границама зрна, што указује на акумулацију

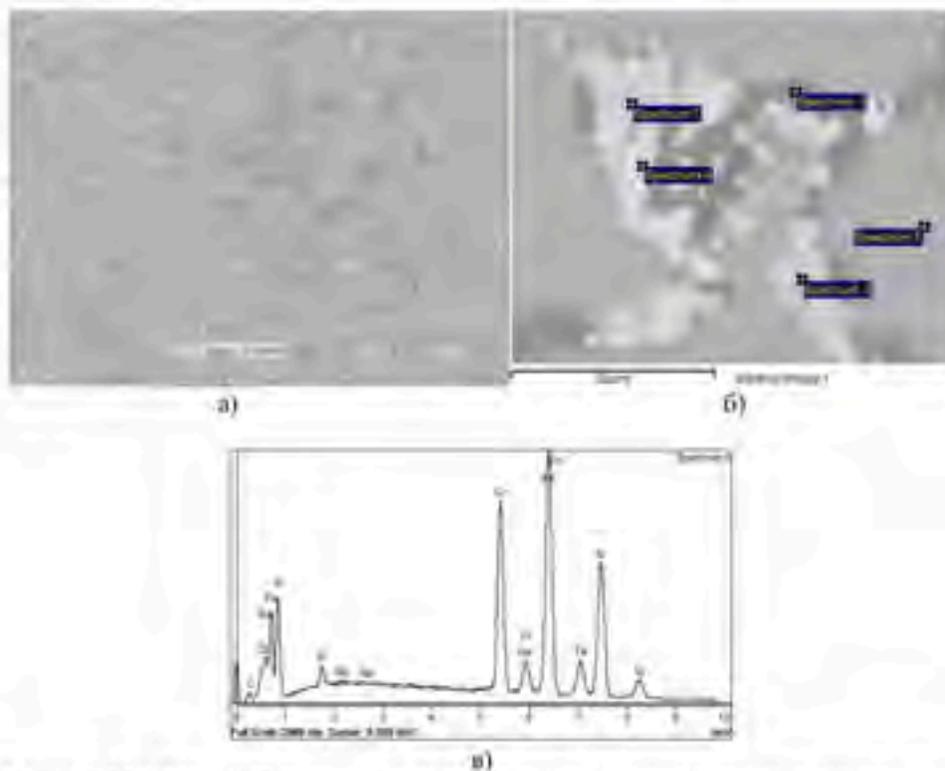
оштећења од пузања у старој цеви током дуготрајног рада на високој температури [22]. SEM микрофотографија (слика 5.43) наугљеничене цеви показује спољашњу скалу, зону без талога са микропрслинама и карбиде у унутрашњости цеви.



Слика 5.42. Микрофотографија (светлосни микроскоп) узорка попречног пресека цеви: а) унутрашња површина, б) средина зида, и в) спољашња површина



Слика 5.43. SEM микрофотографија на спољашњем делу цеви применом повратно расејаних електрона (BSE)



Слика 5.44. SEM и EDS анализе: а) SEM-BSE микрофотографија попречног пресека легуре HP40-1,5%Nb у полатном стању близу спољашње површине; б) позиције EDS анализе (тамне и светле фазе); в) одговарајући EDS спектар 5

Таложење карбида може се идентификовати као два типа као што је откривено на SEM микрофотографијама (слика 5.44а). Светли карбиди су више континуалне и плочасте, док су тамниосни углавном присутни на интрадендритским локацијама, што потврђују SEM-EDS анализе (табела 5.20). Микроструктура се састоји од аустенитне основе (Спектар 5) и непрекидне мреже примарних еутектичких карбида два типа: богатог са Nb (светле честице на слици 5.44б, Спектри 1, 2, 4) и богатог са Cr (тамне честице на слици 5.44б, Спектар 3), што богатији са ниобијумом то су светлији, а како се повећава удео хрома то су тамнији. Карбиди богати са ниобијумом су комплексног типа $(Nb,Cr)C$, а богати са хромом су комплексни M_3C_2 ($M = Cr, Nb, Ni, Fe$). Карбиди у интрадендритским границама појављују се у облику ламела, односно скелета, [22]. Карбиди богати ниобијумом су стабилнији на високим температурама у поређењу са секундарним карбидима хрома, [23]. Карбиди богати ниобијумом су стабилнији на високим температурама у поређењу са секундарним хромовим карбидима [42,112].

Табела 5.20. Хемијски састав (ат. %) фаза у виду талога *HP40-Nb* легуре, који одговара слици 5.44

Тачка испитивања	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Cr</i>	<i>Mn</i>	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>Nb</i>
Спектар 1	14,21	13,78	29,61		4,46	23,07	14,87
Спектар 2	14,72	14,62	23,23		3,90	24,17	19,35
Спектар 3	25,37	1,54	52,32		11,46	8,40	0,90
Спектар 4	30,21	9,60	25,20		4,57	21,78	8,64
Спектар 5	12,73	2,30	19,52	1,13	35,20	29,04	0,09

5.4.4. Утицај прегревања на микроструктуру легуре *HP40-1,5%Nb*

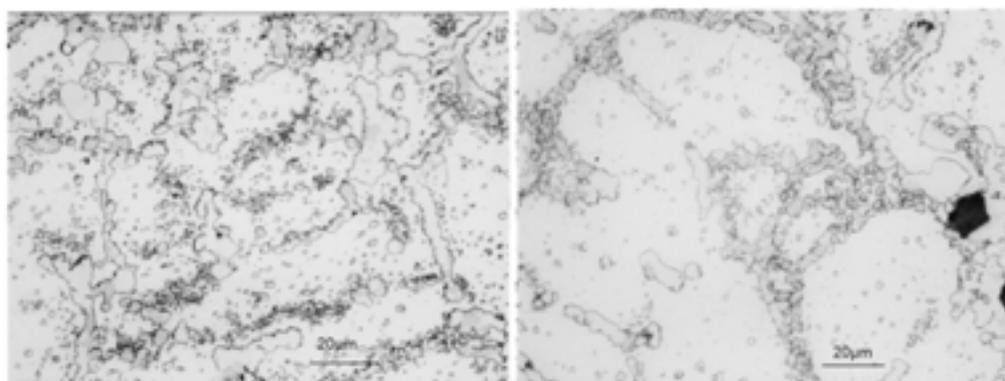
Време прегревања од 30 минута

На слици 5.45 приказане су микроструктуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на температури од 950, 1050 и 1150 °C у трајању од 30 минута.

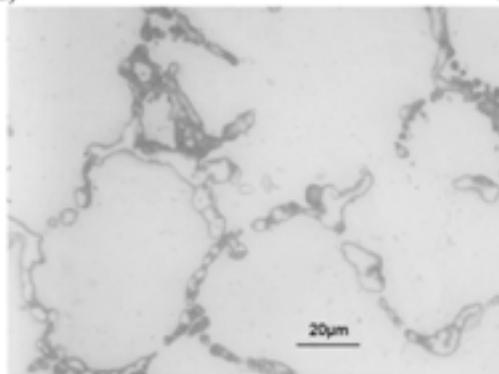
На слици 5.45а приказана је микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на температури од 950 °C у трајању од 30 минута. Микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и комплексне мреже крупнијих интергрануларних карбида (карбида излучених дуж граница дендрита). На основу боје може се разликовати присуство две врсте примарних карбида. На светлосном микроскопу, тамнији примарни карбиди су карбиди богати са ниобијумом, а светли примарни карбиди су богати са хромом. У аустенитној основи у близини примарних карбида излучена је велика количина секундарних карбида, а у области између дендрита мања количина секундарних карбида.

На слици 5.45б приказана је микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на температури од 1050 °C у трајању од 30 минута. Микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и комплексне мреже крупнијих интергрануларних карбида који попримају глобуларни облик. На основу боје (светлосни микроскоп) могу се разликовати присуство две врсте примарних карбида: тамнији примарни карбиди су карбиди богати са ниобијумом, а светли примарни карбиди су богати са хромом. У аустенитној основи у близини примарних карбида излучена је мања количина финих секундарних карбида, и јако мало крупнијих секундарних карбида у аустенитној основи.

На слици 5.45в приказана је микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на температури од 1150 °C у трајању од 30 минута. Микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и комплексне мреже крупнијих интергрануларних карбида који попримају глобуларни облик. Микроструктура је скоро без секундарних карбида у аустенитној основи.



а) б)



в)

Слика 5.45. Микроструктура легуре (LM) *HP40-1,5%Nb* након прегревања на температури од 950, 1050 и 1150°C у трајању од 30 минута

Време прегревања од 120 минута

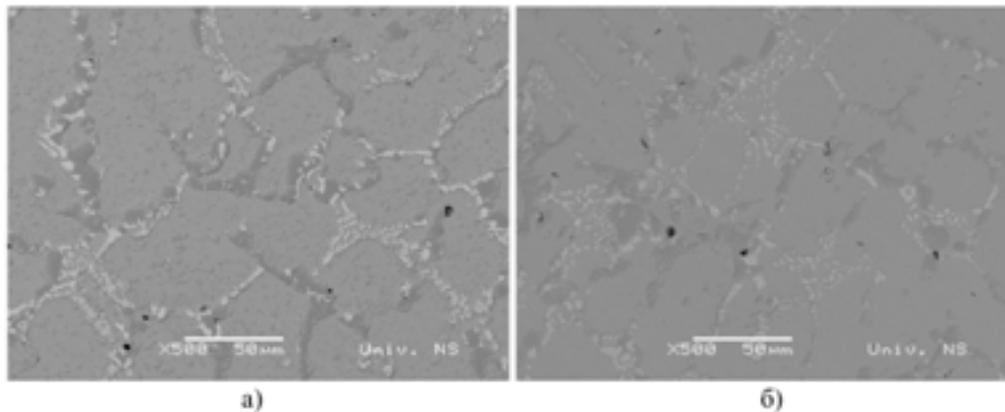
На слици 5.46а приказана је микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на температури од 950 °C у трајању од 120 минута. Микроструктура се састоји од аустенитне основе и континуиране мреже примарних еутектичких карбида, два типа: карбида богатих ниобијумом и карбида богатих хромом.

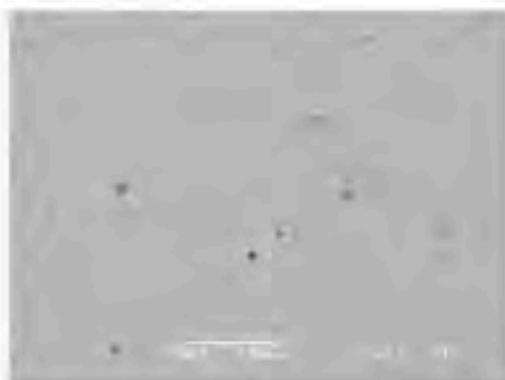
На основу слике 5.46, може се закључити да карбиди обогаћени ниобијумом имају светло сиву, готово беличасту боју, док карбиди обогаћени хромом имају тамно сиву боју (*SEM-BSE*). Карбиди ниобијума су углавном континуални и блокастог облика, док су карбиди обогаћени хромом углавном распоређени дуж граница дендрита [30]. Карбиди излучени дуж граница дендрита су скелетног облика. Карбиди богати са ниобијумом су на вишим температурама стабилнији од секундарних карбида [154]. Резултати *EDS* анализе фаза за узорак прегреван на 950 °C у трајању од 120 минута, посматрани на *SEM* микрографији на слици 5.49, дати су у табели 5.21. Микроструктура се састоји од аустенитне основе (Спектар 1) и две врсте карбида: једни богати ниобијумом (бела фаза) – Спектар 4, 5, и једни богати хромом (тамносива фаза) – Спектар 1, 2, 3, 6. Рендгеноструктурна анализа овог узорка (слика 5.62 и табела 5.33) нам показује да су у микроструктури узорка поред карбида богатих са хромом типа $M_{23}C_6$ карбида богатих са ниобијумом типа *MC* присутни и оксиди хрома (Cr_2O_3) и ниобијум никел хром силицид ($Nb_3Ni_{2,4}Cr_{1,6}Si_6$).

На слици 5.46б приказана је микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на температури од 1050 °C у трајању од 120 минута. Микроструктура се састоји од

аустенитне дендритне основе и испрекидане мреже примарних карбида облика скелета смешених дуж граница дендрита. На основу боје (*SEM-BSE*) може се утврдити присуство две врсте примарних карбида. Узимајући у обзир и резултате рендгеноструктурне анализе (слика 5.64) може се извести закључак да тамнији примарни карбида су богати са хромом $M_{23}C_6$ ($M=Cr$), а светли примарни карбида су богати са ниобијумом MC ($M=Nb$). У аустенитној основи у мејудендритном простору скоро да нема присутних секундарних карбида, док су у близини граница дендрита потпуно растворени секундарни карбида. На основу слике 5.48б и слике 5.50 може се уочити да се примарни хромови карбида потпуно трансформисани у карбида типа $M_{23}C_6$. Треба напоменути да се количина секундарних карбида типа $M_{23}C_6$ ($M=Cr$) формираних у аустенитној основи и у близини граница дендрита смањила са повећањем температуре прегревања на $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$, и у већини ових области и потпуно растворила. Претпоставља се да су ове зоне осиромашене са хромом [156]. Повећање температуре прегревања са 950 на $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$, а затим и на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ код прегревања у трајању од 120 минута утицало је само на додатно присуство трагова ниобијум хром силиката ($Nb_2Cr_4Si_5$ – слика 5.49, 5.50 и 5.61).

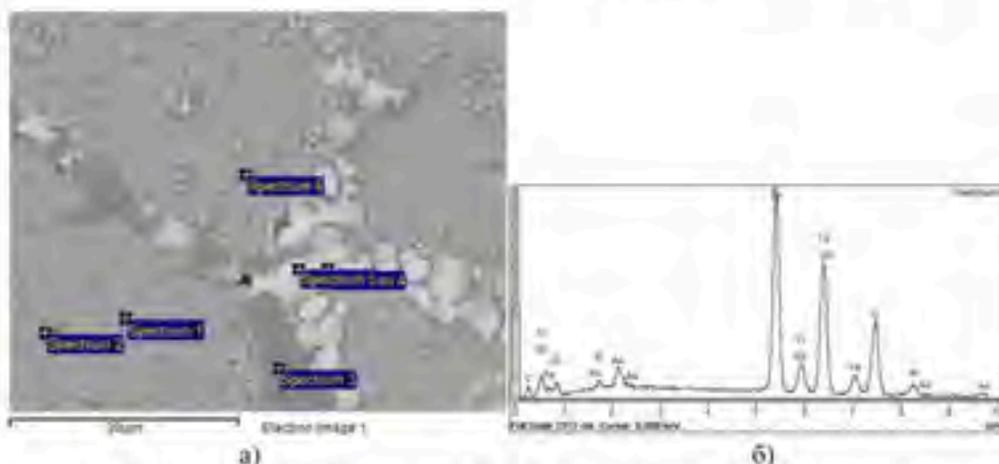
На слици 5.46в приказана је микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на температури од $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 120 минута. Микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и испрекидане мреже примарних карбида облика испрекиданих ланаца смешених дуж граница дендрита. На основу боје (*SEM-BSE*) може се разликовати присуство две врсте примарних карбида. Тамнији примарни карбида су богати са хромом, и светли примарни карбида су богати са ниобијумом. Примарни карбида богати са хромом су коагулисали и мејусобно се спојили. Карбида богати са ниобијумом су се уситнили дуж граница дендрита. Мејудендритни простор и простор у близини дендрита су потпуно без секундарних карбида који су се растворили. Код третмана прегревања који траје 120 минута повећање температуре прегревања на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ узроковало је потпуно растварање секундарних карбида и уситњавање и смањење количине карбида богатих са ниобијумом.





в)

Слика 5.46. Микроструктура легуре (SEM) *HP40-1,5%Nb* након прегревања на температури од: а) 950 °C, б) 1050 °C, и в) 1150 °C у трајању од 120 минута



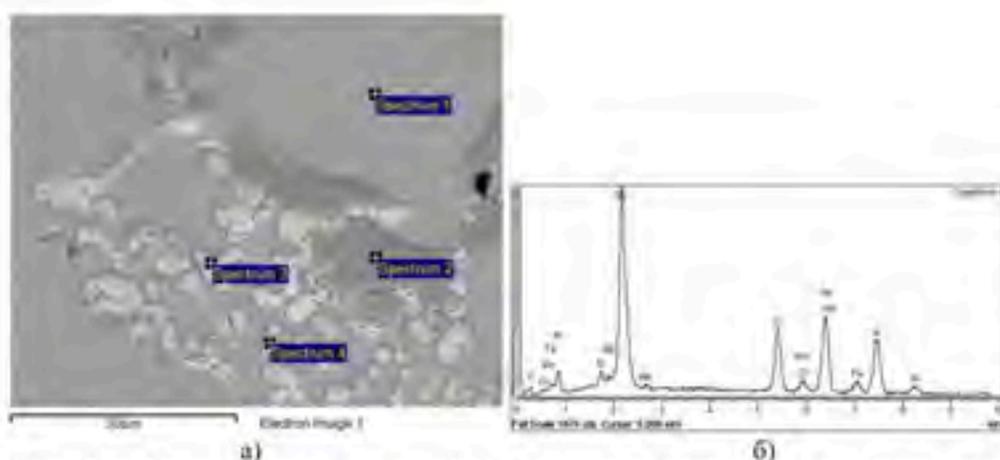
а)

б)

Слика 5.47. Микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на температури од 950°C у трајању од 120 минута: а) SEM микрофотографија, б) SEM микрофотографија (BSE)

Табела 5.21. Хемички састав (ат. %) издучених фаза у легури *HP40-1,5%Nb*, у складу са сликом 5.47

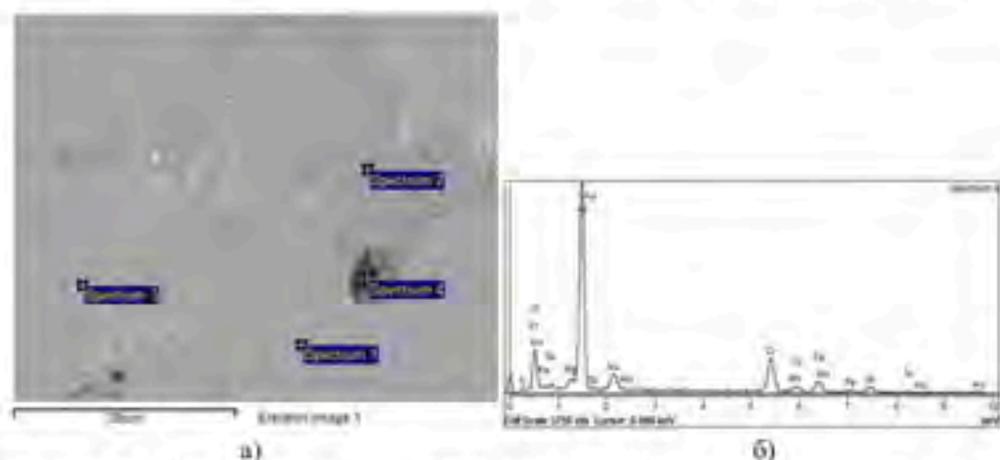
Тачка испитивања	C	Si	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
Спектар 1	36,55	1,21		14,16	0,89	25,55	21,65	
Спектар 2	37,88	0,96		18,76	1,11	22,75	18,54	
Спектар 3	43,66			48,42	0,71	4,70	2,51	
Спектар 4	43,59	6,67	0,31	15,32		7,07	18,72	8,33
Спектар 5	53,86	8,46		3,11		3,74	23,04	7,79
Спектар 6	40,80	0,73		21,63	0,81	20,18	15,85	



Слика 5.48. Микроструктура легуре *HP40-1.5%Nb* након прегревања на температури од 1050°C у трајању од 120 минута: а) *SEM* микрофотографија, б) *SEM* микрофотографија (*BSE*)

Табела 5.22. Хемички састав (ат. %) излучених фаза у легури *HP40-1.5%Nb*, у складу са сликом 5.48

Тачка испитивања	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>V</i>	<i>Cr</i>	<i>Mn</i>	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>Nb</i>
Спектар 1	32,70	1,30		15,55	0,96	26,85	22,63	
Спектар 2	45,01			47,33	0,95	4,4	2,31	
Спектар 3	45,46	7,50	0,31	13,98		5,13	17,44	10,18
Спектар 4	35,43	1,31		7,75	0,47	11,96	12,35	12,72



Слика 5.49. Микроструктура легуре *HP40-1.5%Nb* након прегревања на температури од 1150°C у трајању од 120 минута: а) *SEM* микрофотографија, б) *SEM* микрофотографија (*BSE*)

Табела 5.23. Хемички састав (ат. %) излучених фаза у легури *HP40-1,5%Nb*, у складу са сликом 5.49

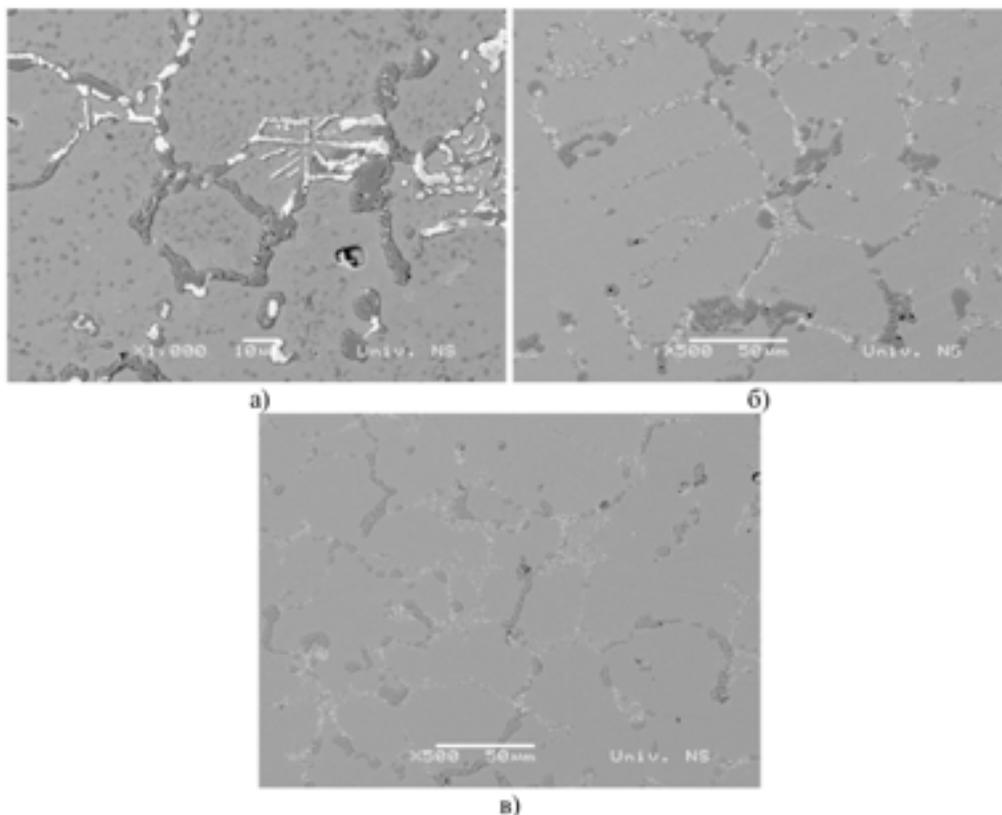
Тачка испитивања	C	O	Mg	Al	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
Спектар 1	8,65				2,30	22,47	1,17	34,93	30,48	
Спектар 2	20,21					58,39	0,86	13,30	7,24	
Спектар 3	43,99				0,88	9,07	0,53	12,34	11,54	21,66
Спектар 4	11,21	36,22	1,27	36,82	0,43	7,76	0,31	3,62	2,37	

Време прегревања од 480 минута

На слици 5.50а приказана је микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на температури од 950 °C у трајању од 480 минута. Микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и испрекидане мреже примарних карбида облика скелета смештених дуж граница дендрита. На основу боје (*SEM-BSE*) могу се разликовати две врсте примарних карбида. Тамнији примарни карбиди су карбиди богати са хромом (карбиди типа $M_{23}C_6$, $M=Cr$), и светли примарни карбиди су богати са ниобијумом (карбиди типа MC , $M=Nb$). У међудендритном простору излучени су секундарни карбиди.

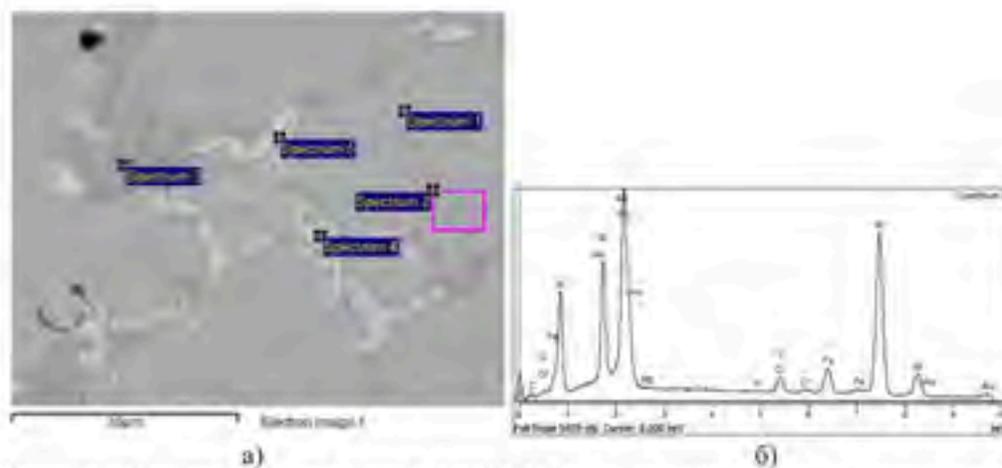
На слици 5.50б приказана је микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на температури од 1050 °C у трајању од 480 минута. Микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и испрекидане мреже примарних карбида облика скелета смештених дуж граница дендрита. Тамни примарни карбиди су карбиди богати са хромом, а светли карбиди су карбиди богати са ниобијумом. Дуж дендрита налазе се плочасти карбиди хрома и веома ситни карбиди ниобијума. У близини примарних карбида који се налазе дуж граница дендрита излучена је незнатна количина финих секундарних карбида. На основу реинженерске анализе, након третмана прегревања на 1050 и 1150 °C у трајању од 480 минута (слика 5.65 и 5.67) у микроструктури легуре *HP40-1,5%Nb* присутни су карбиди богати са хромом типа $M_{23}C_6$ и карбид богат са ниобијумом типа MC .

На слици 5.50в приказана је микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на температури од 1150 °C у трајању од 480 минута. Микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и испрекидане мреже примарних карбида облика скелета смештених дуж граница дендрита. На основу боје (*SEM-BSE*) могу се разликовати два типа примарних карбида. Тамно и светло сиви примарни карбиди су карбиди богати хромом, док су бели карбиди богати ниобијумом. У аустенитној основи може се уочити да је дошло до потпуног растварања секундарних карбида и до растварања карбида у близини примарних карбида који се налазе дуж дендрита.



Слика 5.50. Микроструктура легуре (SEM) HP40-1,5%Nb након прегревања на температури од а) 950°C, б) 1050°C и в) 1150°C у трајању од 480 минута

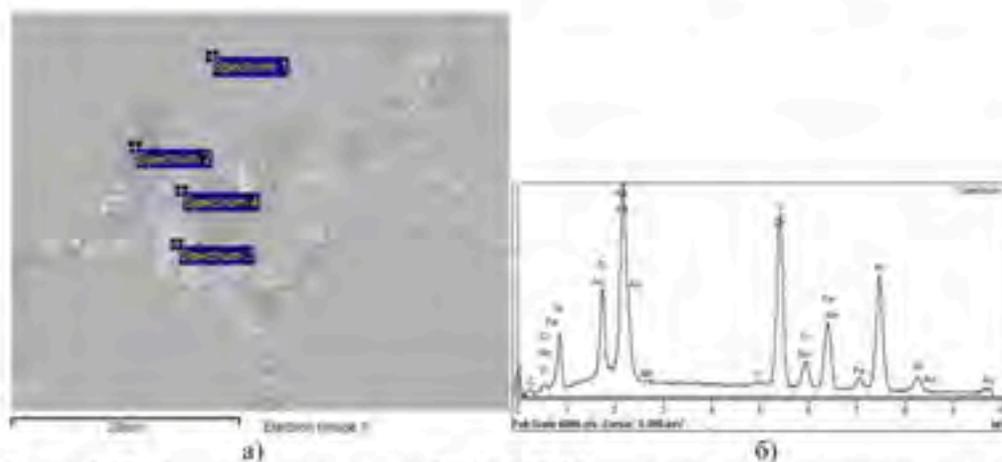
На основу слика 5.51-5.53 може се уочити да су примарни хромови карбиди трансформисани у $M_{23}C_6$. Секундарни карбиди су уочени унутар аустенитне основе близу примарних карбида код узорка након прегревања на температури од 950 °C у трајању од 480 минута (слика 5.53). Треба напоменути да се количина секундарних карбида типа $M_{23}C_6$ ($M=Cr$) формираних у аустенитној основи скоро потпуно смањила, а затим је дошло до потпуног растварања секундарних карбида. Температура прегревања је значајан фактор који утиче на микроструктуру јер са повећањем температуре прегревања долази до растварања секундарних карбида, док је уочено да повећање времена прегревања утиче на повећање примарних карбида.



Слика 5.51. Микроструктура легуре *HP40-1.5%Nb* након прегревања на температури од 950°C у трајању од 480 минута: а) *SEM* микрофотографија, б) *SEM* микрофотографија (*BSE*)

Табела 5.24. Хемички састав (ат. %) излучених фаза у легури *HP40-1.5%Nb*, у складу са сликом 5.51

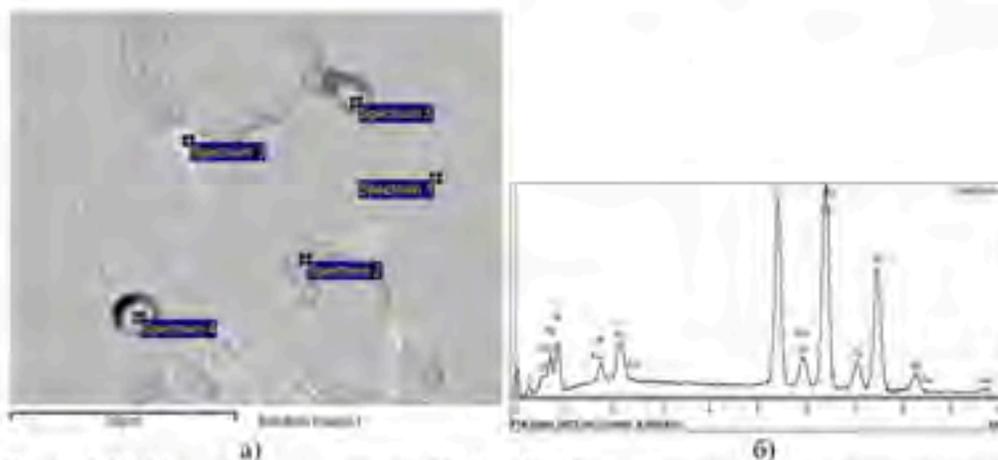
Тачка испитивања	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>V</i>	<i>Cr</i>	<i>Mn</i>	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>Nb</i>
Спектар 1	18,76	1,66		18,52	0,94	32,61	27,50	
Спектар 2	27,84	1,31		20,34	0,92	27,17	22,41	
Спектар 3	32,79			57,47	0,87	5,78	3,09	
Спектар 4	24,64	11,25	0,62	24,03	0,36	3,48	24,30	11,32
Спектар 5	32,72	13,78	0,05	1,93		3,64	34,61	13,27



Слика 5.52. Микроструктура легуре *HP40-1.5%Nb* након прегревања на температури од 1050°C у трајању од 480 минута: а) *SEM* микрофотографија, б) *SEM* микрофотографија (*BSE*)

Табела 5.25. Хемички састав (ат. %) излучених фаза у легури *HP40-1,5%Nb*, у складу са сликом 5.52

Тачка испитивања	C	Si	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
Спектар 1	21,32	2,32		18,82	1,01	29,66	26,87	
Спектар 2	34,43			56,17	0,76	5,51	3,12	
Спектар 3	28,20	8,79	0,35	19,35	0,50	9,62	22,50	10,70
Спектар 4	57,49	0,60		7,62	0,33	8,79	8,11	17,06



Слика 5.53. Микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на температури од 1150°C у трајању од 480 минута: а) SEM микрофотографија, б) SEM микрофотографија (BSE)

Табела 5.26. Хемички састав (ат. %) излучених фаза у легури *HP40-1,5%Nb*, у складу са сликом 5.53

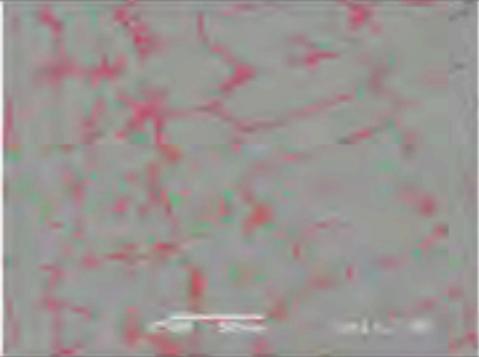
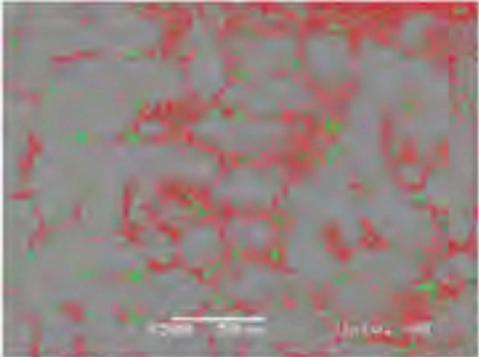
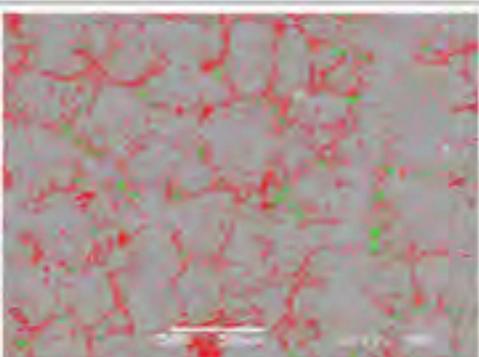
Тачка испитивања	C	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
Спектар 1	19,70	2,33	19,82	1,11	30,05	26,98	
Спектар 2	35,29		52,95	0,83	7,83	3,11	
Спектар 3	62,42	0,43	6,10	0,31	8,33	7,21	15,20
Спектар 4	26,25	2,35	21,29	0,90	25,98	23,23	
Спектар 5	28,90	1,76	17,87	0,81	26,83	23,84	

5.5. Удео фаза

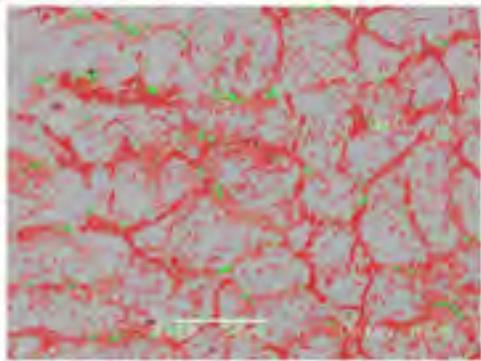
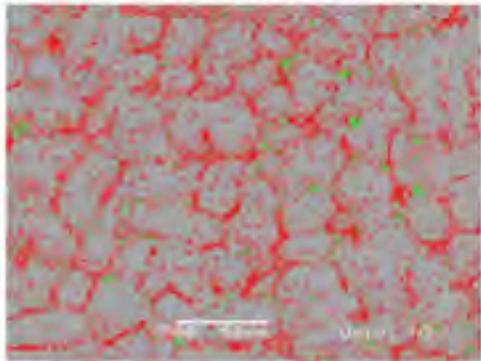
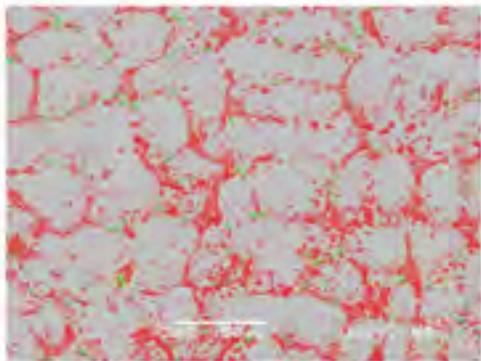
5.5.1. Удео фаза легуре *HP40-0,63%Nb*

Резултати присутне количине фаза у легури *HP40-0,63%Nb* у полазном стању и након краткотрајних прегревања који су добијени применом софтвера JMicroVision приказани су у табели 5.27 (на датим репрезентативним видним пољима, карбиди богати *Cr* су окружени црвеном линијом, док су карбиди богати *Nb* окружени зеленом линијом).

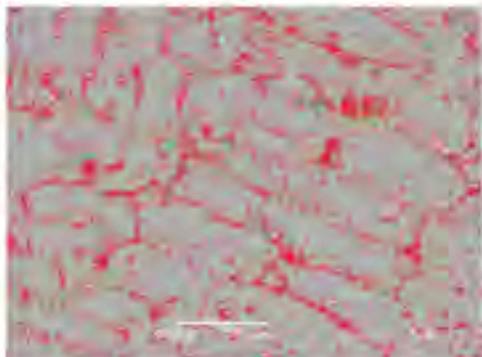
Табела 5.27. Удео фаза код легуре *HP40-0,63%Nb* у ливеном стању и након прегревања на 950, 1050 и 1150°C у трајању од 120 и 480 минута

Удео фаза	Видно поље	Удео (%)			
		Прим. карб. <i>Cr</i>	Прим. карб. <i>Nb</i>	Аустенит	
У ливеном стању		1	8,62	0,79	90,59
		2	8,62	0,92	90,46
		3	8,62	0,77	90,61
		4	8,62	1,48	89,90
		5	8,62	1,20	90,18
		Ср. вред.	8,62	1,03	90,35
		SD	0,00	0,25	0,25
950 °C/120 мин		1	16,32	2,13	81,55
		2	13,45	5,60	80,95
		3	34,13	2,60	63,27
		4	31,89	1,40	66,71
		5	8,10	1,20	90,70
		Ср. вред.	20,78	2,59	76,64
		SD	9,45	1,45	9,29
950 °C/480 мин		1	11,70	1,46	86,84
		2	16,50	0,80	82,70
		3	16,50	1,20	82,30
		4	14,40	1,23	84,37
		5	27,40	0,93	71,67
		Ср. вред.	17,30	1,12	81,58
		SD	4,88	0,21	4,75

Табела 5.27. Удео фаза код легуре HP40-0,63%Nb у ливеном стању и након прегревања на 950, 1050 и 1150°C у трајању од 120 и 480 минута - наставак

1050 °C/120 min		Видно поље	Удео (%)		
			Прим.+ сек. карб. Cr	Прим.+ сек. карб. Nb	Аустенит
		1	22,40	1,70	75,90
		2	22,70	2,30	75,00
		3	24,50	1,50	74,00
		4	26,20	1,10	72,00
		5	9,38	1,70	88,92
		Ср. вред.	21,04	1,66	77,30
SD	5,46	0,35	5,39		
1050 °C/480 min		Видно поље	Удео (%)		
			Прим.+ сек. карб. Cr	Прим.+ сек. карб. Nb	Аустенит
		1	30,20	1,18	68,62
		2	22,70	1,15	76,15
		3	23,40	0,99	75,61
		4	20,00	0,62	79,38
		5	36,60	1,23	62,17
		Ср. вред.	26,58	1,03	72,39
SD	5,51	0,20	5,66		
1150 °C/120 min		Видно поље	Удео (%)		
			Прим.+ сек. карб. Cr	Прим.+ сек. карб. Nb	Аустенит
		1	23,30	1,80	74,90
		2	30,70	0,62	68,68
		3	41,00	2,00	57,00
		4	29,50	1,60	68,90
		5	28,90	1,30	69,80
		Ср. вред.	30,68	1,46	67,86
SD	5,25	0,44	5,37		

Табела 5.27. Удео фаза код легуре HP40-0,63%Nb у ливеном стању и након прегревања на 950, 1050 и 1150°C у трајању од 120 и 480 минута - наставак

1150 °C/480 мин	Видно поље	Удео (%)		
		Прим.+ сек. карб. Cr	Прим.+ сек. карб. Nb	Аустенит
	1	18,70	1,56	79,74
	2	23,30	1,20	75,50
	3	19,20	0,80	80,00
	4	19,80	1,10	79,10
	5	18,90	0,80	80,30
	Ср. вред.	19,98	1,09	78,93
	SD	1,55	0,26	1,61

На основу резултата квантификације удела фаза у микроструктури легуре HP40-0,63%Nb у полазном стању и након прегревања (табела 5.27) може се уочити да је прегревање утицало на промену садржаја карбида хрома и карбида ниобијума у односу на полазно стање и то:

- Прегревањем легуре на 950 °C/120 минута дошло је до повећања количине карбида хрома и малог повећања количине карбида ниобијума;
- Прегревањем легуре на 950 °C/480 минута дошло је до повећања количине карбида хрома;
- Прегревањем легуре на 1050 °C/120 минута дошло је до повећања количине карбида хрома и до малог повећања количине карбида ниобијума;
- Прегревањем легуре на 1050 °C/480 минута дошло је до повећања садржаја карбида хрома;
- Прегревањем легуре на 1150 °C/120 минута дошло је до повећања количине карбида хрома и до малог повећања количине карбида ниобијума;
- Прегревањем легуре на 1150 °C/480 минута дошло је до повећања садржаја карбида хрома.

5.5.2. Удео фаза легуре HP 40-1,5%Nb

Резултати присутне количине фаза у легури HP40-1,5%Nb у полазном стању и након краткотрајних прегревања који су добијени применом софтвера *JMicroVision* приказани су у табели 5.28 (на датим репрезентативним видним пољима, карбида богати Cr су окружени црвеном линијом, док су карбида богати Nb окружени зеленом линијом).

Табела 5.28. Удео фаза код легуре HP40-1,5%Nb у ливеном стању и након прегревања на 950, 1050 и 1150 °C у трајању од 120 и 480 минута

	Видно поље	Удео (%)		
		Прим. карб. Cr	Прим. карб. Nb	Аустенит
У ливеном стању	1	16,07	4,07	79,86
	2	17,89	7,09	75,02
	3	26,03	4,98	68,99
	4	13,58	6,79	79,63
	5	18,57	9,70	71,73
	Ср. вред.	18,43	6,53	75,05
	SD	3,81	1,77	3,91
950 °C/120 мин	1	44,34	5,26	50,40
	2	40,93	10,22	48,85
	3	42,35	6,42	51,23
	4	40,12	7,24	52,64
	5	47,94	10,13	41,93
	Ср. вред.	43,14	7,85	49,01
	SD	2,55	1,82	3,42
950 °C/480 мин	1	21,1	24,9	54,00
	2	26,29	14,84	58,87
	3	17,47	12,96	69,57
	4	17,62	13,47	68,91
	5	23,22	21,63	55,15
	Ср. вред.	21,14	17,56	61,30
	SD	3,07	4,39	6,10

Табела 5.28. Удео фаза код легуре HP40-1,5%Nb у ливеном стању и након прегревања на 950, 1050 и 1150 °C у трајању од 120 и 480 минута - насатвак

Температура / Трајање	Видно поље	Удео (%)		
		Прим.+ сек. карб. Cr	Прим.+ сек. карб. Nb	Аустенит
1050 °C / 120 мин	1	36,79	11,83	51,38
	2	36,80	15,58	47,62
	3	35,64	9,54	54,82
	4	36,75	11,70	51,55
	5	28,47	11,10	60,43
	Ср. вред.	34,89	11,95	53,16
	SD	2,96	1,82	3,92
1050 °C / 480 мин	1	28,46	4,55	66,99
	2	20,54	4,61	74,85
	3	25,82	5,46	68,72
	4	28,32	3,02	68,66
	5	25,74	4,02	70,24
	Ср. вред.	25,78	4,33	69,89
	SD	2,62	0,73	2,45
1150 °C / 120 мин	1	11,13	6,10	82,77
	2	9,99	5,85	84,16
	3	6,03	4,18	89,79
	4	13,50	4,94	81,56
	5	7,83	2,14	90,03
	Ср. вред.	9,70	4,64	85,66
	SD	2,36	1,30	3,25

Табела 5.28. Удео фаза код легуре HP40-1,5%Nb у ливеном стању и након прегревања на 950, 1050 и 1150 °C у трајању од 120 и 480 минута - насатвак

Видно поље	Удео (%)			
	Прим.+ сек. карб. Cr	Прим.+ сек. карб. Nb	Аустенит	
1150°C/480 мин	1	6,41	3,08	90,51
	2	8,31	3,72	87,97
	3	9,72	7,50	82,78
	4	9,86	3,03	87,11
	5	12,91	3,81	83,28
	Ср. прел.	9,44	4,23	86,33
SD	1,95	1,52	2,67	

* стварна величина видног поља 60×80 мкм (увечање 500 пута) за мерење удела фаза

** SD стандардна девијација

На основу резултата квантификације удела фаза у микроструктури легуре HP40-1,5%Nb у полазном стању и након прегревања (табела 5.28) може се уочити да је прегревање утицало на промену садржаја карбида хрома и карбида ниобијума у односу на полазно стање и то:

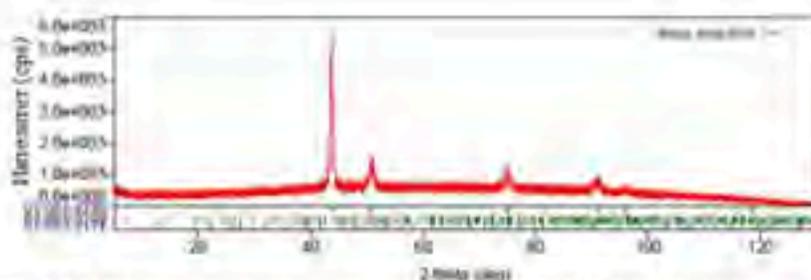
- Прегревањем легуре на 950 °C/120 минута дошло је до повећања количине карбида хрома и малог повећања количине карбида ниобијума;
- Прегревањем легуре на 950 °C/480 минута дошло је до малог повећања количине карбида хрома и до повећања карбида ниобијума;
- Прегревањем легуре на 1050 °C/120 минута и 1050 °C/480 минута дошло је до повећања садржаја карбида хрома и карбида ниобијума;
- Прегревањем легуре на 1150 °C/120 минута и 1150 °C/480 минута дошло је до смањења садржаја карбида хрома и карбида ниобијума.

5.6. Рендгеноструктурна анализа

На основу резултата који су добијени анализом праха узорка легуре HP40-0,63%Nb и легуре HP40-1,5%Nb урађена је идентификација фаза у узорцима у полазном стању и након третмана краткотрајних прегревања.

5.6.1. Резултати рендгеноструктурне анализе узорка легуре HP40-0,63%Nb

Рендгенски дијаграм праха узорка легуре HP40-0,63%Nb у полазном стању приказан је на слици 5.54 црвеном бојом. У доњем делу графика вертикалним линијама приказани су положаји рефлексија стандарда горе наведених кристалних врета преузети из датотеке дифракције праха (PDF) и бројеви одговарајућих картица. У првом реду црвеном бојом приказани су положаји рефлексија γ -Fe, у другом реду розе бојом приказани су положаји рефлексија $M_{23}C_{12}$, у трећем реду зеленом бојом приказани су положаји рефлексија M_7C_3 , у четвртном реду црне бојом приказани су положаји рефлексија Nb_5Ni_2Si .



Слика 5.54. Рендгенски дијаграм праха легуре $HP40-0,63\%Nb$ у полазном стању

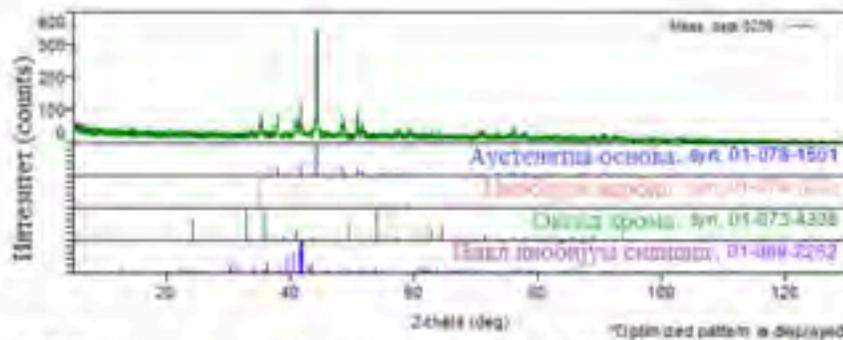
У табели 5.29 приказани су параметри јединичних ћелија у узорку легуре $HP40-0,63\%Nb$ у полазном стању за фазе са заступљеношћу већом од 10 %.

Табела 5.29. Параметри јединичних ћелија значајно присутних кристалних фаза у узорку легуре $HP40-0,63\%Nb$ у полазном стању

Фаза / Параметри јединичне ћелије	$\gamma-Fe$	$M_{23}C_6$ (M-Cr)
Дужина ивице јединичне ћелије, a (nm)	0,358597(4)	1,072747(15)
Запремина јединичне ћелије, V (nm ³)	0,0461128(10)	1,23450(3)

У узорку легуре $HP40-0,63\%Nb$ након прегревања на $950\text{ }^{\circ}C$ у трајању од 120 минута идентификоване су следеће кристалне фазе: $Cr_{18,80}Fe_{4,00}C_6$ чија дифракциона слика одговара стандарду $PDF \# 01-078-1501$, NbC чија дифракциона слика одговара стандарду $PDF \# 01-074-1222$, Cr_2O_3 чија дифракциона слика одговара стандарду $PDF \# 01-073-4336$ и $Nb_3Cr_4Si_3$ чија дифракциона слика одговара стандарду $PDF \# 01-089-2262$ ($PDF-2$ Release 2016 RDB), слика 5.55. Резултати достављене хемијске анализе указују на могућност вишеструке атомске замене у наведеним кристалним структурама. Наведене формуле кристалних фаза треба посматрати као приближне хемијске формуле, на пример за карбид $M_{23}C_6$ уместо $Cr_{23}C_6$.

Рендгенски дијаграм праха узорка легуре $HP40-0,63\%Nb$ након прегревања на $950\text{ }^{\circ}C$ у трајању од 120 минута приказан је на слици 5.55 зеленом бојом. У доњем делу графика вертикалним линијама приказани су положаји и интензитети рефлексија стандарда горе наведених кристалних врста (преузети из датотеке дифракције праха) и бројеви одговарајућих картица. У првом реду плавом бојом приказани су положаји и интензитети рефлексија $Cr_{18,80}Fe_{4,00}C_6$, у другом реду розе бојом приказани су положаји и интензитети рефлексија NbC , у трећем реду зеленом бојом приказани су положаји и интензитети рефлексија Cr_2O_3 и тако даље.



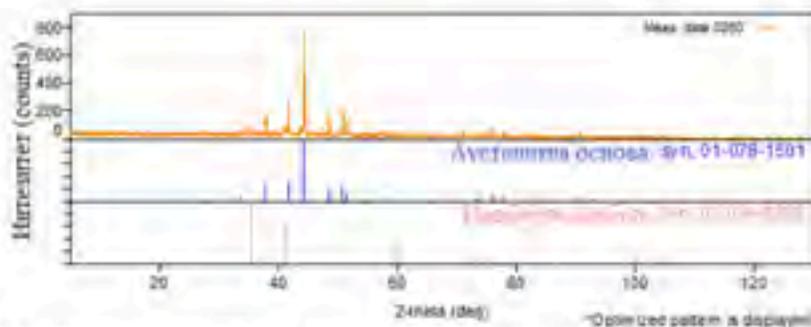
Слика 5.55. Рендгенски дијаграм праха узорка легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на 950 °C у трајању од 120 минута

За фазе са заступљеношћу већом од 10 % одређени су параметри јединичних ћелија, табела 5.30, остале фазе су присутне у траговима.

Табела 5.30. Параметри јединичних ћелија значајно присутних кристалних фаза у узорку легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на 950 °C у трајању од 120 минута

Фаза / Параметри јединичне ћелије	<i>NbC</i>	<i>M₂₃C₆</i>
Дужина ивице јединичне ћелије, <i>a</i> (nm)	0,44062(1)	1,062020(1)
Запремина јединичне ћелије, <i>V</i> (nm ³)	0,0855	1,1978

У узорку легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на 950 °C у трајању од 480 минута идентификоване су следеће кристалне фазе: *Cr_{15,5}Fe₁₀C₆* чија дифракциона слика одговара стандарду *PDF # 01-078-1501* и *NbC* чија дифракциона слика одговара стандарду *PDF # 01-074-1222 (PDF-2 Release 2016 RDB)*, слика 5.58. Резултати достављене хемијске анализе указују на могућност вишеструке атомске замене у наведеним кристалним структурама. Наведене формуле кристалних фаза треба посматрати као приближне хемијске формуле, на пример за карбид *M₂₃C₆* уместо *Cr₂₃C₆*. Рендгенски дијаграм праха узорка легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на 950 °C у трајању од 480 минута приказан је на слици 5.56 паранџастом бојом. У доњем делу графика вертикалним линијама приказани су положаји и интензитети рефлексција стандарда горе наведених кристалних врста (преузети из датотеке дифракције праха) и бројеви одговарајућих картица. У првом реду плавом бојом приказани су положаји и интензитети рефлексција *Cr_{15,5}Fe₁₀C₆*, у другом реду розе бојом приказани су положаји и интензитети рефлексција *NbC*.



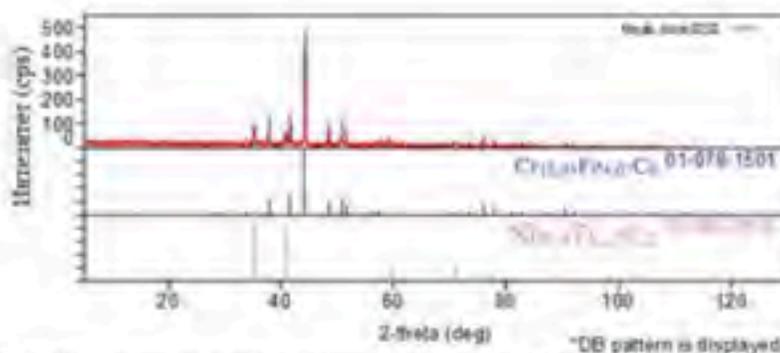
Слика 5.56. Рендгенски дијаграм праха узорка легуре $HP40-0.63\%Nb$ након прегревања на $950\text{ }^{\circ}C$ у трајању од 480 минута

За фазе са заступљеношћу већом од 10 % одређени су параметри јединичних ћелија, табела 5.31, остале фазе су присутне у траговима.

Табела 5.31. Параметри јединичних ћелија значајно присутних кристалних фаза у узорку легуре $HP40-0.63\%Nb$ након прегревања на $950\text{ }^{\circ}C$ у трајању од 480 минута

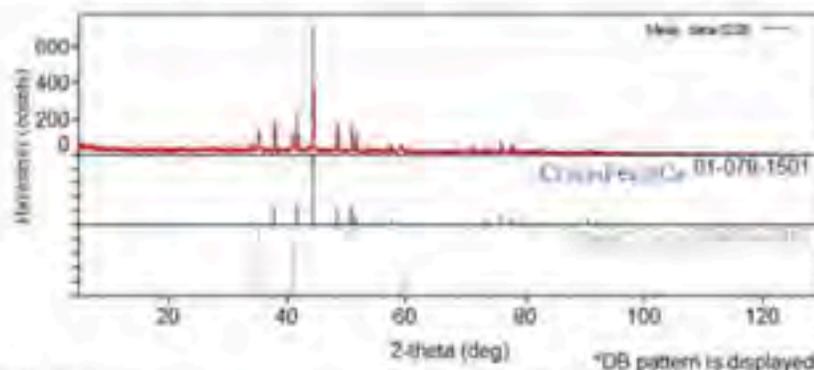
Фаза / Параметри јединичне ћелије	M_2C_6
Дужина ивице јединичне ћелије, a (nm)	1,0618440(5)
Запремина јединичне ћелије, V (nm ³)	1,1972

Рендгенски дијаграм праха узорка легуре $HP40-0.63\%Nb$ након прегревања на $1050\text{ }^{\circ}C$ у трајању од 120 минута приказан је на слици 5.57 црвеном бојом. У доњем делу графика вертикалним линијама приказани су положаји и интензитети рефлексија стандарда горе наведених кристалних врста (преузети из датотеке дифракције праха) и бројеви одговарајућих картица. У првом реду плавом бојом приказани су положаји и интензитети рефлексија $Cr_{18,9}Fe_{40}C_6$, у другом реду розе бојом приказани су положаји и интензитети рефлексија $Nb_{0,5}Ti_{1,5}C_2$.



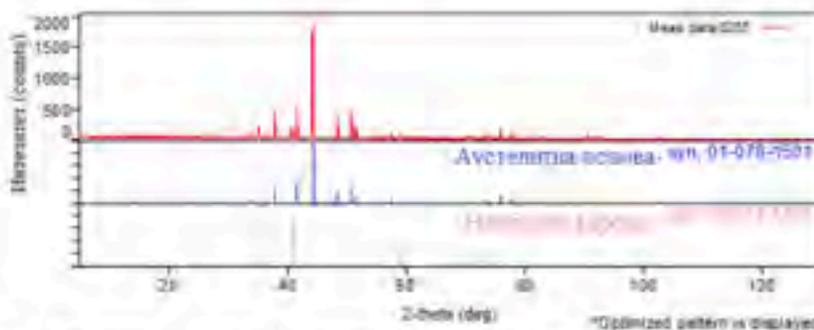
Слика 5.57. Рендгенски дијаграм праха узорка легуре $HP40-0.63\%Nb$ након прегревања на $1050\text{ }^{\circ}C$ у трајању од 120 минута

Рендгенски дијаграм праха узорка легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 480 минута (*99,8 %) приказан је на слици 5.58 црвеном бојом. У доњем делу графика вертикалним линијама приказани су положаји и интензитети рефлексија стандарда горе наведених кристалних врста (преузети из датотеке дифракције праха) и бројеви одговарајућих картица. У првом реду плавом бојом приказани су положаји и интензитети рефлексија $\text{Cr}_{18}\text{NbFe}_{10}\text{C}_6$, у другом реду розе бојом приказани су положаји и интензитети рефлексија $\text{Nb}_{10}\text{Ti}_{11}\text{C}_3$.



Слика 5.58. Рендгенски дијаграм праха узорка легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 480 минута (*99,8 %)

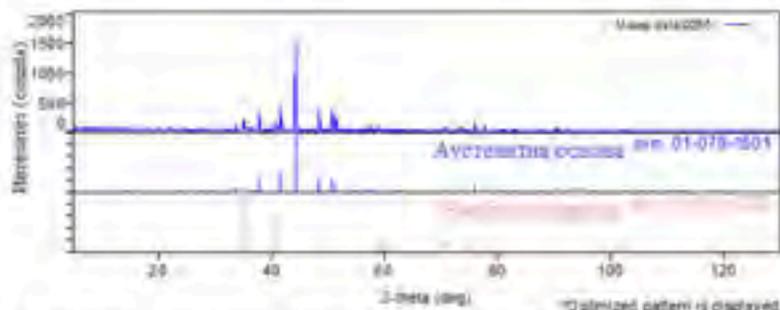
Рендгенски дијаграм праха узорка легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 120 минута приказан је на слици 5.59 црвеном бојом. У доњем делу графика вертикалним линијама приказани су положаји и интензитети рефлексија стандарда горе наведених кристалних врста (преузети из датотеке дифракције праха) и бројеви одговарајућих картица. У првом реду плавом бојом приказани су положаји и интензитети рефлексија $\text{Cr}_{18}\text{NbFe}_{10}\text{C}_6$, у другом реду розе бојом приказани су положаји и интензитети рефлексија NbC .



Слика 5.59. Рендгенски дијаграм праха узорка легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 120 минута

Рендгенски дијаграм праха узорка легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 480 минута приказан је на слици 5.60 црвеном бојом. У доњем делу графика вертикалним линијама приказани су положаји и интензитети рефлексија стандарда горе наведених кристалних врста (преузети из датотеке дифракције праха)

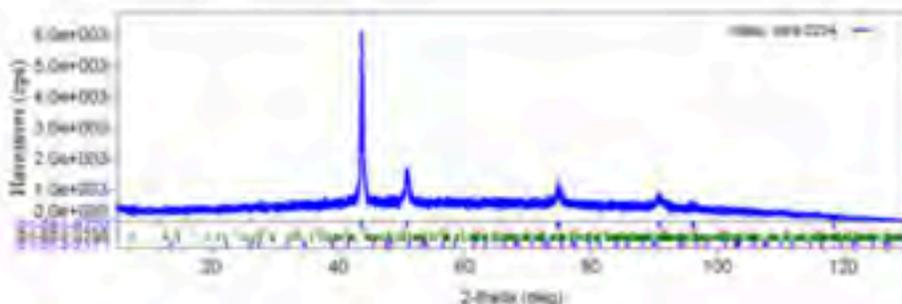
и бројеви одговарајућих картина. У првом реду плавом бојом приказани су положаји и интензитети рефлексија $Cr_{18.9}Fe_{43}C_6$, у другом реду розе бојом приказани су положаји и интензитети рефлексија NbC .



Слика 5.60. Рендгенски дијаграм праха узорка легуре $HP40-0,63\%Nb$ након прегревања на $1150\text{ }^{\circ}C$ у трајању од 480 минута

5.6.2. Резултати рендгеноструктурне анализе узорака легуре $HP40-1,5\%Nb$

Рендгенски дијаграм праха узорка легуре $HP40-1,5\%Nb$ у полазном стању приказан је на слици 5.61 плавом бојом. У доњем делу графика вертикалним линијама приказани су положаји рефлексија стандарда горе наведених кристалних врста који су преузети из *PDF* датотеке (*Power Diffraction File* – датотека дифракције праха) и бројеви одговарајућих картина. У првом реду плавом бојом приказани су положаји рефлексија $\gamma-Fe$ у другом реду розе бојом приказани су положаји рефлексија Cr_2C_6 , у трећем реду зеленом бојом приказани су положаји рефлексија M_7C_3 , у четвртном реду црвеном бојом приказани су положаји рефлексија Nb_3Ni_2Si .



Слика 5.61. Рендгенски дијаграм праха узорка $HP40-1,5\%Nb$ у полазном стању

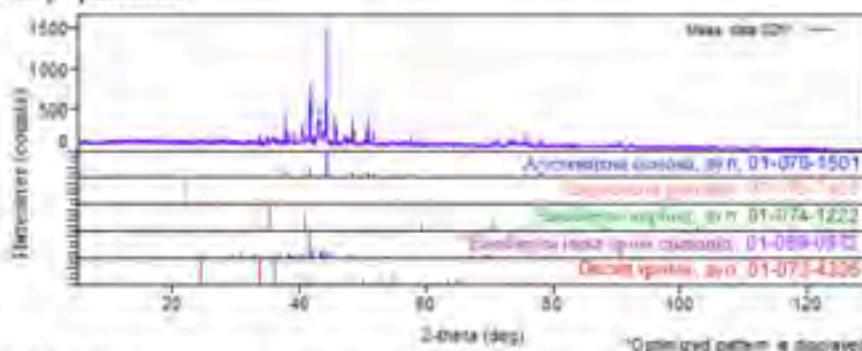
За фазе у узорку $HP40-1,5\%Nb$ након 100 000 сати експлоатације са заступљеношћу већом од 10 % одређени су параметри јединичних ћелија, табела 5.32.

Табела 5.32. Параметри јединичних ћелија значајно присутних кристалних фаза у узорку *HP40-1.5%Nb* након 100 000 сати експлоатације (полазно стање)

Фаза / Параметри јединичне ћелије	$\gamma\text{-Fe}$	$M_{23}C_6$
Дужина ивице јединичне ћелије, a (nm)	0,358781(9)	1,06792(2)
Запремина јединичне ћелије, V (nm ³)	0,0462	1,2179

У узорку легуре *HP40-1.5%Nb* након прегревања на 950 °C у трајању од 120 минута идентификоване су следеће кристалне фазе: $Cr_{1,89}Fe_{4,0}C_6$ чија дифракциона слика одговара стандарду *PDF # 01-078-1501*, гетит $FeO(OH)$ чија дифракциона слика одговара стандарду *PDF # 01-076-7155*, NbC чија дифракциона слика одговара стандарду *PDF # 01-074-1222*, $Nb_3Ni_2,4Cr_{1,6}Si_6$ чија дифракциона слика одговара стандарду *PDF # 01-089-0972* и есколант Cr_2O_3 чија дифракциона слика одговара стандарду *PDF # 01-073-4336* (*PDF-2 Release 2016 RDB*), слика 5.62. Резултати достављене хемијске анализе указују на могућност вишеструке атомеке замене у наведеним кристалним структурама.

У табели 5.33 приказане су фазе са заступљеношћу већом од 10 %, остале фазе су присутне у траговима.



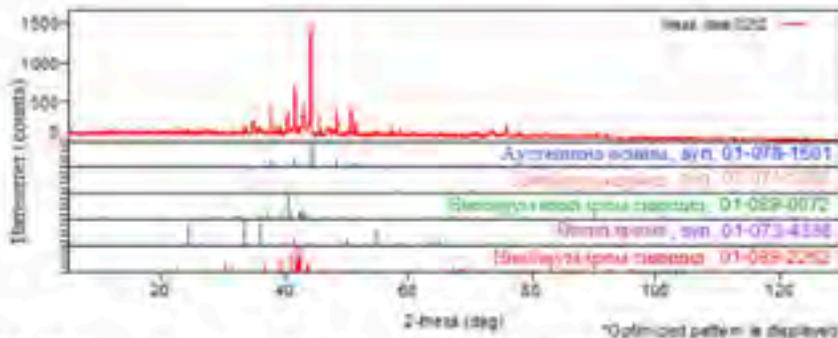
Слика 5.62. Рендгенски дијаграм праха узорка легуре *HP40-1.5%Nb* након прегревања на 950 °C у трајању од 120 минута

Табела 5.33. Параметри јединичних ћелија значајно присутних кристалних фаза у узорку легуре *HP40-1.5%Nb* након прегревања на 950 °C у трајању од 120 минута

Фаза / Параметри јединичне ћелије	$M_{23}C_6$
Дужина ивице јединичне ћелије, a (nm)	1,0627167(6)
Запремина јединичне ћелије, V (nm ³)	1,2002

У узорку легуре *HP40-1.5%Nb* након прегревања на 950 °C у трајању од 480 минута идентификоване су следеће кристалне фазе: $Cr_{1,89}Fe_{4,0}C_6$ чија дифракциона слика

одговара стандарду *PDF # 01-078-1501*, *NbC* чија difrakcijska слика одговара стандарду *PDF # 01-074-1222*, *Nb₃Ni₂Cr₃Si₄* чија difrakcijska слика одговара стандарду *PDF # 01-089-0972*, eskolant *Cr₂O₃* чија difrakcijska слика одговара стандарду *PDF # 01-073-4336* и *Nb₃Cr₂Si₃* чија difrakcijska слика одговара стандарду *PDF # 01-089-2262 (PDF-2 Release 2016 RDB)*, слика 5.63. Резултати достављене хемијске анализе указују на могућност вишеструке атомске замене у наведеним кристалним структурама.



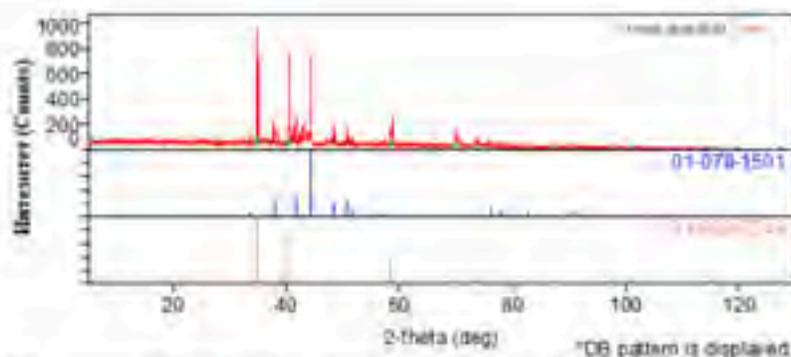
Слика 5.63. Рендгенски дијаграм праха узорка легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на 950°C у трајању од 480 минута

За фазе са заступљеношћу већом од 10 % одређени су параметри јединичних ћелија, табела 5.34.

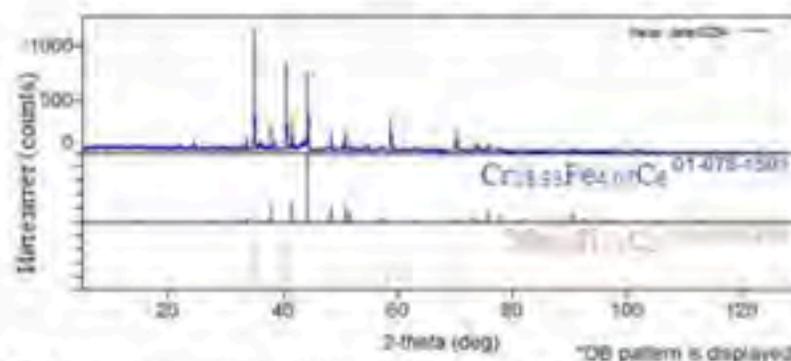
Табела 5.34. Параметри јединичних ћелија значајно присутних кристалних фаза у узорку легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на 950°C у трајању од 480 минута

Фаза / Параметри јединичне ћелије	<i>NbC</i>	<i>M₂₃C₆</i>
Дужина више јединичне ћелије, <i>a</i> (nm)	0,44547(3)	1,0630847(3)
Запремина јединичне ћелије, <i>V</i> (nm ³)	0,0884	1,2014

У узорку легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на 1050°C у трајању од 120 минута следеће две главне кристалне фазе су идентификоване изовит феро *Cr_{18,5}Fe₁₀Co* чија difrakcijska слика одговара стандарду *PDF # 01-078-1501* и инобнијум хром карбид *Nb_{0,9}Cr_{0,1}C* чија difrakcijska слика одговара стандарду *PDF # 01-089-7249*, слика 5.64.



Слика 5.64. Рендгенски дијаграм праха узорка легуре *HP40-1.5%Nb* након прегревања на 1050 °C у трајању од 120 минута

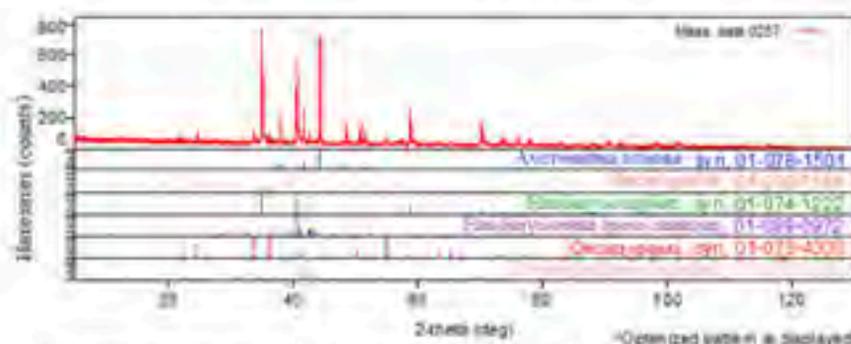


Слика 5.65. Рендгенски дијаграм праха узорка легуре *HP40-1.5%Nb* након прегревања на 1050 °C у трајању од 480 минута

Међутим, могли су се уочити трагови три кристалне фазе $Nb_{10}Ni_{24}Cr_{15}Si_6$ чија дифракциона шема одговара стандардном *PDF* # 01-089-0972, $Nb_2Cr_4Si_3$ чија дифракциона шема одговара стандардном *PDF* # 01-089-2262 и Cr_2O_3 чији дифракциони образац одговара стандардном *PDF*-у # 01-078-5438 (*PDF*-2 издање 2016 *PDF*). Резултати достављене хемијске анализе указују на могућност вишеструких атомских замена у поменутих кристалним структурама. Наведене формуле кристалних фаза треба сматрати приближним хемијским формулама, тј. $M_{25}C_6$ уместо $Cr_{18.5}Fe_{4.07}C_6$ где је $M = Fe, Cr, Ni$ и $((Nb,X)C$ уместо $Nb_{10}Cr_{10}C$ где је $X = Fe, Cr, Ni$. Исто важи и за мање компоненте. Ово је у сагласности са параметрима јединичне ћелије који се значајно разликују од стандардних вредности за Cr_7C_3 и посебно NbC , табела 5.34. Слични резултати се могу видети и за узорак легуре *HP40-1.5%Nb* након прегревања на 950 °C у трајању од 480 минута, слика 5.63 нако постоје значајне разлике у пријављеним параметрима јединичне ћелије и вероватним хемијским саставима између узорка легуре *HP40-1.5%Nb* након прегревања на 1050 °C у трајању од 120 минута и 480 минута. Треба напоменути да је у примерцима између узорка легуре *HP40-1.5%Nb* након прегревања на 1050 °C у трајању од 120 минута и 480 минута обилнија фаза шнобијум хром карбида него изовита ако упоредимо са примерцима 96 %, 99,8 % и легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на 1050 °C у трајању од 120 минута где је супротно.

У узорку легуре *HP40-1.5%Nb* након прегревања на 1150 °C у трајању од 120 минута идентификоване су следеће кристалне фазе: $Cr_{18.5}Fe_{4.07}C_6$ чија дифракциона слика

одговара стандарту *PDF # 01-078-1501*, титит *FeO(OH)* чија дифракциона слика одговара стандарту *PDF # 01-076-7155*, *NbC* чија дифракциона слика одговара стандарту *PDF # 01-074-1222*, *Nb₃Ni₂Cr_{7,6}Si₈* чија дифракциона слика одговара стандарту *PDF # 01-089-0972*, есколанит *Cr₂O₃* чија дифракциона слика одговара стандарту *PDF # 01-073-4336* и *Nb₃Cr₂Si₃* чија дифракциона слика одговара стандарту *PDF # 01-089-2262 (PDF-2 Release 2016 RDB)*, слика 5.66. Резултати достављене хемијске анализе указују на могућност вишеструке атомске замене у наведеним кристалним структурама.



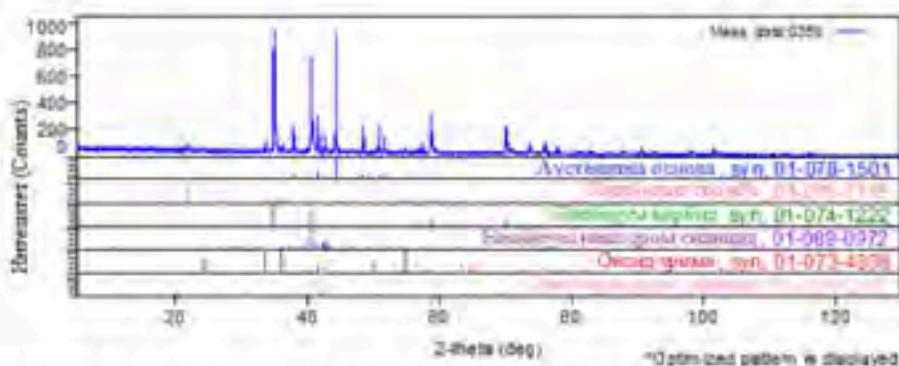
Слика 5.66. Рендгенски дијаграм праха узорка легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 120 минута

За фазе са заступљеношћу већом од 10 % одређени су параметри јединичних ћелија, табела 5.35 док се остале фазе сматрају присутним у траговима.

Табела 5.35. Параметри јединичних ћелија значајно присутних кристалних фаза у узорку легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 120 минута

Фаза/ Параметри јединичне ћелије	<i>NbC</i>	<i>M₂₃C₆</i>
Дужина више јединичне ћелије, <i>a</i> (nm)	0,4446680(3)	1,0622033(3)
Запремина јединичне ћелије, <i>V</i> (nm ³)	0,0879	1,1985

У узорку легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 480 минута идентификоване су следеће кристалне фазе: *Cr_{18,90}Fe_{1,07}C₆* чија дифракциона слика одговара стандарту *PDF # 01-078-1501*, титит *FeO(OH)* чија дифракциона слика одговара стандарту *PDF # 01-076-7155*, *NbC* чија дифракциона слика одговара стандарту *PDF # 01-074-1222*, *Nb₃Ni₂Cr_{7,6}Si₈* чија дифракциона слика одговара стандарту *PDF # 01-089-0972*, есколанит *Cr₂O₃* чија дифракциона слика одговара стандарту *PDF # 01-073-4336* и *Nb₃Cr₂Si₃* чија дифракциона слика одговара стандарту *PDF # 01-089-2262 (PDF-2 Release 2016 RDB)*, слика 5.67. Резултати достављене хемијске анализе указују на могућност вишеструке атомске замене у наведеним кристалним структурама. Наведене формуле кристалних фаза треба посматрати као приближне хемијске формуле, на пример за карбид *M₂₃C₆* уместо *Cr₂₂C₆*.



Слика 5.67. Рендгенски дијаграм праха узорка легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на 1150 °C у трајању од 480 минута

За фазе са заступљеношћу већом од 10 % одређени су параметри јединичних ћелија, табела 5.36, док су остале присутне фазе заступљене у траговима.

Табела 5.36. Параметри јединичних ћелија значајно присутних кристалних фаза у узорку легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на 1150 °C у трајању од 480 минута

Фаза/ Параметри јединичне ћелије	<i>NbC</i>	<i>M₂₃C₆</i>
Дужина ивице јединичне ћелије, <i>a</i> (nm)	0,4446742(6)	1,0619613(2)
Запремина јединичне ћелије, <i>V</i> (nm ³)	0,0879	1,1976

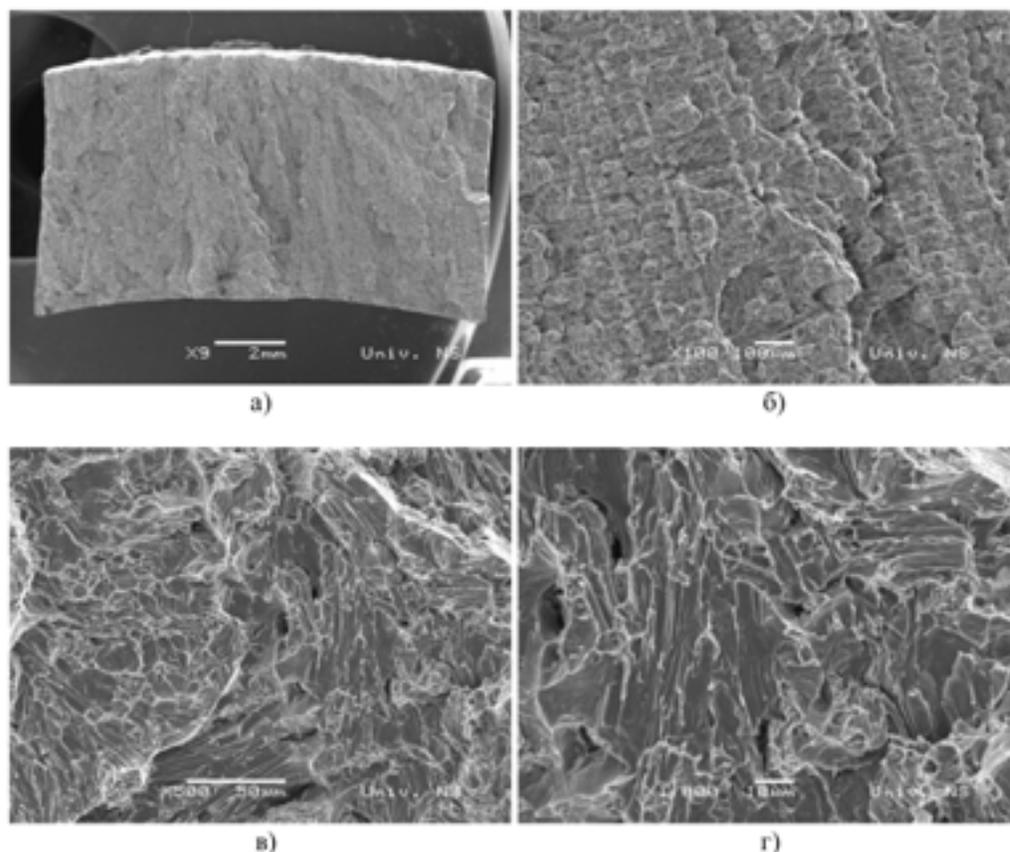
5.7. Морфологија лома

5.7.1. Утицај прегревања на морфологију лома легуре *HP40-0,63%Nb*

Површина прелома легуре *HP40-0,63%Nb* је анализирана код репрезентативних узорака који су преломљени при испитивању на затезање. У циљу лакшег уочавања промена у морфологији лома легуре *HP40-0,63%Nb* у зависности од третмана прегревања узорака посматране су површине лома у полазном стању и за сваки третман прегревања појединачно. Карактеристичне морфологије прелома испитиваних узорака приказане су на сликама 5.68-5.74.

На слици 5.68 приказана је површина прелома узорка *HP40-0,63%Nb* легуре у полазном стању након испитивања затезањем. Слика 5.68а приказује општи изглед преломне површине, али без јасно видљивог карактера лома (ни кртог, ни дуктилног). Може се приметити структура са стреластим линијама које се пружају од спољашње ка унутрашњој површини, пратећи простирање дендрита. На слици 5.68б уочавају се микropоре настале у процесу ливења. На слици 5.68в јасно је приказан карактер транскристалног лома, где лом пролази кроз зрна са карактеристичним речним шарима и степеницама; као и зоне где су присутне велике јамице које су последица дуктилног лома. На слици 5.68г приказани су морфолошки детаљи на површини лома ближе слободној

површини узорка, где је приметан транскристални крти лом у комбинацији са дуктилним ломом, са присутним микропрелинама и микропорама.

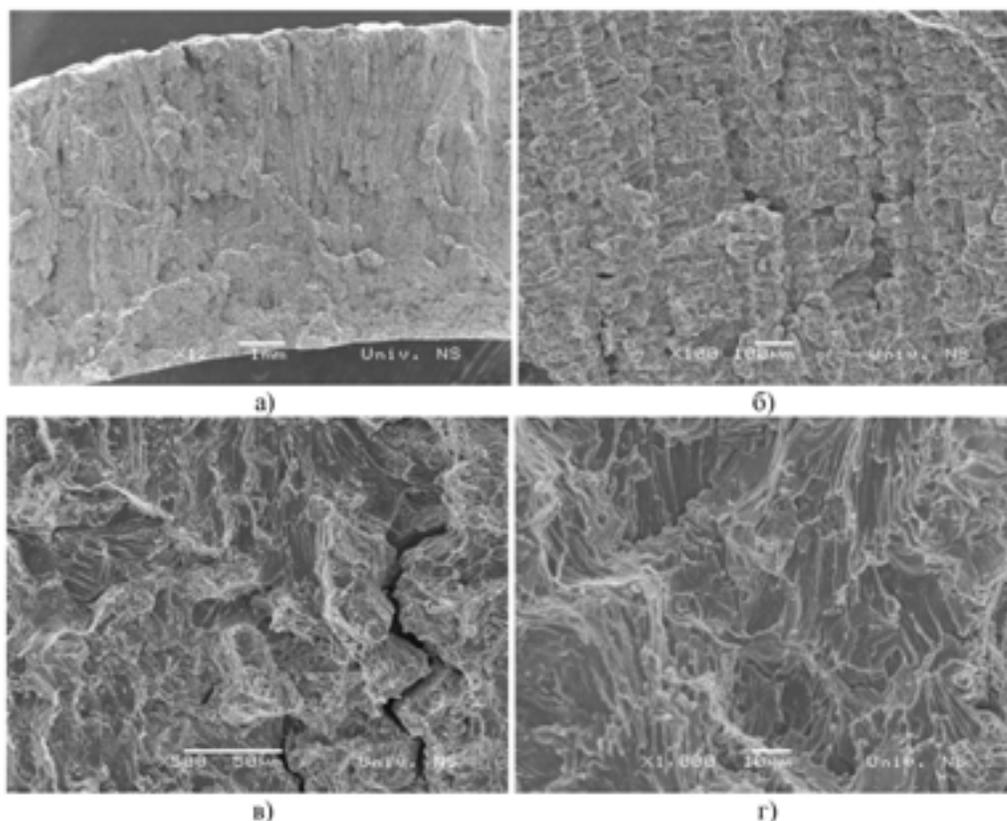


Слика 5.68. Изглед површине прелома узорка легуре у полазном стању: SEM микрофотографије површине лома легуре *HP40-0,63%Nb* при различитом увећању

На слици 5.69 приказана је површина прелома узорка *HP40-0,63%Nb* легуре након испитивања на затезање након прегревања на 950 °C у трајању од 120 минута.

На слици 5.69a приказан је општи изглед преломне површине, али без јасно видљивог карактера лома. Слично као код узорка у почетном стању, приметна је структура са стреластим линијама које се пружају од спољне ка унутрашњој површини, пратећи распоред дендрита, док се у централном делу уочава хомогена зона без дендритне оријентације. На слици 5.69б уочавају се микропоре, микропрелине и уздужне микропрелине. На слици 5.69в јасно је приказан карактер транскристалног лома, где прелом пролази кроз зрна са карактеристичним речним шарама и степеницама. Крти лом заправо представља лом цепањем. Нуклеација прелина настаје на местима где је ометен процес клизања, односно где се налазе карбиди или на границама зрна. Долази до ширења прелина гранањем по степеницама када прелазе границу зрна. Прелине се после граница зрна из различитих равни спајају у једну прелину и на тај начин дају карактеристичан изглед „тока реке“ [157]. Поред тога, приметна су и подручја дуктилног лома са карактеристичним јамицама које су доста ситније него код узорка у полазном стању (слика 5.68в), што указује на мешовити карактер прелома. На слици 5.69г приказани су морфолошки детаљи на површини лома ближе слободној површини узорка,

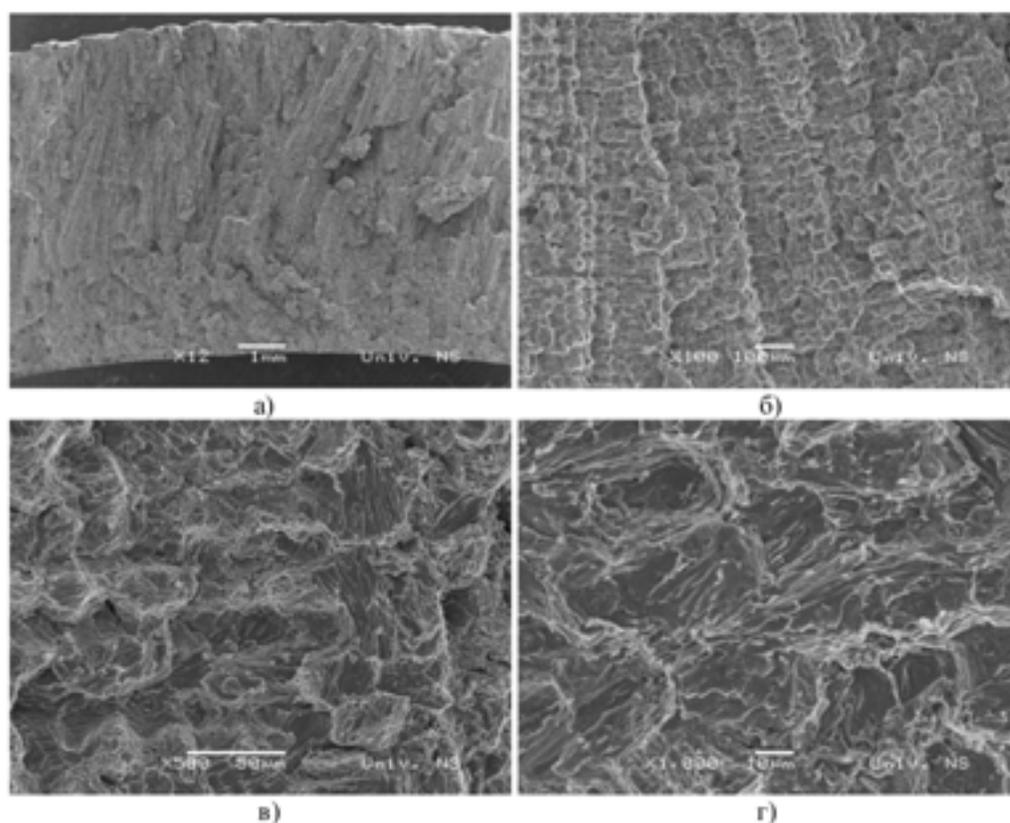
где је приметан транскристални крти лом, са присутним уздужним и попречним микропрелинама и укључцима.



Слика 5.69. Изглед површине прелома легуре *HP40-0,63%Nb* након третмана $950\text{ }^{\circ}\text{C}/120$ минута при различитом увећању

На слици 5.70 приказана је површина прелома узорка *HP40-0,63%Nb* након испитивања на затезање након прегревања на $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 480 минута.

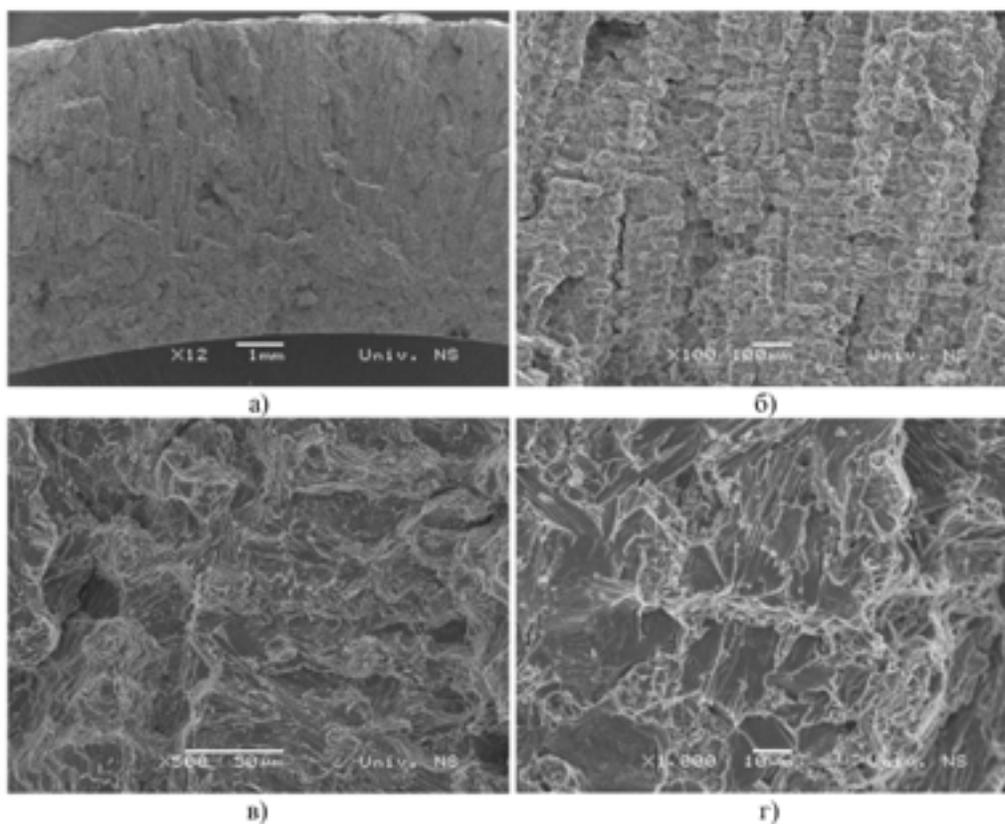
На слици 5.70а приказан је општи изглед преломне површине, и може се уочити да се није променио у односу на општи изглед у полазном стању. На слици 5.70б унутрашњост цеви приказује преломну површину са видљивом дендритном структуром. Присутне су микропоре, нако у мањој количини у поређењу са узорком третираном 120 минута, као и краће уздужне и попречне микропрелине. Слика 5.70в показује преломну површину са значајно мање делова на којима је видљив жилав лом, што више указује на коалесценцију микрошупљина, типичну за крти лом. На слици 5.70г приказани су морфолошки детаљи на површини лома ближе слободној површини узорка, где је приметан транскристални крти лом, са присутним дугачким микропрелинама. Такође, видљив је мањи број крупнијих карбида.



Слика 5.70. Изглед површине прелома легуре *HP40-0,63%Nb* након третмана $950\text{ }^{\circ}\text{C}/480$ минута при различитом увећању

На слици 5.71 приказана је површина прелома узорка *HP40-0,63%Nb* након испитивања на затезање након прегревања на $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 120 минута.

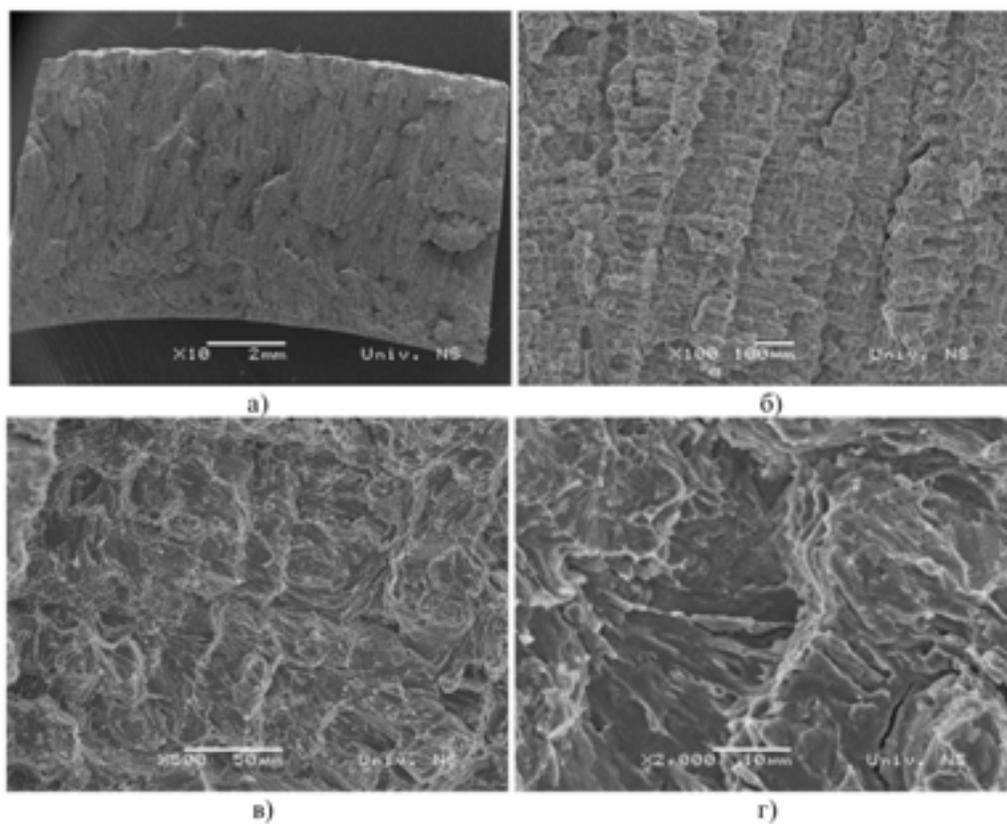
На слици 5.71а види се општи изглед лома са дендритним структурама, које се пружају од спољашње површине ка унутрашњости, а у централном делу се уједначавају и прелазе у зону без дендритне усмерености. Слика 5.71б открива присуство дендритне структуре уз појаву микропора и микропрелина, које се јављају на местима ометеног процеса клизања или на границама зрна. Ове микропрелине су дуже у односу на оне примећене код узорка који је прегреван на $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ током 120 минута. На слици 5.71в видљив је транскристални крти лом са речним шарама и степеницама, док се у мањем обиму јавља и дуктилни лом са карактеристичним јамицама. Слика 5.71г открива морфолошке детаље у близини слободне површине узорка, где је доминантан транскристални крти лом са дугачким микропрелинама, али су такође присутна и подручја дуктилног лома.



Слика 5.71. Изглед површине прелома легуре *HP40-0,63%Nb* након третмана $1050\text{ }^{\circ}\text{C}/120$ минута при различитом увећању

На слици 5.72 приказана је површина прелома узорка *HP40-0,63%Nb* легуре након испитивања на затезање након прегревања на $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 480 минута.

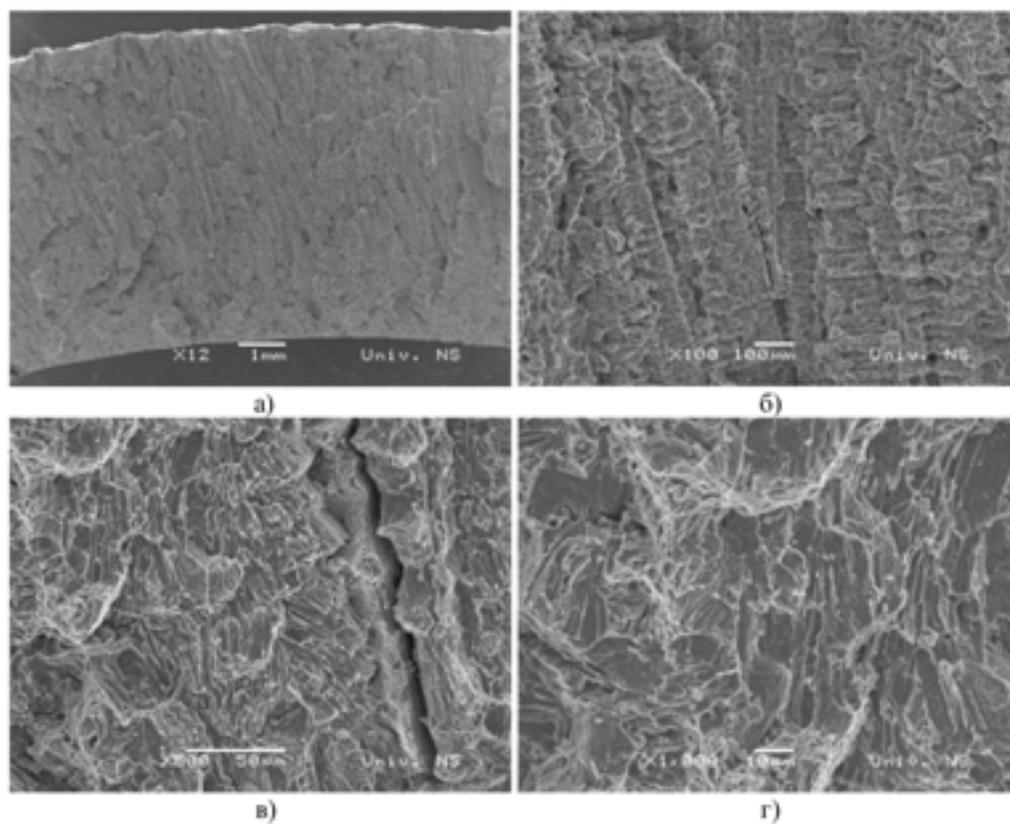
На слици 5.72а приказан је општи изглед лома који је као и код претходних узорaka са стреластим линијама које прате простирање дендрита од спољашње површине ка унутрашњој, док у зони ближе средини узорка постоји уједначена област без дендритне усмерености. Присутна је дендритна структура са микропорама и микропрелинама, које су у мањем броју у односу на узорке третирание на $950\text{ }^{\circ}\text{C}/120$ минута, $950\text{ }^{\circ}\text{C}/480$ минута и $1050\text{ }^{\circ}\text{C}/120$ минута. Слика 5.74б приказује средину цеви и карактеристике лома легуре, где је видљив транскристални крти лом. Морфолошки детаљи преломне површине уз слободну ивицу узорка, приказани на слици 5.72в, указују на доминацију транскристалног кртог лома, али и на мало присуство подручја дуктилног лома. Ови дуктилни региони су додатно детаљно приказани на слици 5.72г, где се може уочити да су зоне кртог лома ограничене јамицама.



Слика 5.72. Изглед површине лома легуре *HP40-0,63%Nb* након третмана $1050\text{ }^{\circ}\text{C}/480$ минута при различитом увећању

На слици 5.73 приказана је површина прелома узорка након прегревања на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 120 минута.

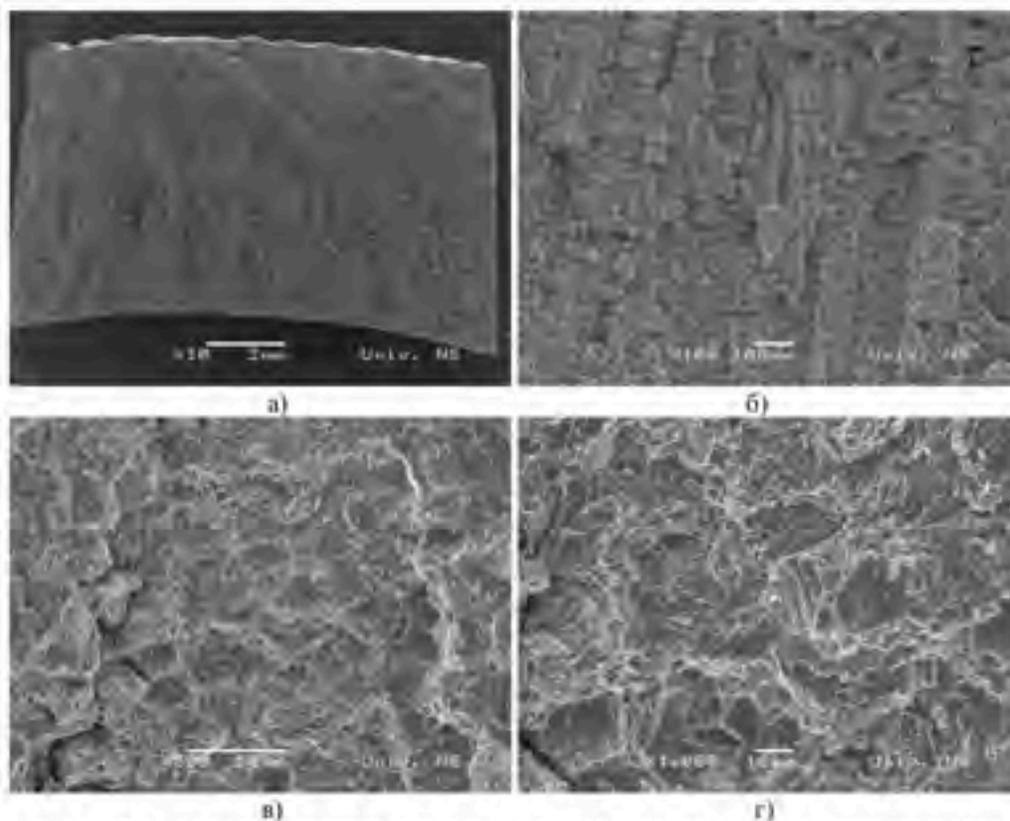
Слика 5.73а показује општи изглед лома, где се може уочити простирање дендрита од спољашње ка унутрашњој површини. Ближе средини узорка и унутрашњем делу види се уједначена зона без дендритне усмерености, а ово одсуство усмерености се појављује и ближе спољашњем зиду цеви. На слици 5.73б видљива је дендритна структура уз присуство микропора и усправних и попречних микропрелина. Слика 5.73в представља средишњи део преломне површине цеви, где доминира транскристални крти лом. Поред тога, приметна су мања подручја транскристалног кртог лома са карактеристичним јамицама. Примећена је и велика прелина на површини. На слици 5.73г приказани су морфолошки детаљи уз слободну површину узорка, где је видљив транскристални крти лом. Приближно половина површине је прекривена зонама кртог лома ограниченим јамицама.



Слика 5.73. Изглед површине прелома легуре *HP40-0,63%Nb* након третмана 1150 °C/120 минута при различитом увећању

На слици 5.74 приказана је површина прелома узорка *HP40-0,63%Nb* након испитивања на затезање након прегревања на 1150 °C у трајању од 480 минута.

Слика 5.74а показује карактеристичан лом са стреластим линијама које прате раст дендрита од спољне према унутрашњој површини. У спољашњем делу цеви ове линије постају мање уочљиве, док је у централном и унутрашњем делу присутна зона без јасног дендритног усмерења. На слици 5.74б може се уочити да је површина прелома грубља и неравнија у поређењу са претходним узорцима, уз присуство дендритне структуре, микропора и краћих микропрелина. Слика 5.74в приказује средишњи део цеви, где је видљив транскристални крти лом као доминантан механизам. Поред тога, приметна су мала подручја груписаних микрошупљина. На слици 5.74г приказане су фасете кртог лома, које су ограничене јамцима. Како температура прегревања расте (950 °C и 1050 °C), приметно је издуживање фасета квазицепана, а проценат дуктилног лома расте услед уситњавања карбида.



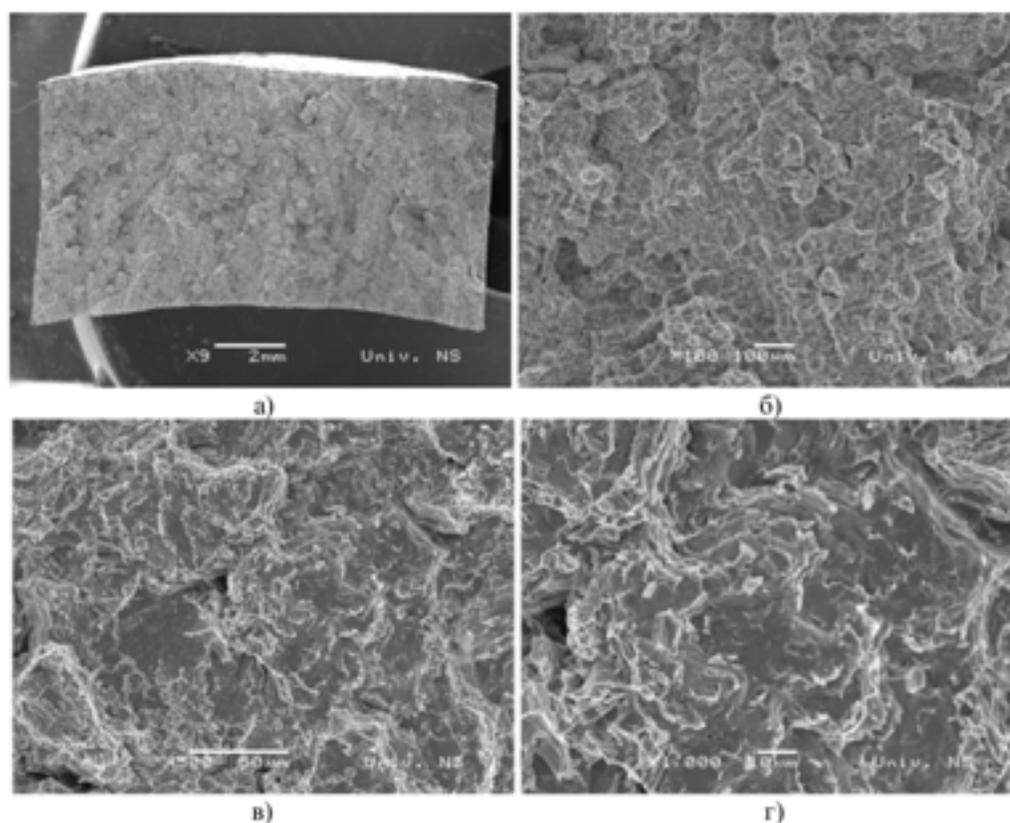
Слика 5.74. Изглед површине прелома легуре *HP40-0,63%Nb* након третмана $1150\text{ }^{\circ}\text{C}/480$ минута при различитом увећању

5.7.2. Утицај прегревања на морфологију лома легуре *HP40-1,5%Nb*

Анализа површине прелома извршена је на репрезентативним узорцима легуре *HP40-1,5%Nb* који су ломљени током испитивања затезањем. Морфологија лома испитивана је како код узорка у полазном стању, тако и код узорка изложених прегревању на $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ током 120 и 480 минута, на $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ у истим временским интервалима, као и на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 120 и 480 минута. Ради бољег сагледавања промена у морфологији лома легуре *HP40-1,5%Nb* услед различитих услова прегревања, анализирале су површине лома како у полазном стању, тако и након сваког од третмана прегревања. Карактеристичне морфологије прелома анализираних узорка приказане су на сликама 5.75–5.81.

Површина лома легуре *HP40-1,5%Nb* у ливеном стању приказана је на слици 5.75.

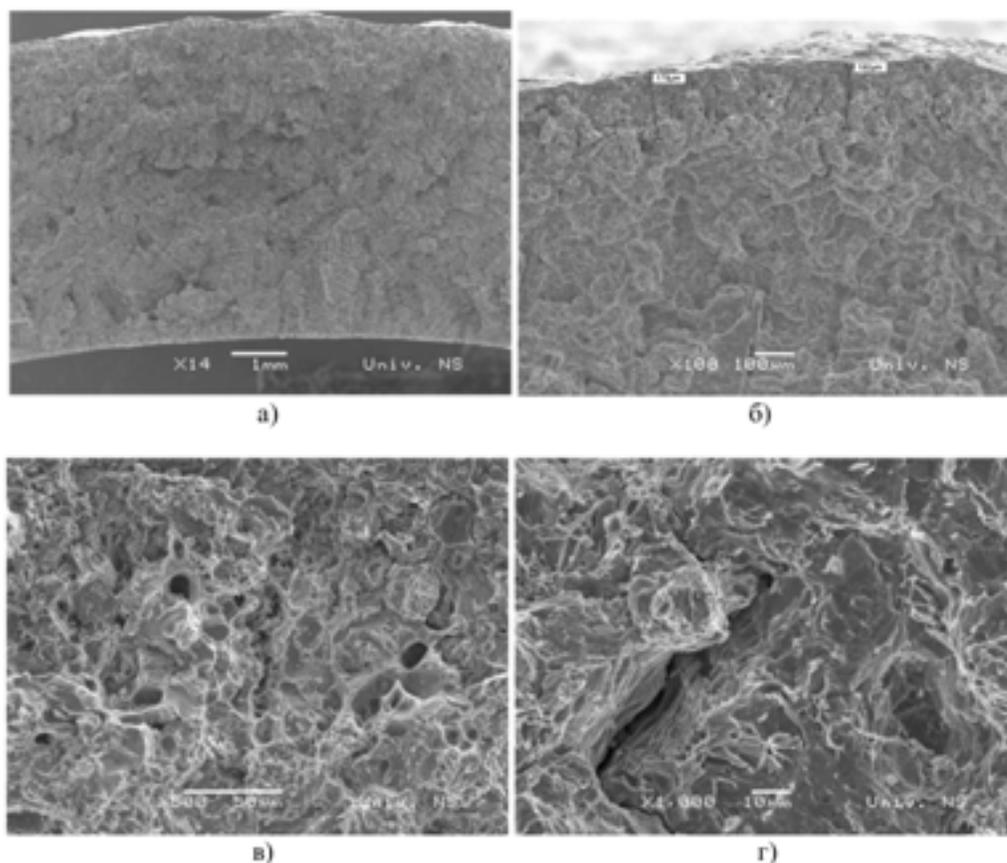
Макро изглед површине прелом показује да је у целом пресеку присутна уједињена морфологија без дендритне усмерености и присуство микрошупљина, слика 5.75а. На слици 5.75б где је приказана површина прелома при већем увећању видљиве су микропрелине уздужног и попречног правца, које су настале као последица пузања. Слика 5.75в и 5.75г приказују јасније тип лома. Уочава се мешовити лом при чему је доминантан транскристални крти лом, и присутан је мали удео зона са јамницама које су показатељи дуктилног лома.



Слика 5.75. SEM микрофотографије површине лома легуре *HP40-1,5%Nb* у ливеном стању при различитим увећањима

Морфологија лома легуре *HP40-1,5%Nb* након термичког третмана на 950 °C током 120 минута приказана је на слици 5.76.

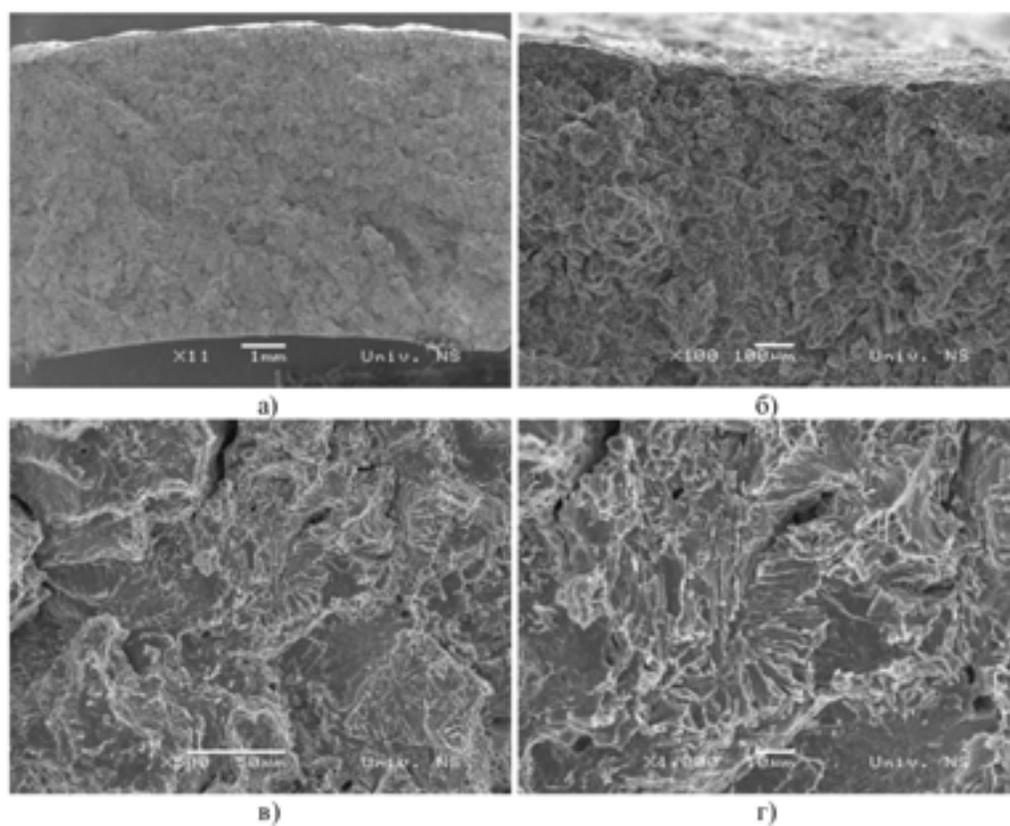
Слика 5.76а приказује фрактографију површине прелома где се види уједначена морфологија без изражене дендритне усмерености кроз цео пресек и присуство шупљина. На спољашњем делу цеви уочен је оксидни слој који је продро у унутрашњост материјала до дубине од 180 µm (слика 5.76б). На увећању од 500x спољашњег дела цеви (слика 5.76в) видљив је карактер лома који указује на већински транскристални крти лом и зоне дуктилног лома са присуством микрошупљина. Целом површином прелома су видљиве честице карбида, које су у неким зонама присутне у великом броју, као и велика густина микрошупљина које су настале услед експлоатације цеви преко 100 000 сати. На слици 5.76в уочава се транскристални крти лом са великом количном белих честица у основи и присуством великог броја микрошупљина. Уочене честице могу бити честице секундарне фазе или неметални укључци [61]. Могу се уочити и фасете квази цепања које су краће у поређењу са узорцима легуре *HP40-0,63%Nb* под истим условима прегревања (слика 5.69г).



Слика 5.76. Изглед површине лома легуре *HP40-1,63%Nb* након третмана $950^{\circ}\text{C}/120$ минута при различитом увећању

Морфологија лома легуре *HP40-1,5%Nb* након термичког третмана на 950°C током 480 минута приказана је на слици 5.77.

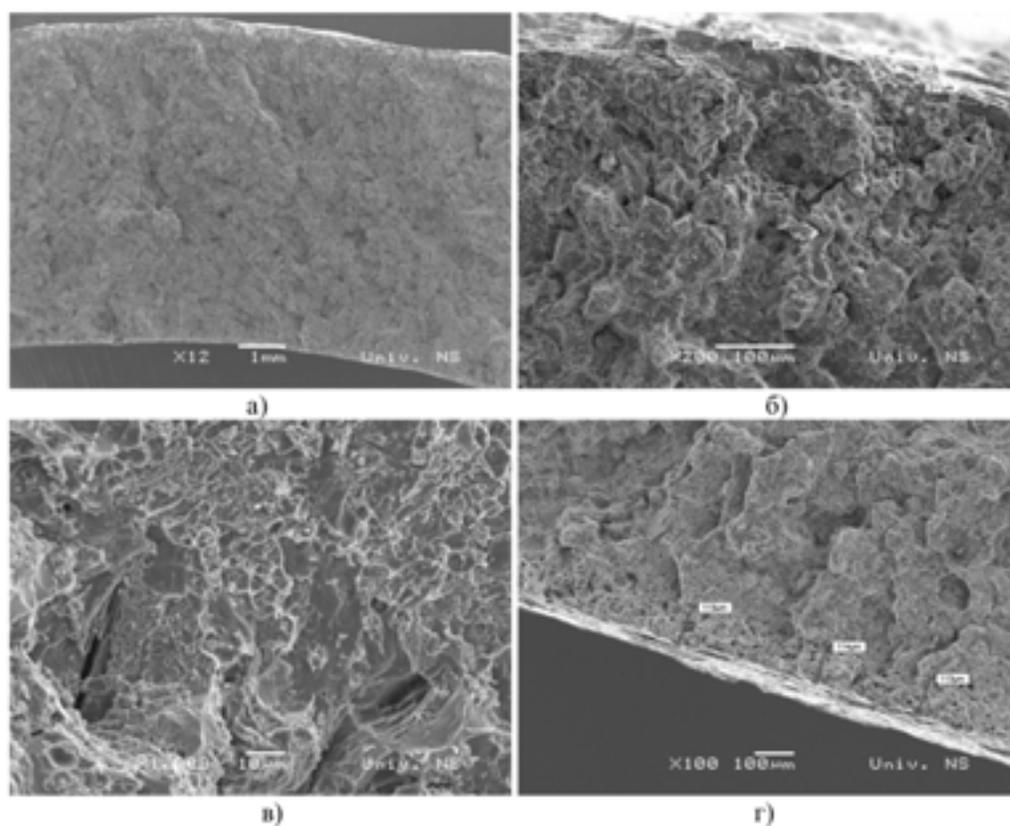
Слика 5.77а приказује макрофотографију површине прелома где се види уједначена морфологија без изражене дендритне усмерености кроз цео пресек. Такође присутне су поре у структури. У близини спољне површине присутне су микропоре које су настале услед рада у експлоатационим условима више од 100 000 сати (5.77б). На слици 5.77в приказан је средишњи део узорка. Видљив је карактер лома – транскристални крти лом и зоне са јамца – дуктилни лом. На површини лома (слика 5.77г) виде се фасете квазицепања услед транскристалног кртог лома, и фасете су на средишњем делу узорка дуже него у делу ближе спољашњем зиду узорка.



Слика 5.77. Изглед површине прелома легуре *HP40-1,63%Nb* након третмана $950\text{ }^{\circ}\text{C}/480$ минута при различитом увећању

Морфологија лома легуре *HP40-1,5%Nb* након термичког третмана на $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ током 120 минута приказана је на слици 5.78.

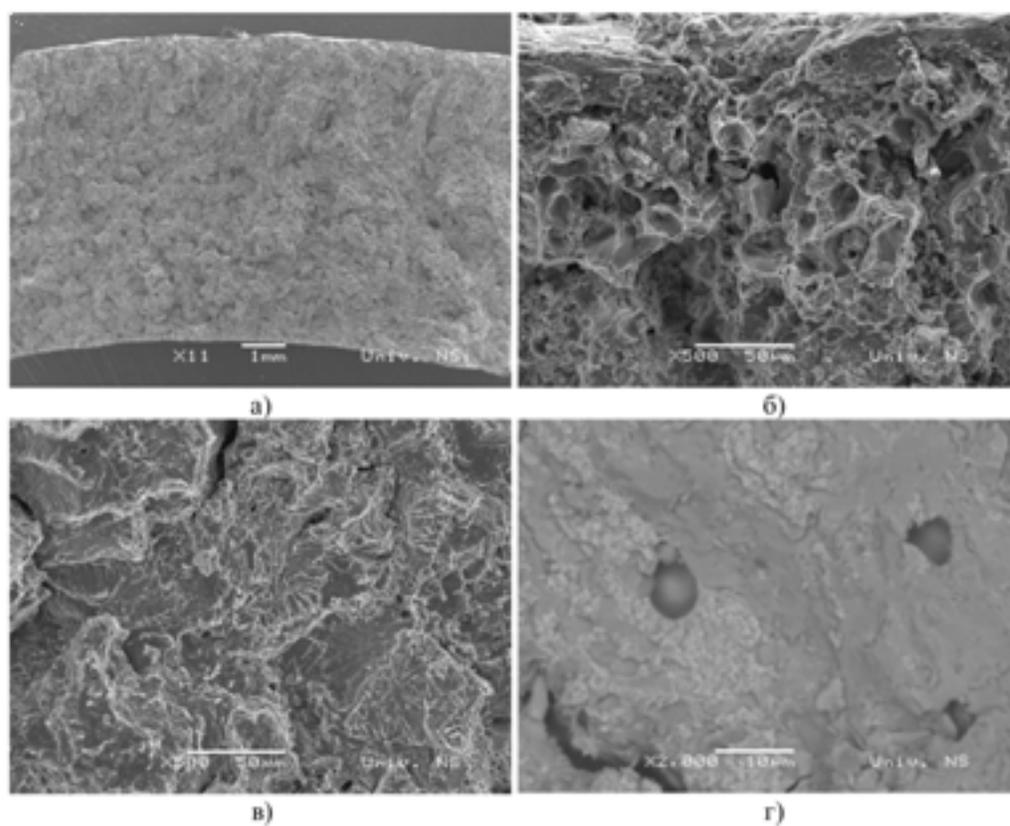
На слици 5.78а види се уједначена морфологија без изражене дендритне усмерености кроз цео пресек са великим бројем шупљина. На слици 5.78б приказан је детаљ спољашњег зида узорка на коме се може уочити оксидни слој који је продро у узорак до дубине од $233\text{ }\mu\text{m}$. У зони где је дошло до разугљеничења у близини оксидног слоја присутан је велики број микропрелина. На слици 5.78в при већем увећању јасно се види да је присутан мешовити лом, транскристални крти лом и дуктилни лом. Присутне су честице талога, посебно велика количина на местима где су јамице, тј. дуктилни лом. Такође, на слици 5.78в могу се уочити микропрелине и уздужне и попречне микропрелине. Слика 5.78г приказује унутрашњи зид узорка на коме се налази оксидни слој који је продро у узорак до дубине од $119\text{ }\mu\text{m}$. Део пресека узорка где је дошло до оксидације садржи велики број микропрелина.



Слика 5.78. Изглед површине лома легуре *HP40-1,63%Nb* након третмана $1050\text{ }^{\circ}\text{C}/120$ минута при различитом увећању

Морфологија лома легуре *HP40-1,5%Nb* након термичког третмана на $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ током 480 минута приказана је на слици 5.79.

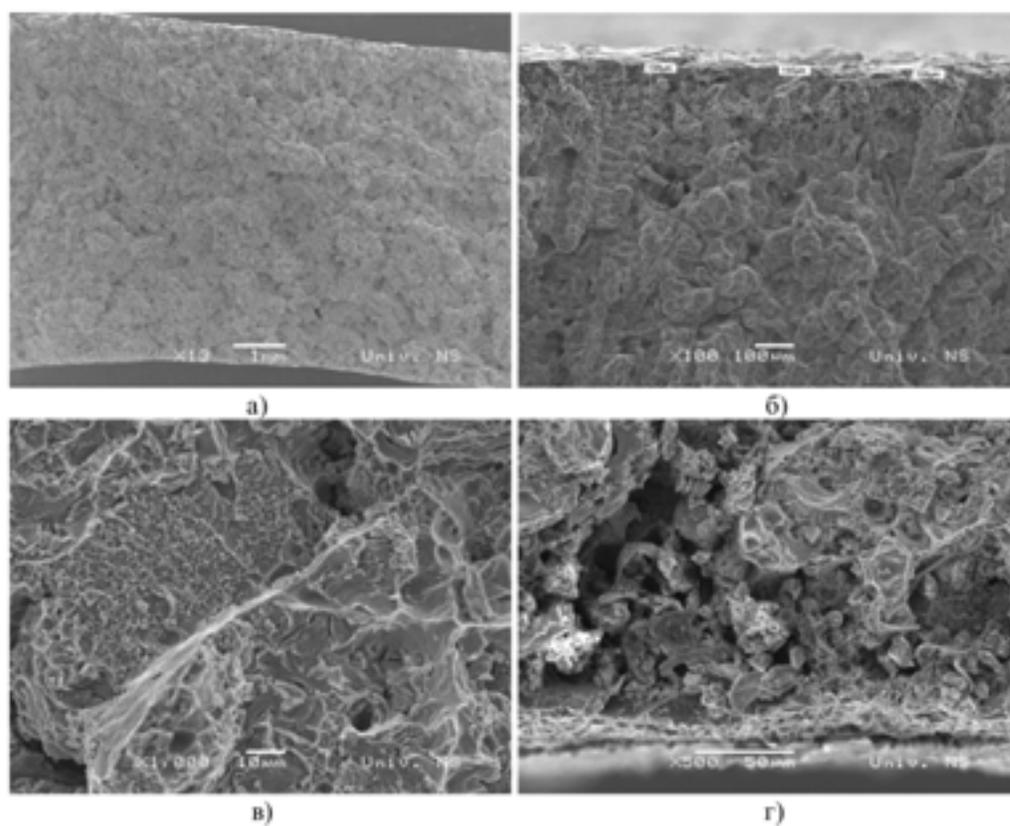
На слици 5.79а види се уједначена морфологија без изражене дендритне усмерености кроз цео пресек са великим бројем микропрелина. На слици 5.79б видљива је велика количина микрошупљина у близини површине узорка, које су настале услед рада у експлоатационим условима више од 100 000 сати. На овој слици се може уочити да су микропрелине формиране у зони до спољашњег зида почеле да се спајају. На слици 5.79в види се јасно да је присутан мешовит лом, претежно транскристални крти лом са зонама дуктилног лома. Присутне су уздужне микропрелине. Слика 5.79г (*SEM-BSE*) приказује детаљ средине узорка микроструктуре где је видљива дубока попречна микропрелина и велике микропрелине. Такође, може се уочити да је на местима светлијих карбида присутан дуктилни лом као последица масивног таложења карбида.



Слика 5.79. Изглед површине лома легуре *HP40-1,63%Nb* након третмана $1050\text{ }^{\circ}\text{C}/480$ минута при различитом увећању

Морфологија лома легуре *HP40-1,5%Nb* након термичког третмана на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ током 120 минута приказана је на слици 5.80.

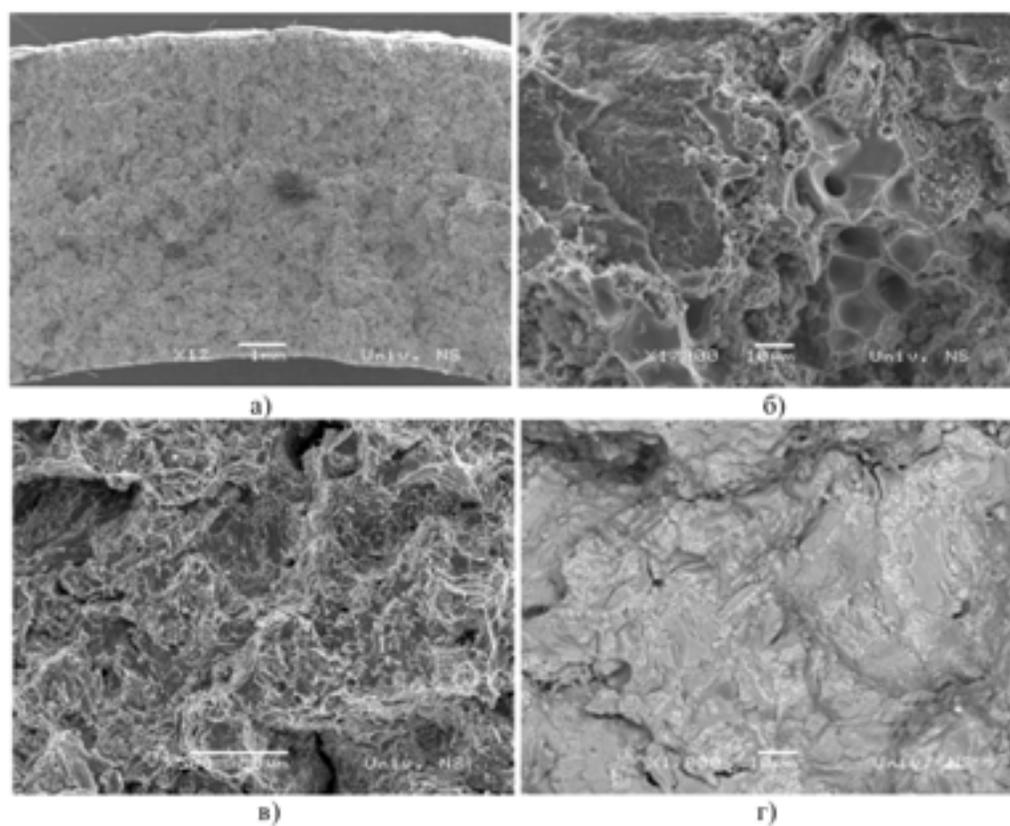
На фрактографији која је приказана на слици 5.80а види се уједначена морфологија без изражене дендритне усмерености кроз цео пресек са великим бројем микропрелина. Слика 5.80б приказује фрактографију спољашњег зида узорка који је захваћен са оксидацијом, која је продрла у легуру до дубине од $156\text{ }\mu\text{m}$. Оксидни слој је испуњен великим бројем микропрелина. Слика 5.80в приказује средишњи део узорка на ком се може уочити карактер лома. Присутан је мешовити лом, дуктилни и транскристални крти лом. Са детаља се види да је у зонама где је присутан дуктилни лом (јамице) присутна велика количина ситних карбида. Са истог детаља се може уочити велика количина попречних микропрелина у зонама кртог лома. Слика 5.80г приказује унутрашњи зид узока. На овом детаљу приказан је оксидни слој који је напредовао кроз материјал и довео до разарања материјала. Виде се укључци и јамице дуктилног прелома.



Слика 5.80. Изглед површине лома легуре *HP40-1,63%Nb* након третмана $1150\text{ }^{\circ}\text{C}/120$ минута при различитом увећању

Морфологија лома легуре *HP40-1,5%Nb* након термичког третмана на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ током 480 минута приказана је на слици 5.81.

На слици 5.81а види се уједначена морфологија без изражене дендритне усмерености кроз цео пресек са великим бројем микропрелина и великом попречном прелином. Слика 5.81б приказује спољашњи зид узорка који је захваћен оксидним слојем који је продро у легуру. На овом делу дошло је до спајања микропрелина и присутан је дуктилни лом. Виде се укључци и попречна прелина. Слика 5.81в приказује средишњи део узорка. На овој слици се јасно види карактер лома који је мешовит (транскристалини крти лом и дуктилни лом). У микроструктури је присутна велика количина микропрелина. Детаљ приказан на слици 5.81г (*SEM-BSE*) приказује светле и тамне фазе у микроструктури, где се може уочити да је до кртог лома дошло у зонама где је присутна тамнија фаза, а до дуктилног лома у зонама где су присутне ситне беле честице карбида. Беле ситне честице су карбид ниобијума, NbC који је крт и до његовог лома долази пре него што дође до коначног лома, али аустенитна основа је довољно жилава да заустави прелине које настају у честицама карбида [106]. Видљиве су микропрелине у зонама кртог лома.



Слика 5.81. Изглед површине лоба легуре *HP40-1,63%Nb* након третмана 1150 °C/480минута при различитом увећању

5.8. Анализа варијансе и оптимизација резултата

5.8.1. Регресиона анализа и оптимизација резултата механичких особина легуре *HP40-0,63%Nb*

5.8.1.1 Регресиона анализа и оптимизација резултата тврдоће

У табели 5.37. налазе се сумиране вредности тврдоће испитаних узорака након термичких третмана које су коришћене за анализу.

Табела 5.37. Измерене вредности тврдоће испитаних узорака од легуре *HP40-0,63%Nb* након термичких третмана

Температура прегревања (°C)	Време прегревања (минути)	Тврдоћа HV10				
		1. мерење	2. мерење	3. мерење	4. мерење	5. мерење
950	30	184	205	197	198	199
1050	30	199	201	199	202	198
1150	30	204	196	204	199	203
950	120	210	205	206	206	208
1050	120	207	203	198	206	206
1150	120	204	208	208	209	208
950	480	224	224	230	226	228
1050	480	213	235	235	240	238
1150	480	233	230	230	233	232

Регресиона анализа

Коефицијенти *ANOVA* регресионе једначине дати су у табели 5.38. Регресионом анализом добијен је вишеструки регресиони модел који описује зависност тврдоће цеви од улазних фактора: температуре прегревања и времена прегревања:

$$HV10 = 179,67 + 0,01700 \cdot T + 0,06799 \cdot t \quad (5.1)$$

Где су:

HV10 – тврдоћа по Викерсу,

T – температура прегревања и

t – време прегревања.

Овај модел је објаснио 88,73 % варијабилности мерења, што указује на одличну ефикасност модела у погледу тога колико објашњава промену тврдоће материјала услед промена улазних фактора.

Табела 5.38. Коефицијенти *ANOVA* регресионе једначине добијени у *Minitab*-y

Terms	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant	179,67	9,46	18,99	0,000	
Температура прегревања	0,01700	0,00895	1,90	0,064	1,00
Време прегревања	0,06799	0,00376	18,09	0,000	1,00

Применом *ANOVA* анализе и *Fisher test-a (F-test)* рачунањем *F* вредности урађена је процена појединачних фактора на карактеристику од интереса. У табели 5.39 се налазе вредности потребне за ову анализу (*F*-вредност). Искоришћена је *F*-дистрибуција за одређивање критичне вредности *F* (*F_{cr}*) за ниво значајности $\alpha = 0,05$.

- **DF1 (Degrees of Freedom for the numerator):** 1 (за Температура прегревања или Време прегревања),
- **DF2 (Degrees of Freedom for the denominator):**42 (за *Error*)

Проверена је вредност *F_{cr}* за ове степене слободе помоћу калкулатора који се налази на линку [Analytics Calculators](#).

Израчунавање и поређење

Упоредена је F -вредност са израчунавом F_{cr} . Вредност F_{cr} је израчуната користећи следеће параметре:

1. **$DF1$ (степен слободe за бројилац):** 1 (за Време прегревања и зигма за температуру прегревања),
2. **$DF2$ (степен слободe за именилац):** 42 (за *Error*),
3. **Ниво значајности (α):** 0,05.

Ови подаци се уносе у калкулатор за критичну вредност F , након чега се добија критична вредност $F(F_{cr}) = 4,07$.

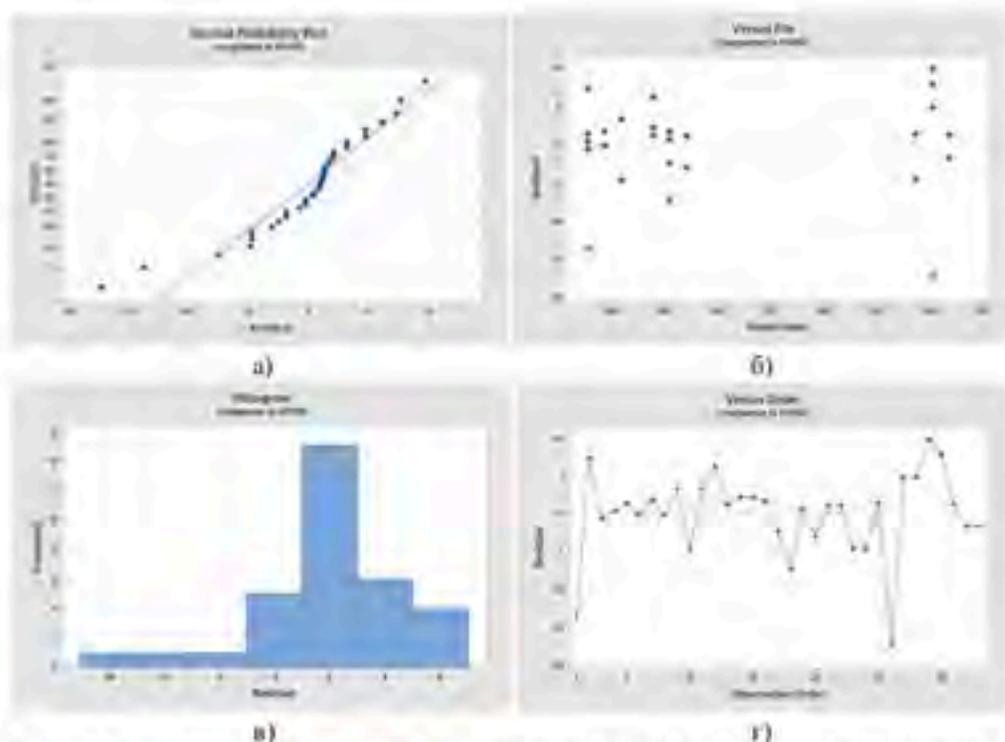
Обзиром да је за температуру прегревања F -вредност: 3,61 (мања од 4,07) закључује се да фактор Температура прегревања није значајан за тврдоћу. На исти начин поређењем вредности је утврђено да фактор Време прегревања где је F -вредност: 327,13 (већа од 4,07) и P -вредност: 0,000 (мања од 0,05) јесте значајан за тврдоћу.

Табела 5.39. Анализа варијансе

Source	DOF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	Percentage
Regression	2	7949,68	3974,84	165,37	0,000	88,73
Температура	1	86,70	86,70	3,61	0,064	0,97
Време	1	7862,98	7862,98	327,13	0,000	87,76
Error	42	1009,52	24,04			11,28
Lack-of-fit	6	110,32	18,39	0,74	0,624	1,23
Pure Error	36	899,20	24,98			10,04
Total	44	8959,20				100

Резултати *ANOVA* анализе потврђују статистичку значајност целокупног регресионог модела са F -вредношћу од 165,37 већом од критичке F_{cr} и ниском P -вредношћу од 0,000. Време прегревања се конкретно издваја као статистички значајан фактор, док са друге стране температура прегревања не показује значајан утицај на тврдоћу цела. *Lack-of-fit* грешка је мала. Са P -вредношћу од 1,23, нема значајних неслагања између модела и стварних података. То значи да модел добро описује варијабилност у подацима.

На слици 5.82 приказани су дијаграми расподеле резидуала за тврдоћу HV10 легуре HP 40-0,63%Nb, који су кључни за проверу регресионог модела и његове претпоставке.



Слика 5.82. Дијаграми нормалне расподеле за тврдоћу HV10 за легуру HP40-0,63%Nb након термичких третмана: а) дијаграм нормалне вероватноће, б) дијаграм нормалне расподеле у односу на предвиђене вредности, в) хистограм, г) дијаграм резидуала по редоследу

Оптимизација

У циљу добијања оптималних резултата, односно максималне тврдоће HV10, оптимизација је извршена применом три различита метахеуристичка алгоритма. Метахеуристички алгоритми за оптимизацију параметара третмана прегревања имплементирали су у програмском језику *Matlab*. За циљну функцију одабрана је експериментално добијена регресиона једначина за тврдоћу HV10.

Табела 5.40 приказује резултате оптимизације тврдоће легуре HP40-0,63%Nb.

Табела 5.40. Резултати оптимизације параметара прегревања легуре HP40-0,63%Nb коришћењем метахеуристичких алгоритама

Мере перформанси	<i>PSO</i>	<i>HBA</i>	<i>GWO</i>
Најбоља фитнес вредност	231,855	231,855	231,855
Просечна фитнес вредност	231,855	231,855	231,660
Стандардна девијација	0	0	0,168

Резултати оптимизације показују да су сви алгоритми (*PSO*, *HBA* и *GWO*) постигли исту најбољу фитнес вредност од 231,855, што указује на то да сва три алгоритма могу ефикасно пронаћи оптимално решење за параметре термичких третмана. Међутим,

разлике су уочене у просечној фитнес вредности и стандардној девијацији. *GWO* алгоритам је дао благо одступање у резултатима претраживања које је резултирало малом девијацијом од 0,168.

Најбоље решење, које је идентификовано као оптимално, подразумева температуру од 1150°C и време прегревања од 480 минута. Ова комбинација параметара доводи до најбоље постигнуте фитнес вредности тврдоће HV10 од 231,8552.

При сваком покретању алгоритма, резултати су идентични.

5.8.1.2 Регресиона анализа и оптимизација резултата затезне чврстоће

Регресиона анализа је извршена како би се истражио утицај температуре прегревања и времена прегревања на затезну чврстоћу легуре HP 40-0,63%Nb.

У табели 5.41 се налазе вредности затезне чврстоће испитаних узорака легуре HP40-0,63%Nb након термичких третмана.

Табела 5.41. Измерене вредности затезне чврстоће испитаних узорака од легуре HP40-0,63%Nb након термичких третмана

Температура прегревања (°C)	Време прегревања (минути)	Затезна чврстоћа N/mm ²		
		1. мерење	2. мерење	3. мерење
950	30	527	536	531
1050	30	506	525	515
1150	30	514	522	519
950	120	541	527	535
1050	120	547	538	542
1150	120	532	500	518
950	480	588	577	582
1050	480	573	548	566
1150	480	561	543	554

Регресиона анализа

Коефицијенти *ANOVA* регресионе једначине дати су у табели 5.42. Регресионом анализом добијен је вишеструки регресиони модел који описује зависност затезне чврстоће цеви од улазних фактора: температуре прегревања и времена прегревања:

$$R_m = 624,6 - 0,1006 \cdot T + 0,0975 \cdot t \quad (5.2)$$

Где су:

R_m – затезна чврстоћа,

T – температура прегревања и

t – време прегревања.

Овај модел је објаснио 82,23 % варијабилности мерења, што указује на добру ефикасност модела у погледу тога колико објашњава промену затезне чврстоће материјала услед промена улазних фактора.

Табела 5.42. Коэффициенти *ANOVA* регресионе једначине добијени у *Minitab*-у

<i>Terms</i>	<i>Coef</i>	<i>SE Coef</i>	<i>T-Value</i>	<i>P-Value</i>	<i>VIF</i>
<i>Constant</i>	626,6	25,4	24,62	0,000	
Температура прегревања	-0,1006	0,0240	-4,19	0,000	1,00
Време прегревања	0,0975	0,0101	9,67	0,000	1,00

Применом *ANOVA* анализе и Fisher test-а (*F-test*) рачунањем *F* вредности урађена је процена појединачних фактора на карактеристику од интереса. У табели 5.43 се налазе вредности потребне за ову анализу (*F*-вредност). Користимо *F*-дистрибуцију за одређивање критичне вредности *F* (*F_{crit}*) за ниво сигнификантности $\alpha = 0,05$.

- ***DF1* (*Degrees of Freedom for the numerator*):** 1 (за Температура прегревања или Време прегревања),
- ***DF2* (*Degrees of Freedom for the denominator*):** 6 (за *Error*).

Проверена је вредност *F_{crit}* за ове степене слободe помоћу калкулатора који се налази на линку [Analytics Calculators](#).

Израчунавање и поређење

Искористићемо је *F*-вредност за поређење са *F_{crit}*. Вредност *F_{crit}* је израчуната користећи следеће параметре:

1. ***DF1* (степен слободe за бројилац):** 1 (за Време прегревања и линија за температуру прегревања),
2. ***DF2* (степен слободe за именилац):** 24 (за *Error*),
3. **Ниво сигнификантности (α):** 0,05.

Ови подаци се уносе у калкулатор за критичну вредност *F*, након чега се добија критична вредност *F* (*F_{crit}*) = 4,26.

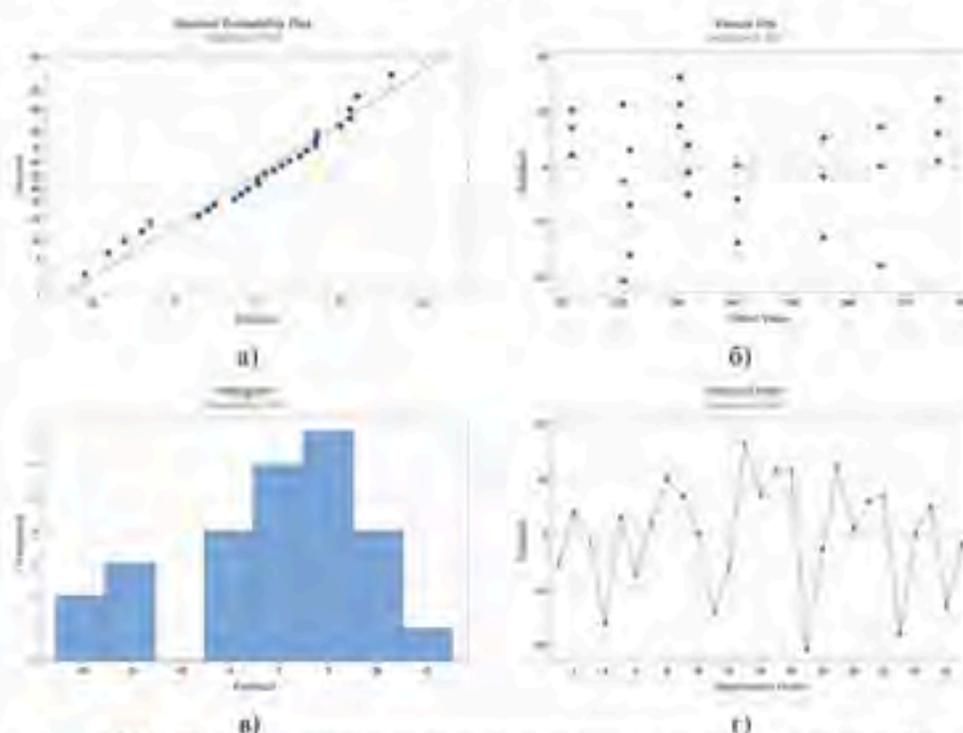
Обзиром да је за температуру прегревања *F*-вредност: 17,54 (већа од 4,26) и *P*-вредност: 0,000 (мања од 0,05) закључује се да је фактор Температура прегревања значајан за литељну чистоту легуре. На исти начин проверено је и за фактор Време прегревања где је *F*-вредност: 93,56 (већа од 4,26) и *P*-вредност: 0,000 (мања од 0,05). Може се закључити да је фактор Време прегревања значајан за литељну чистоту легуре.

Табела 5.43. Анализа варијансе

<i>Source</i>	<i>DOF</i>	<i>Adj SS</i>	<i>Adj MS</i>	<i>F-Value</i>	<i>P-Value</i>	<i>Percentage</i>
<i>Regression</i>	2	11528	5764,14	55,55	0,000	82,23
Температура	1	1820	1820,06	17,54	0,000	12,98
Време	1	9708	9708,22	93,54	0,000	69,25
<i>Error</i>	24	2490	103,77			17,76
<i>Lack-of-fit</i>	6	1024	170,74	2,10	0,105	7,03
<i>Pure Error</i>	18	1466	81,44			10,46
<i>Total</i>	26	14019				100

Rezultati *ANOVA* analize potvrđuju statističku sigifikantnost celokupnog regresionog modela sa visokom *F*-vrednošću od 55,55 većom od kritične *F_{crit}* i niskom *P*-vrednošću od 0,000. Temperatura pregrevaња se konkretno izdvaja kao statistički značajan faktor, dok sa druge strane Vreme pregrevaња ne pokazuje značajan uticaj na tvrdoću cevi. Visoka vrednost greške *lack-of-fit* ukazuje na problem nedostatka prilagodljivosti modela kojim injeu u potpunosti opisane varijacije u добијеним резултатима.

На слици 5.83 приказани су дијаграми нормалне расподеле за затезну чврстоћу легуре *HP40-0,63%Nb*, који су кључни за процену регресионog модела и његове претпоставке.



Слика 5.83. Дијаграми расподеле резидуала за затезну чврстоћу за легуру *HP40-0,63%Nb* након термичког третмана: а) дијаграм нормалне вероватноће, б) дијаграм нормалне расподеле у односу на предвиђене вредности, в) хистограм, г) дијаграм резидуала по редоследу

Оптимизација

Ради добијања оптималних резултата, односно максималне вредности затезне чврстоће, оптимизација је извршена применом три различита метахеуристичка алгоритма. Метахеуристички алгоритми за оптимизацију параметара третмана прегревања имплементирани су у програмском језику *Matlab*. За циљу функцију одабрана је експериментално добијена регресиона јединица за затезну чврстоћу легуре *HP 40-0,63%Nb*.

У табели 5.44 приказани су резултати оптимизације затезне чврстоће легуре HP 40-0,63%Nb.

Табела 5.44. Резултати оптимизације параметара прегревања коришћењем метахеуристичких алгоритама за легуру HP40-0,63%Nb

Мере перформанси	<i>PSO</i>	<i>HBA</i>	<i>GWO</i>
Најбоља фитнес вредност	575,830	575,830	575,829
Просечна фитнес вредност	575,830	575,830	575,383
Стандардна девијација	0	0	0,433

При оптимизацији резултата коришћењем три метахеуристичка алгорита, *PSO*, *HBA* и *GWO*, примећено је да су добијене фитнес вредности веома сличне. Конкретно, за *PSO* и *HBA* добијене вредности износе 575,830, док је за *GWO* забележена благо нижа вредност од 575,829. Ове минималне разлике у фитнес вредностима указују на то да су сва три алгорита у стању да веома ефикасно пронађу глобални оптимум или приближно оптимално решење за посматрани проблем. Међутим, приметна је разлика у просечној фитнес вредности, где *GWO* има нешто нижу вредност од 575,383 у поређењу са *PSO* и *HBA*, који су оба постигли 575,830. Ово сугерише да је *GWO* имао нешто већу варијацију у резултатима током оптимизације. Ова варијација је такође видљива у стандардној девијацији, која за *GWO* износи 0,433, док је за *PSO* и *HBA* стандардна девијација 0, што указује на конзистентност резултата ова два алгорита у поређењу са *GWO*.

Најбоље решење које је идентификовано подразумева температуру од 950 °C и време прегревања од 480 минута, што је исто као и претходно оптимално решење. Ова комбинација параметара доводи до најбоље постигнуте фитнес вредности затезне чврстоће од 575,830.

5.8.1.3 Регресиона анализа и оптимизација резултата процентуалног издужења

Регресиона анализа је извршена како би се истражио утицај температуре прегревања и времена прегревања на процентуално издужење легуре HP40-0,63%Nb.

У табели 5.45 се налазе вредности процентуалног издужења испитаних узорака након термичких третмана које су коришћене за анализу.

Табела 5.45. Измерене вредности процентуалног издужења испитаних узорака од легуре HP40-0,63%Nb након термичких третмана

Редни бр.	Температура прегревања (°C)	Време прегревања (минути)	Издужење (%)			Средња вредност
			1. мерење	2. мерење	3. мерење	
1	950	30	5,43	5,49	5,47	5,46
2	1050	30	5,26	4,99	5,15	5,13
3	1150	30	9,08	8,34	8,86	8,76
4	950	120	4,96	5,15	5,08	5,06
5	1050	120	6,00	5,46	5,72	5,73
6	1150	120	9,10	6,40	7,61	7,70
7	950	480	4,96	4,95	4,94	4,95

8	1050	480	5,56	4,6	5,12	5,09
9	1150	480	8,44	7,36	7,98	7,93

Регресиона анализа

Коефицијенти *ANOVA* регресионе једначине дати су у табели 5.46. Регресионом анализом добијен је вишеструки регресиони модел који описује зависност процентуалног издужења цеви од улазних фактора: температуре прегревања и времена прегревања:

$$A = 7,17 + 0,00231 \cdot T + 0,006948 \cdot t \quad (5.3)$$

Где су:

A – процентуално издужење,
 T – температура прегревања и
 t – време прегревања,

Овај модел је објаснио 85,81 % варијабилности мерења, што указује на веома добру ефикасност модела у погледу тога колико објашњава промену процентуалног издужења материјала услед промена улазних фактора.

Табела 5.46. Коефицијенти *ANOVA* регресионе једначине добијени у *Minitab*-у

Terms	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant	7,17	1,47	4,98	0,000	
Температура прегревања	-0,00231	0,00139	-1,67	0,109	1,00
Време прегревања	0,006948	0,000582	11,93	0,000	1,00

Применом *ANOVA* анализе и Fisher test-а (*F*-test) рачунањем *F* вредности урађена је процена појединачних фактора на карактеристику од интереса, У табели 5.47 се налазе вредности потребне за ову анализу (*F*-вредност), Примењена је *F*-дистрибуција за одређивање критичне вредности *F* (*F_{cr}*) за ниво сигнификантности $\alpha = 0,05$,

- **DF1 (Degrees of Freedom for the numerator):** 1 (за Температура прегревања или Време прегревања),
- **DF2 (Degrees of Freedom for the denominator):** 24 (за *Error*)

Проверена је вредност *F_{cr}* за ове степене слободе помоћу калкулатора који се налази на линку [Analytics Calculators](#),

Израчунавање и поређење

Вредност *F* је упоређена са *F_{cr}*, Прво је вредност *F_{cr}* израчуната користећи степене слободе:

1. **DF1 (степен слободе за бројилац):** 1 (за Време прегревања и затим за температуру прегревања),
2. **DF2 (степен слободе за именилац):** 24 (за *Error*),
3. **Ниво сигнификантности (α):** 0,05.

Ови подаци се уносе у калкулатор за критичну вредност *F*, након чега се добија критична вредност *F* (*F_{cr}*) = 4,26. Обзиром да је за температуру прегревања *F*-вредност: 2,78 (мања од 4,26) може се закључити да температура прегревања нема значајан утицај

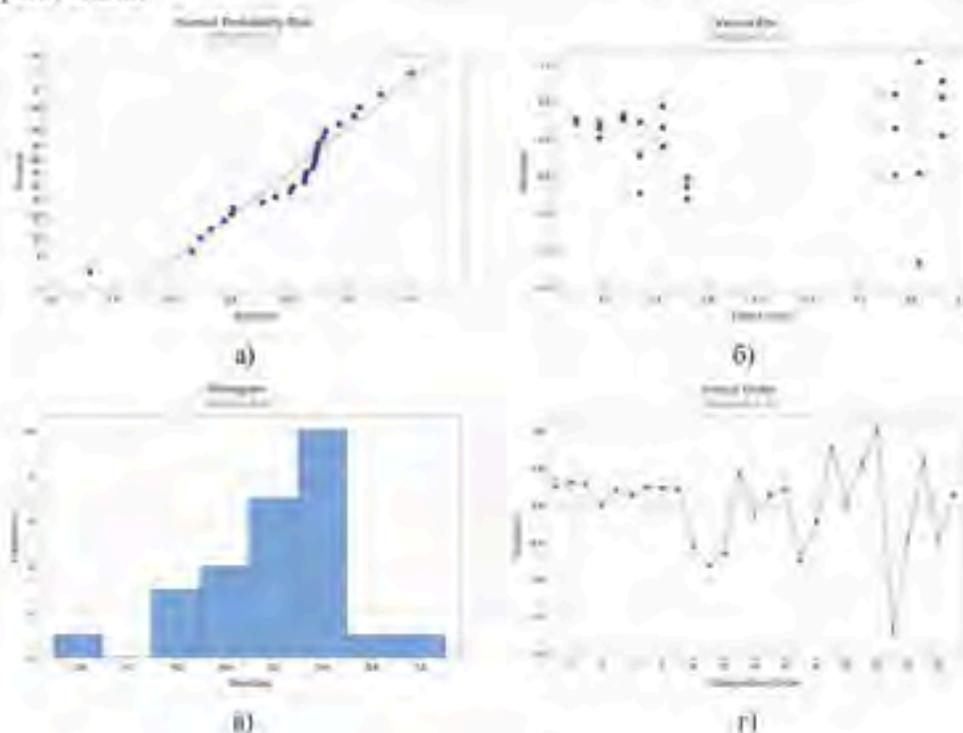
на процентуално издуženje легуре. Исто проверавамо и за фактор Време прегревања где је F -вредност: 142,37 (већа од 4,26) и P -вредност: 0,000 (мања од 0,05). Може се закључити да је фактор Време прегревања значајан за процентуално издуženje.

Табела 5.47. Анализа варијансе

Source	DOF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	Percentage
Regression	2	50,2302	25,1151	72,58	0,000	85,81
Температура	1	0,9614	0,9614	2,78	0,109	1,64
Време	1	49,2688	49,2688	142,37	0,000	84,17
Error	24	8,3053	0,3461			14,19
Lack-of-fit	6	3,1058	0,5176	1,79	0,157	5,31
Pure Error	18	5,1995	0,2889			8,88
Total	26	58,5355				100

Резултати $ANOVA$ анализе потврђују статистичку сигнификантност целокупног регресионог модела са високом F -вредношћу од 78,58 већом од критичне F_{cr} и ниском P -вредношћу од 0,000. Време прегревања се конкретно издваја као статистички значајан фактор, док са друге стране температура прегревања не показује значајан утицај на процентуално издуženje цеви. Ова комбинација ниске F -вредности, високе P -вредности и малог процента укупне варијације сугерише да је грешка *lack-of-fit* мала и да модел добро одговара подацима. Ово значи да модел адекватно описује варијације у подацима.

На слици 5.84 приказани су дијаграми расподеле резидуала за процентуално издуženje легуре $HP40-0,63\%Nb$, који су кључни за процену регресионог модела и његове претпоставке.



Слика 5.84. Дијаграми расподеле резидуала за процентуално издужење за легуру *HP40-0,63%Nb* након термичких третмана: а) дијаграм нормалне вероватноће, б) дијаграм нормалне расподеле у односу на предвиђене вредности, в) хистограм, г) дијаграм резидуала по редоследу

Оптимизација

За добијање оптималних резултата, односно максималне вредности издужења, оптимизација је извршена применом три различита метахеуристичка алгоритма. Метахеуристички алгоритми за оптимизацију параметара третмана прегревања имплементирани су у програмском језику *Matlab*. За циљну функцију одабрана је експериментално добијена регресиона једначина за процентуално издужење легуре *HP40-0,63%Nb*.

Табела 5.48 приказује резултате оптимизације процентуалног издужења легуре *HP40-0,63%Nb*.

Табела 5.48. Резултати оптимизације параметара прегревања коришћењем метахеуристичких алгоритма за легуру *HP40-0,63%Nb*

Мере перформанси	<i>PSO</i>	<i>HBA</i>	<i>GWO</i>
Најбоља фитнес вредност	8,310	8,310	8,310
Просечна фитнес вредност	8,310	8,310	8,293
Стандардна девијација	0	0	0,019

Резултати оптимизације показују да су сва три алгоритма (*PSO*, *HBA* и *GWO*) постигла исту најбољу фитнес вредност од 8,310, што указује на њихову способност да пронађу оптимално решење за разматрани проблем. Ипак, у просечним фитнес вредностима приметна је мала разлика, где је *GWO* постигао нешто нижу просечну вредност од 8,293 у односу на *PSO* и *HBA* који су постигли 8,310. Ово сугерише да је *GWO* имао нешто већу варијацију у резултатима током оптимизације. Ова варијација је такође видљива у стандардној девијацији, која за *GWO* износи 0,019, док је за *PSO* и *HBA* стандардна девијација 0, што указује на конзистентност резултата ова два алгоритма у поређењу са *GWO*.

Ови резултати указују на то да температура од 950°C и време прегревања од 480 минута представљају оптималне услове за постизање највеће вредности издужења $A=8,310$, без потребе за додатним подешавањем параметара.

5.8.2. Регресиона анализа и оптимизација резултата механичких особина легуре *HP40-1,5%Nb*

5.8.2.1 Регресиона анализа и оптимизација резултата тврдоће

У табели 5.49 се налазе сумиране вредности тврдоће испитаних узорка након термичких третмана које су коришћене за анализу.

Табела 5.49. Измерене вредности тврдоће испитаних узорка од легуре *HP40-1,5%Nb* након термичких третмана

Тврдоћа HV10	

Температура прегревања (°C)	Време прегревања (минути)	1. мерење	2. мерење	3. мерење	4. мерење	5. мерење
950	30	187	187	181	184	186
1050	30	182	180	183	180	180
1150	30	176	176	176	175	177
950	120	187	184	188	185	186
1050	120	177	173	172	173	175
1150	120	184	173	176	179	178
950	480	206	203	205	205	206
1050	480	191	189	191	190	189
1150	480	209	209	224	208	210

Регресиона анализа

Коефицијенти *ANOVA* регресионе једначине дати су у табели 5.50. Регресионом анализом добијен је вишеструки регресиони модел који описује зависност тврдоће легуре од улазних фактора: температуре прегревања и времена прегревања:

$$HV10 = 193,9 - 0,0167 \cdot T + 0,05265 \cdot t \quad (5.4)$$

Где су:

HV10 – тврдоћа по Викерсу,

T – температура прегревања и

t – време прегревања.

Овај модел је објаснио 67,00 % варијабилности мерења, што указује на умерену ефикасност модела у погледу тога колико објашњава промену тврдоће материјала услед промена улазних фактора.

Табела 5.50. Коефицијенти *ANOVA* регресионе једначине добијени у *Minitab-y*

Terms	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Константа	193,9	14,5	13,40	0,000	
Температура прегревања	-0,0167	0,0137	-1,22	0,230	1,00
Време прегревања	0,05265	0,00575	9,15	0,000	1,00

Применом *ANOVA* анализе и Fisher test-a (*F-test*) рачунањем *F* вредности урађена је процена појединачних фактора на карактеристику од интереса. У табели 5.51 се налазе вредности потребне за ову анализу (*F*-вредност). Примењена је *F*-дистрибуција за одређивање критичне вредности *F* (*F_{cr}*) за ниво сигнификантности $\alpha = 0,05$.

- **DF1 (Degrees of Freedom for the numerator):** 1 (за Температура прегревања или Време прегревања),
- **DF2 (Degrees of Freedom for the denominator):** 42 (за *Error*)

Проверена је вредност *F_{cr}* за ове степене слободе помоћу калкулатора који се налази на линку [Analytics Calculators](#).

Израчунавање и поређење

Вредност F је упоређена са F_{cr} вредношћима које су израчунате користећи следеће параметре:

1. $DF1$ (степен слобode за бројилац): 1 (за Време прегревања и затим за температуру прегревања),
2. $DF2$ (степен слобode за именилац): 42 (за *Error*),
3. Ниво сигнификантности (α): 0,05.

Ови подаци се уносе у калкулатор за критичну вредност F , након чега је добијена критична вредност $F(F_{cr}) = 4,07$.

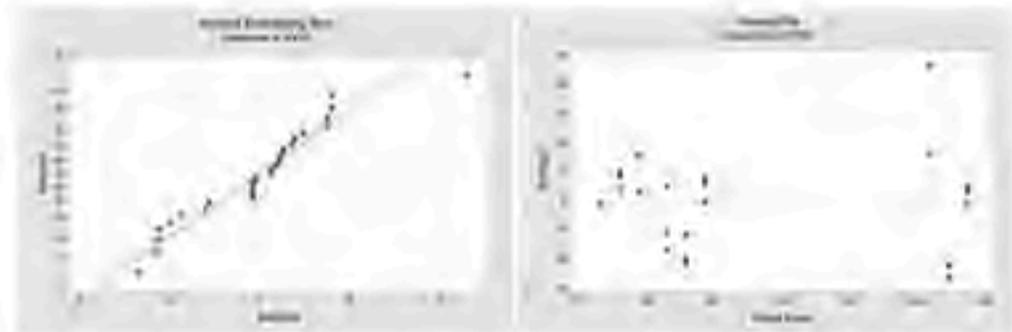
Обзиром да је за температуру прегревања F -вредност: 1,48 (мања од 4,07) закључује се да фактор Температура прегревања није значајан за тврдоћу. Исто је проверен и фактор Време прегревања где је F -вредност: 83,78 (већа од 4,07) и P -вредност: 0,000 (мања од 0,05). Може се закључити да је фактор Време прегревања значајан за тврдоћу.

Табела 5.51. Анализа варијансе

Source	DOF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	Percentage
Regression	2	4797,74	2398,87	42,63	0,000	67
Температура	1	83,33	83,33	1,48	0,230	1,164
Време	1	4714,40	4714,40	83,78	0,000	65,83
Error	42	2363,37	56,27			33,00
Lack-of-fit	6	2043,37	340,56	38,31	0,000	28,53
Pure Error	36	320,00	8,89			4,47
Total	44	7161,11				100

Резултати анализе варијансе (*ANOVA*) показују значајан утицај фактора на одговор, са највећим утицајем времена прегревања и регресијом у целини. Укупна варијанса објашњена регресијом је значајна са F -вредношћу од 42,63 и P -вредношћу од 0,000, што указује на то да модел добро објашњава варијансу у подацима. Регресија објашњава 67 % укупне варијансе. Укупна варијанса грешке износи 33 %, са великим делом варијансе који је узрокован недостатком фит-фактора (28,53 %) и мањим делом чистом грешком (4,47 %).

На слици 5.85 приказани дијаграми нормалне расподеле за тврдоћу HV10 легуре *HP40-1,3%Nb*, који су кључни за процену регресивног модела и његове претпоставке.





Слика 5.85. Дијаграми расподеле резидуала за тврдоћу HV10 за легуру HP40-1,5%Nb након термичких третмана: а) дијаграм нормалне вероватноће, б) дијаграм нормалне расподеле у односу на предвиђене вредности, в) хистограм, г) дијаграм резидуала по редоследу

Оптимизација

У циљу добијања оптималних резултата, односно максималне тврдоће HV10, оптимизација је извршена применом три различита метахеуристичка алгоритма. За циљну функцију одбрана је експериментално добијена регресиона јединица за тврдоћу HV10 легуре HP40-1,5%Nb.

Табела 5.52 приказује резултате оптимизације тврдоће легуре HP40-1,5%Nb.

Табела 5.52. Резултати оптимизације параметара прегревања коришћењем метахеуристичких алгоритама за легуру HP40-1,5%Nb.

Мере перформанси	PSO	HBA	GWO
Најбоља фитнес вредност	203,307	203,307	203,307
Просечна фитнес вредност	203,307	203,307	203,187
Стандардна девијација	0	0	0,105

Резултати оптимизације показују да су сва три алгоритма (PSO, HBA и GWO) постигла идентичну најбољу фитнес вредност од 203,307, што указује на њихову способност да ефикасно пронађу оптимално решење за дати проблем. Резултати оптимизације показују да су сви алгоритми (PSO, HBA и GWO) постигли исту најбољу фитнес вредност од 203,307, што указује на то да сва три алгоритма могу ефикасно пронаћи оптимално решење за параметре термичких третмана. Међутим, разлике су уочене у просечној фитнес вредности и стандардној девијацији. GWO алгоритам је дао благо одступање у резултатима претраживања које је резултирало малом девијацијом од 0,105.

Најбоље решење идентификовано је са температуром од 950 °C и временом прегревања од 480 минута, што доводи до најбоље постигнуте фитнес вредности од 203,307HV. Ово сугерише да су ови параметри оптимални за постизање жељене тврдоће.

5.8.2.2 Регресиона анализа и оптимизација резултата затезне чврстоће

Регресиона анализа је извршена како би се истражио утицај температуре прегревања и времена прегревања на затезну чврстоћу легуре *HP40-1,5%Nb*.

У табели 5.53 се налазе вредности затезне чврстоће испитаних узорка након термичких третмана које су коришћене за анализу.

Табела 5.53. Измерене вредности затезне чврстоће испитаних узорка од легуре *HP40-1,5%Nb* након термичких третмана

Температура прегревања (°C)	Време прегревања (минути)	Затезна чврстоћа N/mm ²		
		1. мерење	2. мерење	3. мерење
950	30	294	261	288
1050	30	375	391	395
1150	30	405	432	421
950	120	378	385	382
1050	120	378	383	376
1150	120	410	420	415
950	480	474	458	453
1050	480	460	481	459
1150	480	460	421	432

Регресиона анализа

Коефицијенти *ANOVA* регресионе једначине дати су у табели 5.54. Регресионом анализом добијен је вишеструки регресиони модел који описује зависност затезне чврстоће легуре од улазних фактора: температуре прегревања и времена прегревања.

$$R_m = 103,3 + 0,2461 \cdot T + 0,1978 \cdot t \quad (5.5)$$

Где су:

R_m – затезна чврстоћа,

T – температура прегревања и

t – време прегревања.

Овај модел је објаснио 64,75 % варијабилности мерења, што указује на умерену ефикасност модела у погледу тога колико објашњава промену затезне чврстоће материјала услед промена улазних фактора.

Табела 5.54. Коефицијенти *ANOVA* регресионе једначине добијени у *Minitab*-у

Terms	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant	103,3	48,6	1,22	0,234	
Температура прегревања	0,2461	0,0800	3,07	0,005	1,00
Време прегревања	0,1978	0,0336	5,88	0,000	1,00

Применом *ANOVA* анализе и Fisher test-а (F-test) рачунањем F вредности урађена је процена појединачних фактора на карактеристику од интереса. У табели 5.55 се налазе вредности потребне за ову анализу (F -вредност). F -дистрибуција је примењена за одређивање критичне вредности F (F_{cr}) за ниво сигнификантности $\alpha = 0,05$.

- **DF1 (Degrees of Freedom for the numerator):** 1 (за Температура прегревања и/или Време прегревања),
- **DF2 (Degrees of Freedom for the denominator):** 24 (за Error)

Вредност F_{cr} за ове степене слободe је проверена помоћу калкулатора који се налази на линку [Analytics Calculators](#).

Израчунавање и поређење

Поређена је F -вредност са F_{cr} . Прво, рачунамо F_{cr} користећи следеће параметре:

1. **DF1 (степен слободe за бројилац):** 1 (за Време прегревања и затим за температуру прегревања),
2. **DF2 (степен слободe за именилац):** 24 (за Error),
3. **Ниво сигнификантности (α):** 0,05.

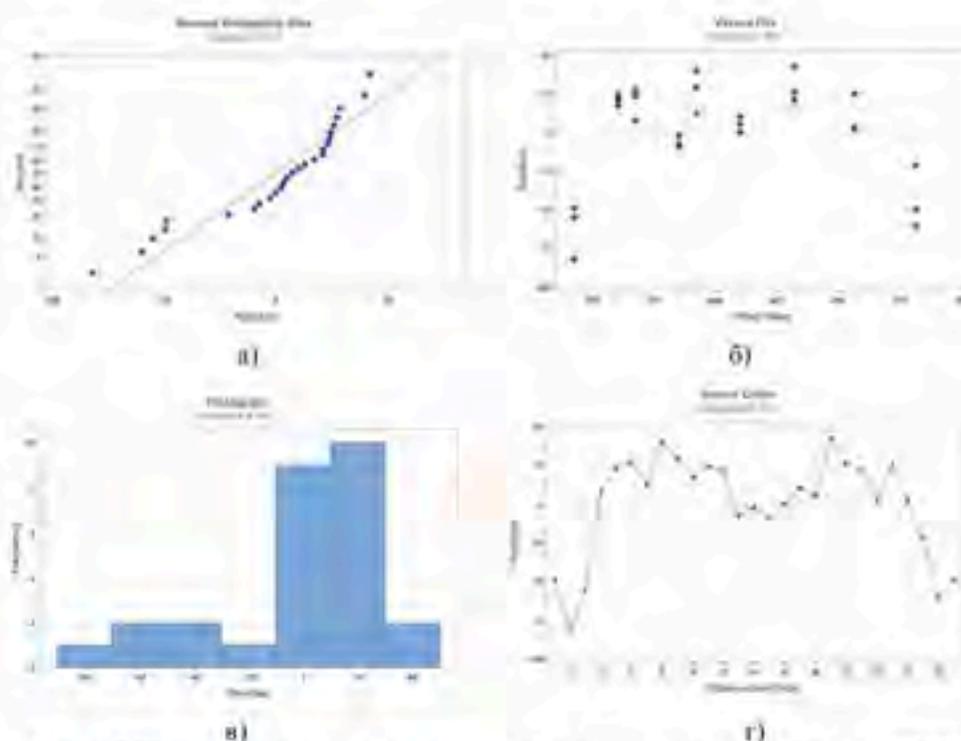
Ови подаци се уносе у калкулатор за критичну вредност F , након чега се добија критична вредност $F(F_{cr}) = 4,26$. Обзиром да је за температуру прегревања F -вредност: 9,46 (већа од 4,26) и P -вредност: 0,000 (мања од 0,05) може се закључити да је фактор Температура прегревања значајан за затезну чврстоћу. Исто је спроведена провера и за фактор Време прегревања где је F -вредност: 34,63 (већа од 4,26) и P -вредност: 0,005 (мања од 0,05). Може се закључити да је фактор Време прегревања значајан за затезну чврстоћу.

Табела 5.55. Анализа варијансе

Source	DOF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	Percentage
Regression	2	50832	25415,8	22,04	0,000	64,75
Температура	1	10903	10902,7	9,46	0,005	13,9
Време	1	39929	39929,0	34,63	0,000	50,86
Error	24	27673	1153,0			35,25
Lack-of-fit	6	25004	4167,3	28,10	0,000	31,85
Pure Error	18	2669	148,3			3,4
Total	26	78505				100

Резултати *ANOVA* анализе потврђују статистичку сигнификантност целокупног регресионог модела са F -вредношћу од 22,04 већом од критичке F_{cr} и ниском P -вредношћу од 0,0. Време прегревања се конкретно издваја као статистички значајан фактор, док са друге стране температура прегревања не показује значајан утицај на затезну чврстоћу легуре. Висока вредност грешке *lack-of-fit* указује на проблем недостатка прилагодљивости модела којим ипсу у потпуности описане варијације у добијеним резултатима.

На слици 5.86 приказани су дијаграми расподеле резидуа за затезну чврстоћу легуре *HP40-1.5%Nb*, који су кључни за процену регресионог модела и његове претпоставке.



Слика 5.86. Дијаграми расподеле резидуала за затезну чврстоћу за легуру *HP40-1,5%Nb* након термичких третмана: а) дијаграм нормалне вероватноће, б) дијаграм нормалне расподеле у односу на предвиђене вредности, в) хистограм, г) дијаграм резидуала по редоследу

Оптимизација

У циљу добијања оптималних резултата, односно максималне затезне чврстоће, оптимизација је извршена применом три различита метахеуристичка алгоритма. За циљну функцију одабрана је експериментално добијена регресиона једначина за затезну чврстоћу легуре *HP40-1,5%Nb*.

Табела 5.56 приказује резултате оптимизације затезне чврстоће легуре *HP 40-1,5%Nb*.

Табела 5.56. Резултати оптимизације параметара прегревања коришћењем метахеуристичких алгоритама за легуру *HP40-1,5%Nb*

Мере перформанси	<i>PSO</i>	<i>HBA</i>	<i>GWO</i>
Најбоља фитнес вредност	481,259	481,259	481,259
Просечна фитнес вредност	481,259	481,259	479,827
Стандардна девијација	0	0	1,160

Резултати оптимизације показују да су сви алгоритми (*PSO*, *HBA* и *GWO*) постигли исту најбољу фитнес вредност од 481,259, што указује на њихову способност да ефикасно пронађу оптимално решење за дати проблем. Међутим, приметна је разлика у просечној

фитнес вредности, где *GWO* има нешто нижу вредност од 479,827 у поређењу са *PSO* и *HBA*, који су оба постигли 481,259. Ово сугерише да је *GWO* имао нешто већу варијацију у резултатима током оптимизације. Ова варијација је такође видљива у стандардној девијацији, која за *GWO* износи 1,160, док је за *PSO* и *HBA* стандардна девијација 0, што указује на конзистентност резултата ова два алгорита у поређењу са *GWO*.

Ови резултати су веома позитивни, јер указују на то да је оптимизација успела у проналажењу стабилног и поузданог решења са максималном затезном чврстоћом, што подразумева да су температура од 1150 °C и време прегревања од 480 минута идеални услови за постизање најбољих својстава легуре.

5.8.2.3 Регресиона анализа и оптимизација резултата процентуалног издужења

Регресиона анализа је извршена како би се истражио утицај температуре прегревања и времена прегревања на процентуално издужење (*A*) легуре *HP40-1,5%Nb*

У табели 5.57 се налазе вредности процентуалног издужења испитаних узорака након термичких третмана које су коришћене за анализу.

Табела 5.57. Измерене вредности процентуалног издужења испитаних узорака од легуре *HP40-1,5%Nb* након термичких третмана

Температура прегревања (°C)	Време прегревања (минути)	Издужење (%)			Средња вредност
		1. мерење	2. мерење	3. мерење	
950	30	0,83	0,92	0,88	0,88
1050	30	2,74	2,43	2,59	2,95
1150	30	7,48	6,07	6,78	6,78
950	120	2,74	2,20	1,98	2,31
1050	120	2,55	2,80	2,34	2,56
1150	120	6,42	7,80	5,58	6,60
950	480	2,29	3,28	2,79	2,79
1050	480	3,61	4,38	4,00	4,00
1150	480	6,88	11,50	9,19	9,19

Регресиона анализа

Коефицијенти *ANOVA* регресионе једначине дати су у табели 5.58. Регресионом анализом добијен је вишеструки регресиони модел који описује зависност процентуалног издужења легуре од улазних фактора: температуре прегревања и времена прегревања:

$$A = -8,44 + 0,00956 \cdot T + 0,012332 \cdot t \quad (5.6)$$

Где су:

A – процентуално издужење,
T – температура прегревања и
t – време прегревања.

Овај модел је објаснио 88,85 % варијабилности мерења, што указује на одличну ефикасност модела у погледу тога колико објашњава промену процентуалног издужења материјала услед промена улазних фактора:

Табела 5.58. Коefицијенти *ANOVA* регресионе једначине добијени у *Minitab*-у

<i>Terms</i>	<i>Coef</i>	<i>SE Coef</i>	<i>T-Value</i>	<i>P-Value</i>	<i>VIF</i>
<i>Constant</i>	-8,44	2,36	-3,57	0,002	
Температура прегревања	0,00956	0,00223	4,28	0,000	1,00
Време прегревања	0,012332	0,000938	13,15	0,000	1,00

Применом *ANOVA* анализе и Fisher test-а (*F-test*) ратувањем *F* вредности урађена је процена појединачних фактора на карактеристику од интереса. У табели 5.59 се налазе вредности потребне за ову анализу (*F*-вредност). *F*-дистрибуција је коришћена за одређивање критичне вредности *F* (*F_{crit}*) за ниво сигнификантности $\alpha = 0,05$.

- **DF1 (Degrees of Freedom for the numerator):** 1 (за Температура прегревања или Време прегревања).
- **DF2 (Degrees of Freedom for the denominator):** 24 (за *Error*)

Вредност *F_{crit}* је проверена за ове степене слободе помоћу калкулатора који се налази на линку [Analytics Calculators](#).

Израчунавање и поређење

Користећи *F*-вредност и *F_{crit}* ове вредности су упоређене. Пре тога, вредност *F_{crit}* је израчуната користећи следеће параметре:

1. **DF1 (степен слободе за бројилац):** 1 (за Време прегревања и затим за температуру прегревања).
2. **DF2 (степен слободе за именилац):** 24 (за *Error*).
3. **Ниво сигнификантности (α):** 0,05.

Они подаци се уносе у калкулатор за критичну вредност *F*, након чега се добија критична вредност *F* (*F_{crit}*) = 4,26. Обзиром да је за температуру прегревања *F*-вредност: 18,32 (већа од 4,26) и *P*-вредност: 0,000 (мања од 0,05) закључује се да је фактор Температура прегревања значајан за процентуално издужење легуре. Исто примеравање и за фактор Време прегревања где је *F*-вредност: 172,96 (већа од 4,26) и *P*-вредност: 0,000 (мања од 0,05). Може се закључити да је фактор Време прегревања значајан за процентуално издужење легуре.

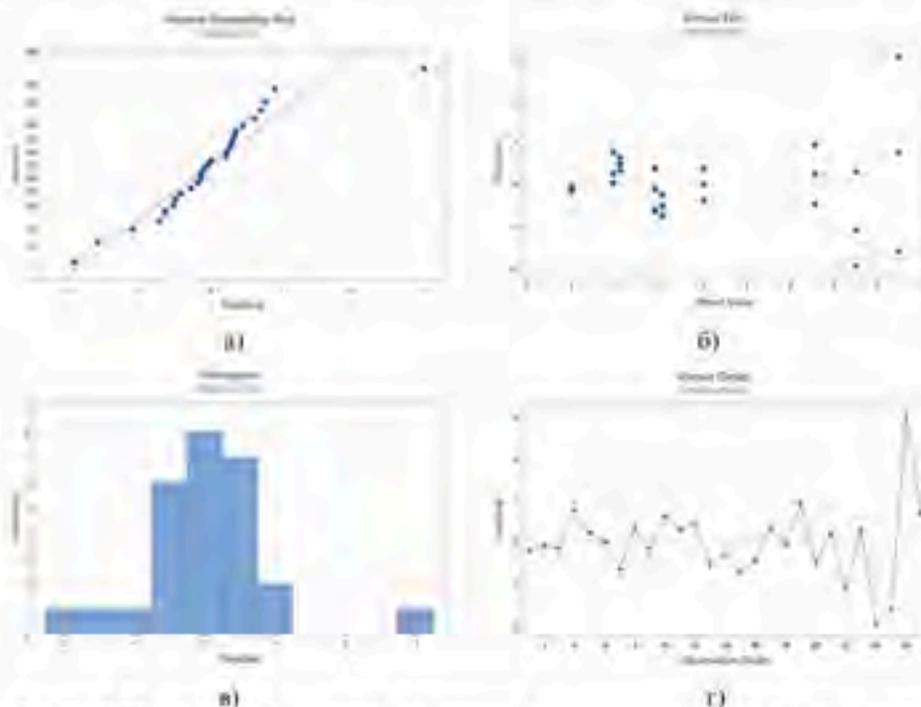
Табела 5.59. Анализа варијансе

<i>Source</i>	<i>DOF</i>	<i>Adj SS</i>	<i>Adj MS</i>	<i>F-Value</i>	<i>P-Value</i>	<i>Percentage</i>
<i>Regression</i>	2	171,636	85,818	95,64	0,000	88,85
Температура	1	16,436	16,436	18,32	0,000	8,51
Време	1	155,200	155,200	172,96	0,000	80,34
<i>Error</i>	24	21,536	0,897			11,15
<i>Lack-of-fit</i>	6	6,107	1,018	1,19	0,357	3,16
<i>Pure Error</i>	18	15,430	0,857			7,99

Total	26	193,172				100
-------	----	---------	--	--	--	-----

Rezultati *ANOVA* analize potvrđuju statističku signifikantnost celokupnog regresionog modela sa visokom *F*-vrednošću od 95,64 većom od kritičke *F_{crit}* i niskom *P*-vrednošću od 0,000. Vreme pregrevaња i temperatura pregrevaња su statistički značajni faktori na procentualno izduženje cevi. Možemo zaključiti da je greška *lack-of-fit* u ovom primeru mala i da model dobro odgovara podacima. To znači da je model sposoban da adekvatno objasni varijacije u procentualnom izduženju cevi na osnovu razmatranih faktora, kao što su temperatura i vreme pregrevaња.

Na slici 5.87 prikazani su diјаграми raspodele reziduala za procentualno izduženje legure *HP40-1,5%Nb*, koji su ključni za procenu regresionog modela i његоve pretpostavke. Analiza ovih diјаграма pruža uvida u validnost i potencijalne anomalije. Analizom ovih diјаграма može se zaključiti da reziduali zadovoljavaju osnovne pretpostavke regresionе analize: približna normalnost raspodele, nasumična raspodela u odnosu na prilagođene vrednosti i redosled posmatraња, kao i odsustvo autokorelacije. Ovo dodatno potvrđuje validnost korišćenog regresionog modela. Validnost korišćenog modela je potvrđena kod svih analiziranih parametara.



Слика 5.87. Дијаграми расподеле резидуала за процентуално издужење за легуру *HP40-1,5%Nb* након термичких третмана: а) дијаграм нормалне вероватноће, б) дијаграм нормалне расподеле у односу на предвиђене вредности, в) хистограм, г) дијаграм резидуала по редоследу

Оптимизација

Оптимизација параметара термичких третмана извршена је коришћењем софтверског пакета *Matlab*. За циљну функцију одабрана је експериментално добијена регресиона једначина за процентуално издужење легуре *HP40-1,5%Nb*.

Табела 5.60 приказује резултате оптимизације процентуалног издужења за *HP40-1,5%Nb*.

Табела 5.60. Резултати оптимизације параметара прегревања коришћењем метахеуристичких алгоритама за легуру *HP40-1,5%Nb*

Мере перформанси	<i>PSO</i>	<i>HBA</i>	<i>GWO</i>
Најбоља фитнес вредност	8,473	8,473	8,473
Просечна фитнес вредност	8,473	8,473	8,401
Стандардна девијација	0	0	0,075

Резултати оптимизације показују да су сва три алгорита (*PSO*, *HBA* и *GWO*) постигла исту најбољу фитнес вредност од 8,473, што указује на њихову способност да пронађу оптимално решење за разматрани проблем. Међутим, приметна је разлика у просечној фитнес вредности, где је *GWO* постигао нешто нижу вредност од 8,401 у поређењу са *PSO* и *HBA* који су постигли 8,473. Ово сугерише да је *GWO* имао нешто већу варијацију у резултатима током оптимизације. Ова варијација је такође видљива у стандардној девијацији, која за *GWO* износи 0,075, док је за *PSO* и *HBA* стандардна девијација 0, што указује на конзистентност резултата ова два алгорита у поређењу са *GWO*.

Најбоље решење указује на температуру од 1150 °C и време прегревања од 480 минута као оптималне параметре за постизање максималног процентуалног издужења легуре.

6. ДИСКУСИЈА

6.1. Хемијски састав

При изради докторске дисертације коришћене су две центрифугално ливене легуре отпорне на топлоту класе *HP40-Nb* узете из пећи *F1-A* за пиролизу, чији хемијски састав основних и легирајућих елемената приказан у Табели 5.1 и 5.2 и у Поглављу 3. На основу резултата испитивања хемијског састава испитиваног материјала (табела 5.1 и 5.2) може се запазити да је легура *HP40-0,63%Nb* богатија са *Ni* (34,04/32,21 %) и *Si* (1,81/1,36 %), док се мало разликује по садржају *C* (0,44/0,45 %), *Mn* (1,11/0,97 %) и *Cr* (26,99/26,22 %), а да се знатно разликује по садржају *Nb* (0,63/1,5 %) у односу на легуру *HP40-1,5%Nb*. Такође се може уочити да је хемијски састав испитиваног материјала у складу са стандардом *ASTM A608* и *EN 10204 3.1* који је приказан у табели 3.1.

Механичке особине испитиваног материјала уско су повезане са његовим хемијским саставом. Хемијски састав значајно утиче на формирање талога и развој микроструктуре легура класе *HP40*. Висок садржај никла (35 %) обезбеђује стабилност аустенитне фазе, док значајан удео хрома (25 %) пружа неопходну отпорност на оксидацију и корозију, као и ојачавање чврстог раствора путем таложења различитих врста карбида.

Истраживања су показала да легирање ниобијумом код легура класе *HP40* побољшава чврстоћу на високим температурама и повећава отпорност на наутљеничење [111,136, 158]. Легура са *HP40-1,5%Nb* има већи садржај ниобијума, што говори о легури са већом количином примарних карбида ниобијума – *NbC* који спречавају раст зрна у легури и истовремено побољшавају механичку стабилност легуре на високим температурама.

6.2. Механичке особине у полазном стању

6.2.1. Затезне карактеристике легуре *HP40-0,63%Nb* и *HP40-1,5%Nb* у полазном стању

Легура са већим садржајем ниобијума (*HP40-1,5%Nb*) показује више вредности напона течења ($R_{p0,2}=308$ МПа) и ниже вредности затезне чврстоће ($R_m=450$ МПа) у поређењу са легуром са нижим садржајем ниобијума (*HP40-0,63%Nb*). Ово је услед већег садржаја ниобијума који доводи до формирања fine мреже ниобијумових карбида, која значајно повећава отпорност материјала на пузање. Међутим, висок садржај ниобијума, посебно након дуготрајне експлоатације (100 000 сати), доводи до формирања микроструктуре која смањује пластичност, што се одражава у значајно нижем проценту издужења у легури *HP40-1,5%Nb*.

6.2.2. Тврдоћа легуре *HP40-0,63%Nb* и *HP40-1,5%Nb* у полазном стању

На основу резултата испитивања тврдоће легуре *HP40-0,63%Nb* и *HP40-1,5%Nb* у полазном стању може се видети да су добијене веће вредности тврдоће (221 HV10) за легуру *HP40-0,63%Nb*. Разлог за већу тврдоћу у случају легуре *HP40-0,63%Nb* је формирање карбида *NbC* и $Cr_{23}C_6$ карбида.

6.3. Механичке особине након прегревања

На основу резултата испитивања механичких особина легуре *HP40-0,63%Nb* у полазном стању (табела 5.3 и 5.4) и након краткотрајног прегревања спроведена је анализа утицаја прегревања на затезне карактеристике. Такође, применом *ANOVA* анализе спроведена је анализа утицаја температуре и времена прегревања на промене вредности твдоће у односу на вредности твдоће у полазном стању.

6.3.1 Затезне карактеристике легуре *HP40-0,63%Nb*

6.3.1.1 Утицај времена прегревања на затезне карактеристике легуре *HP40-0,63%Nb*

Приказана је *ANOVA* анализа утицаја времена прегревања на напон течења, затезну чврстоћу и издужење легуре *HP40-0,63%Nb* (табела 6.1-6.3).

Табела 6.1. Утицај времена прегревања на вредности напона течења легуре *HP40-0,63%Nb*

Легура <i>HP40-0,63%Nb</i>		Повећање времена прегревања (мин)			
		са 0 на 30	са 30 на 120	са 30 на 480	са 120 на 480
Температура прегревања (°C)	950	$3,10367 \times 10^{-5*}$	0,0011 *	0,003 *	0,4821
	1050	$2,28464 \times 10^{-5*}$	1	0,4801	0,4141
	1150	$3,68671 \times 10^{-5*}$	0,7405	0,2152	0,0533

* $P < 0,05$ означава статистички значајну разлику

У односу на полазно стање легуре *HP40-0,63%Nb*, време прегревања (30 минута) има утицаја на вредности напона течења након што је легура прегривана на температурама од 950, 1050 и 1150 °C.

Оптимално време прегревања за легуру *HP40-0,63%Nb* је 120 минута на 950 °C. При дужим временима прегревања не долази до значајне промене вредности напона течења материјала који се испитује. За температуре прегревања 1050 и 1150 °C, статистички није значајан утицај времена прегревања на вредности напона течења.

Табела 6.2. Утицај времена прегревања на вредности затезне чврстоће легуре *HP40-0,63%Nb*

Легура <i>HP40-0,63%Nb</i>		Повећање времена прегревања (мин)			
		са 0 на 30	са 30 на 120	са 30 на 480	са 120 на 480
Температура прегревања (°C)	950	$8,94738 \times 10^{-6*}$	0,0579	0,0205*	0,6413
	1050	$3,68728 \times 10^{-5*}$	0,1722	0,1554	0,0559
	1150	$2,55137 \times 10^{-6*}$	0,0689	0,0083*	0,3481

* $P < 0,05$ означава статистички значајну разлику

У поређењу са почетним стањем легуре *HP40-0,63%Nb*, трајање прегревања од 30 минута утиче на вредности затезне чврстоће након излагања температурама од 950, 1050 и 1150 °C. Утицај времена прегревања на вредности резултата испитивања затезне чврстоће је минималан. Статистички значајне разлике вредности резултата су уочене између екстремних вредности времена, односно узорака прегриваних 30 минута и 480

минути на температурама 950 и 1150°C. Код узорка прегреваних на 1050°C време није статистички значајно утицало на вредности резултата испитивања.

Табела 6.3. Утицај времена прегревања на вредности издужења легуре *HP40-0,63%Nb*

Легура <i>HP40-0,63%Nb</i>		Повећање времена прегревања (мин)			
		са 0 на 30	са 30 на 120	са 30 на 480	са 120 на 480
Температура прегревања (°C)	950	0,008871398*	0,00235*	1,02x10 ^{-5*}	0,111972
	1050	0,006885501*	0,02728*	0,89636	0,117452
	1150	0,37490831	0,262574	0,094681	0,803747

*P<0,05 означава статистички значајну разлику

У односу на почетно стање легуре *HP40-0,63%Nb*, прегревање у трајању од 30 минута утиче на вредности издужења након излагања температурама од 950, 1050 и 1150 °C.

На вредности издужења време прегревања након 120 минута на 950 °C нема статистички значајан утицај. За температуру 1050 °C вредности издужења се не мењају значајно након 120 минута прегревања. Код узорка прегрејаних на 1150 °C време није статистички значајно утицало на вредности резултата испитивања.

6.3.1.2 Утицај температуре прегревања на затезне карактеристике легуре *HP40-0,63%Nb*

Приказана је ANOVA анализа утицаја температуре прегревања на напон течења, затезну чврстоћу и издужење легуре *HP40-0,63%Nb* (табела 6.4-6.6).

Табела 6.4. Утицај температуре прегревања на вредности напона течења легуре *HP40-0,63%Nb*

Легура <i>HP40-0,63%Nb</i>		Повећање температуре прегревања (°C)		
		са 950 на 1050	са 950 на 1150	са 1050 на 1150
Време прегревања (мин)	30	0,27613	0,54121	0,12621
	120	0,00109*	0,00046*	0,06166
	480	0,00441*	0,00055*	0,0532

*P<0,05 означава статистички значајну разлику

Пораст температуре прегревања од 950 °C на 1150 °C нема статистички значајан утицај на вредност напона течења при краткотрајном прегревању од 30 минута. Вредности напона течења при прегревању 1050 °C/120 минута, 1050 °C/480 минута и 1150 °C/120 минута, 1150 °C/480 минута не зависе од температуре прегревања. Статистички значајан утицај на вредност напона течења имају температуре прегревања 950, 1050 и 1150 °C при 120 минута и 480 минута.

Табела 6.5. Утицај температуре прегревања на вредности затезне чврстоће легуре *HP40-0,63%Nb*

Легура <i>HP40-0,63%Nb</i>		Повећање температуре предгревања (°C)		
		са 950 на 1050	са 950 на 1150	са 1050 на 1150
Време прегревања (мин)	30	0,56732	0,00024*	0,00074*
	120	0,01129*	0,00707*	0,06429
	480	0,86995	0,00391*	0,0277*

* $P < 0,05$ означава статистички значајну разлику

Утицај температуре прегревања на вредности резултата испитивања затезне чврстоће је максималан. Статистички значајне разлике вредности резултата су уочене при најнижим и највишим вредностима температуре, односно узорак прегреван на 950 и 1150 °C за време 30, 120 и 480 минута. Код узорака прегреван на 950 °C и 1050 °C након 30 и 480 минута, температуре прегревања нису статистички утицале на вредности резултата испитивања. Међутим код узорака прегреван на 1050 °C и 1150 °C након 30 и 480 минута, температуре прегревања су статистички утицале на вредности затезне чврстоће.

Табела 6.6. Утицај температуре прегревања на вредности издужења легуре *HP40-0,63%Nb*

Легура <i>HP40-0,63%Nb</i>		Повећање температуре предгревања (°C)		
		са 950 на 1050	са 950 на 1150	са 1050 на 1150
Време прегревања (мин)	30	0,01477*	0,00012*	$9,9 \times 10^{-5}$*
	120	0,01602*	0,02798*	0,06803
	480	0,63275	0,00068*	0,00248*

* $P < 0,05$ означава статистички значајну разлику

На вредности издужења температура прегревања 950 и 1050 °C након 480 минута нема статистички значајан утицај. Код узорака прегреван на 1050 и 1150 °C након 120 минута температура прегревања нема утицаја на резултате испитивања.

6.3.1.3 Анализа утицаја прегревања на затезне карактеристике легуре *HP40-0,63%Nb*

На основу резултата испитивања механичких особина легуре *HP40-0,63%Nb* у полазном стању (табела 5.3 и 5.4) и након краткотрајног прегревања (табела 5.5-5.8) може се уочити следеће.

Вредности напона течења након прегревања на температури од 950 °C током 120 и 480 минута знатно су веће у поређењу са вредностима у полазном стању. С друге стране, остали третмани прегревања нису значајно утицали на промену вредности напона течења. Након прегревања на температури од 950 °C током 120 минута (слика 5.35), у микроструктури се уочава више финих секундарних карбида који се таложе у аустенитној основи и агломерирају дуж граница зрна, што је довело до повећања вредности напона течења. Ови резултати су у сагласности са литературним подацима [155] да присуство велике количине секундарних карбида у аустенитној основи утиче на повећање вредности напона течења. Прегревање на температури од 950 °C током 480

минута (слика 5.39) довело је до делимичног растварања секундарних карбида, што је изазвало незнатни пад вредности napona течења у односу на вредности након прегревања од 120 минута. Ниже вредности napona течења су добијене при вишим температурама прегревања 1050 и 1150 °C. Ова појава се може објаснити тиме што при овим температурама прегревања долази до образовања секундарних карбида који су се количински смањили, али је видљиво њихово укрупњавање [155].

Вредности затезне чврстоће након свих третмана прегревања су више у односу на вредности затезне чврстоће у полазном стању. Пораст вредности затезне чврстоће након краткотрајног прегревања од 30 минута на 950, 1050 и 1150 °C повезано је са образовањем велике количине секундарних карбида у аустенитној основи [132]. Анализа резултата показује да су најниже вредности затезне чврстоће забележене након третмана на 950 °C/120 минута у поређењу са вредностима које су добијене након прегревања на 1050 и 1150 °C. Захваљујући великом садржају игличастих карбида хрома у аустенитној основи (слика 5.39) на 950 °C постигнуте су ниске вредности затезне чврстоће [155]. На температури прегревања 1050 °C максимална вредност затезне чврстоће је постигнута након 120 минута. Међутим, у временском периоду од 120 до 480 минута јавља се пад вредности затезне чврстоће услед агломерације секундарних карбида [159].

Луи (*Lui*) и коаутори [132] су испитивали утицај дужег прегревања легуре тј. старења (до 2016 сати) на механичке особине и увидели су да се затезна чврстоћа смањује прегревањем у трајању до 600 сати, након чега се повећава. Повезали су смањење вредности затезне чврстоће са временом прегревања. Наиме, старењем краћим од 672 сата не долази до трансформације карбида типа M_7C_3 у карбид типа $M_{23}C_6$, па је присуство карбида типа M_7C_3 узрок слабљења легуре. Повећање затезне чврстоће са повећањем температуре прегревања легуре уочили су Сусаит-Торес (*Sustait-Torres*) и коаутори [160] испитујући легуру сличног састава ($Fe-34,45Cr-46,9Ni-0,88Nb$) старењем на температури од 750 °C за 500 и 1 000 сати. Уочили су да након дужег времена прегревања легуре долази до повећања затезне чврстоће за око 20% захваљујући таложењу финих секундарних карбида у аустенитној основи, али смањење издужења за око 50% такође као последица присуства секундарних карбида у основи.

Издужење након свих третмана прегревања је мање у поређењу са издужењем легуре у почетном стању. Температура прегревања не утиче на вредности издужења легуре $HP40-0,63\%Nb$. Анализом резултата може се видети да вредности издужења се повећавају са температуром прегревања (табела 5.7) и зависе од морфологије и количине секундарних карбида. Прегревањем на температури од 950 °C, уз продужено време излагања, како за краће (30–120 минута), тако и за дуже периоде (120–480 минута), дошло је до смањења вредности издужења због присуства велике количине секундарних карбида у основи. На температури од 1050 °C долази до повећања вредности издужења током краћег времена прегревања, као резултат растварања секундарних карбида. При дужем времену прегревања на 1050 °C, вредност издужења се значајно смањила због појаве игличастих карбида хрома у аустенитној основи и појаве агломерације карбида [159].

Гуан (*Guan*) [161] и коаутори су испитивали легуру $Fe-26Cr-35Ni-0,4C$ након експлатације и установили су да је дошло до значајног пада издужења услед таложења секундарних карбида у аустенитној основи. Утврдили су да је смањење дуктилности легуре последица и оксидације која се јавља на спољашњем и унутрашњем зиду цеви. Вредности затезне чврстоће за времена од 30, 120 и 480 минута су се повећале са излагањем већим температурама прегревања легуре. Температура прегревања је важан

фактор који утиче на морфологију карбида. Облик карбида је осетљив на температуру. Неправилни карбиди у виду скелета на граници зрна спречавају клизање границе зрна, а интрагрануларни карбиди (секундарни карбиди који се налазе у аустенитној основи) спречавају кретање дислокација. Огрубљавање карбида током таложења смањује ефекат ојачавања границе зрна.

6.3.2 Тврдоћа легуре *HP40-0,63%Nb*

6.3.2.1 Утицај времена прегревања на тврдоћу легуре *HP40-0,63%Nb*

Приказана је ANOVA анализа утицаја времена прегревања тврдоћу легуре *HP40-0,63%Nb* (табела 6.7).

Табела 6.7. Утицај времена прегревања на вредности тврдоће легуре *HP40-0,63%Nb*

Легура <i>HP40-0,63%Nb</i>		Повећање времена прегревања (мин)			
		са 0 на 30	са 30 на 120	са 30 на 480	са 120 на 480
Температура прегревања (°C)	950	0,047166185	0,02267*	3,7x10^{-5*}	8,2x10^{-7*}
	1050	0,064555111	0,04791*	0,00018*	0,0006*
	1150	0,092413067	0,00918*	1,1x10^{-7*}	2x10^{-8*}

*P<0,05 означава статистички значајну разлику

Време прегревања нема значајног утицаја на вредности тврдоће легуре *HP40-0,63%Nb* за период од 0 до 30 минута. Код узорак прегрејаних на 950, 1050 и 1150 °C време је статистички значајно утицало на вредности резултата испитивања.

6.3.2.2 Утицај температуре прегревања на тврдоћу легуре *HP40-0,63%Nb*

Приказана је ANOVA анализа утицаја температуре прегревања на тврдоћу легуре *HP40-0,63%Nb* (табела 6.8).

Табела 6.8. Утицај температуре прегревања на вредности тврдоће легуре *HP40-0,63%Nb*

Легура <i>HP40-0,63%Nb</i>		Повећање температуре прегревања (°C)		
		са 950 на 1050	са 950 на 1150	са 1050 на 1150
Време прегревања (мин)	30	0,39	0,26	0,4481
	120	0,1997	0,5346	0,105
	480	0,2822	0,0048*	0,9063

*P<0,05 означава статистички значајну разлику

Температура прегревања нема утицаја на вредности тврдоће, осим за узорке прегрејане на 950 °C/480 мин и 1150 °C/480 мин.

6.3.3 Анализа утицаја прегревања на тврдоћу легуре *HP40-0,63%Nb*

На основу резултата микроструктуре узорак од легуре *HP40-0,63%Nb* након свих третмана прегревања (слика 5.33-5.41) и резултата мерења тврдоће (табела 5.8) може се закључити да је присуство великог броја секундарних карбида у аустенитној основи

узрок повећања вредности tvrdoће легуре, што су уočили и други аутори [156,162]. Ланц (*Lanz*) и коаутори [162] су испитивали утицај температуре прегревања на 750-950 °C у различитим временским интервалима (1-1 800 сати) на модификовану HP легуру са 0,6 %C и 1,34 %Nb. Они су уočили да током термичке обраде легуре долази до пораста tvrdoће од стања ливења до максималне вредности, након чега следи њен пад, што је последица коалесценције секундарних преципитата.

Пикасо (*Picasso*) и коаутори [156] су испитивали легуру на бази никла након третмана старења на температурама 750-900 °C у трајању од 1 000-4 000 сати. У њиховом истраживању је примећено повећање вредности tvrdoће са старењем у односу на ливено стање, али када је време старења дуже од 500 сати вредност tvrdoће је почела да се смањује. Узрок максималне вредности tvrdoће узорка третираног на 1150 °C у трајању од 480 минута је растварање секундарних хромових карбида и дифузија угљеника у аустенитну основу.

На основу резултата испитивања механичких особина легуре *HP40-1,5%Nb* у почетном стању (табеле 5.3 и 5.4) и након краткотрајног прегревања (табеле 5.9-5.11), извршена је анализа утицаја прегревања на затезне карактеристике. Поред тога, применом ANOVA анализе испитан је утицај температуре и трајања прегревања на промене механичких особина у односу на њихове почетне вредности.

6.3.3. Затезне карактеристике легуре *HP40-1,5%Nb*

6.3.3.1. Утицај времена прегревања на затезне карактеристике легуре *HP40-1,5%Nb*

Приказана је ANOVA анализа утицаја времена прегревања на напон течења, затезну чврстоћу и издужење легуре *HP40-1,5%Nb* (табела 6.9-6.11).

Табела 6.9. Утицај времена прегревања на вредности напона течења легуре *HP40-1,5%Nb*

Легура <i>HP40-0,15%Nb</i>		Повећање времена прегревања (мин)			
		са 0 на 30	са 30 на 120	са 30 на 480	са 120 на 480
Температура прегревања (°C)	950	$1,14553 \times 10^{-6*}$	$1,72 \cdot 10^{-5*}$	$6,75 \cdot 10^{-6*}$	0,005*
	1050	$2,01033 \times 10^{-6*}$	0,856	0,136	0,620
	1150	$6,56094 \times 10^{-5*}$	$4,5 \cdot 10^{-5*}$	$1,5 \cdot 10^{-5*}$	1

У односу на полазно стање легуре *HP40-1,5%Nb*, време прегревања (30 минута) има утицаја на вредности затезне чврстоће након што је легура прегревана на температурама од 950, 1050 и 1150 °C. Време прегревања има утицај на вредности напона течења легуре *HP40-1,5%Nb* након прегревања на 950 и 1150 °C. Време прегревања на температури од 1050 °C нема статистички значајан утицај на резултате испитивања.

Табела 6.10. Утицај времена прегревања на вредности затезне чврстоће легуре *HP40-1,5%Nb*

Легура <i>HP40-1,5%Nb</i>		Повећање времена прегревања (мин)			
		са 0 на 30	са 30 на 120	са 30 на 480	са 120 на 480
	950	0,054557114	0,0009*	0,000419*	0,031279*

Температура прегревања (°C)	1050	3,67924x10 ^{-6*}	0,41072	0,0007*	0,000538*
	1150	1,7362x10 ^{-5*}	0,628893	0,143742	0,10076

*P<0,05 означава статистички значајну разлику

У односу на полазно стање легуре HP40-1,5%Nb, време прегревања (30 минута) има утицаја на вредности затезне чврстоће након што је легура прегревана на температурама од 1050 и 1150 °C. Време прегревања у интервалу од 30-480 минута има статистички значајан утицај на вредност затезне чврстоће на температури прегревања од 950 °C. Код узорака прегреваних на 1150 °C време прегревања нема статистички значајан утицај на вредност затезне чврстоће. Оптимално време прегревања за легуру HP40-1,5%Nb на температури прегревања од 1050 °C је дуже од 120 минута.

Табела 6.11. Утицај времена прегревања на вредности издужења легуре HP40-1,5%Nb

Легура HP40-1,5%Nb		Повећање времена прегревања (мин)			
		са 0 на 30	са 30 на 120	са 30 на 480	са 120 на 480
Температура прегревања (°C)	950	1,69576x10 ^{-5*}	0,00326*	0,002647*	0,257949
	1050	0,000385906*	0,891294	0,00417*	0,005212*
	1150	0,005905974*	0,828588	0,158549	0,155529

*P<0,05 означава статистички значајну разлику

У односу на полазно стање легуре HP40-1,5%Nb, време прегревања (30 минута) има утицаја на вредности издужења након што је легура прегревана на температурама од 950, 1050 и 1150 °C. Оптимално време прегревања за легуру HP40-1,5%Nb за температуру 950 °C је 120 минута. Међутим, код узорка прегреваних на 1050 °C време прегревања дуже од 120 минута има статистички значајан утицај. Време прегревања на температури од 1150 °C нема статистички значајан утицај на резултате испитивања.

6.3.3.2. Утицај температуре прегревања на затезне карактеристике легуре HP40-1,5%Nb

Приказана је ANOVA анализа утицаја температуре прегревања на напон течења, затезну чврстоћу и издужење легуре HP40-1,5%Nb (табеле 6.12-6.14).

Табела 6.12. Утицај температуре прегревања на вредности напона течења легуре HP40-1,5%Nb

Легура HP40-1,5%Nb		Повећање температуре прегревања (°C)		
		са 950 на 1050	са 950 на 1150	са 1050 на 1150
Време прегревања (мин)	30	9,89 · 10 ^{-6*}	6,53 · 10 ^{-7*}	9,92 · 10 ^{-7*}
	120	0,030695*	0,168189	0,721514
	480	0,465746	0,774738	0,443602

*P<0,05 означава статистички значајну разлику

Температура прегревања има статистички значајан утицај на вредност напона течења при краткотрајном прегревању од 30 мин. При максималном времену прегревања од 480 минута температура прегревања нема статистички значајан утицај на вредност напона течења. Минимална и максимална температура прегревања нема утицаја на напон течења

за легуру *HP40-1,5%Nb* након 120 минута прегревања. Код узорка прегреваних на температурама 1050 и 1150 °C након 120 минута нема статистички значајног утицаја на вредност напона течења.

Табела 6.13. Утицај температуре прегревања на вредности затезне чврстоће легуре *HP40-1,5%Nb*

Легура <i>HP40-1,5%Nb</i>		Повећање температуре прегревања (°C)		
		са 950 на 1050	са 950 на 1150	са 1050 на 1150
Време прегревања (мин)	30	0,00062*	0,00011*	0,00027*
	120	0,28296	0,00107*	0,00030*
	480	0,63131	0,26074	0,13103

* $P < 0,05$ означава статистички значајну разлику

При краткотрајном прегревању легуре *HP40-1,5%Nb* за време од 30 минута температура прегревања има значајан утицај на вредност затезне чврстоће. Температура прегревања нема статистички значајан утицај на вредност затезне чврстоће за време прегревања од 480 минута. Код узорка прегреваних на температури нижој од 1050 °C/120 минута температура прегревања нема статистички значајан утицај на вредност затезне чврстоће.

Табела 6.14. Утицај температуре прегревања на вредности издужење легуре *HP40-1,5%Nb*

Легура <i>HP40-1,5%Nb</i>		Повећање температуре прегревања (°C)		
		са 950 на 1050	са 950 на 1150	са 1050 на 1150
Време прегревања (мин)	30	0,00005*	0,00013*	0,00055*
	120	0,38277	0,00331*	0,00363*
	480	0,02878*	0,00934*	0,01844*

* $P < 0,05$ означава статистички значајну разлику

Температура прегревања има максимални утицај на вредност издужења легуре *HP40-1,5%Nb*. Код узорка прегреваних на 950 и 1050 °C/120 минута температура прегревања нема утицаја на резултате испитивања.

6.3.3.3. Анализа утицаја прегревања на затезне карактеристике легуре *HP40-1,5%Nb*

На основу резултата испитивања механичких особина легуре *HP40-1,5%Nb* у полазном стању (табела 5.3 и 5.4) и након краткотрајног прегревања (табела 5.9-5.11) може се уочити следеће.

Вредности напона течења након прегревања незнатно су промењене у поређењу са вредностима у полазном стању, осим након прегревања на 950 °C/30 мин и 1150 °C/30 мин.

На температурама прегревања од 950 и 1050 °C са повећањем времена прегревања незнатно је повећана вредност напона течења. Прегревањем на температури од 1150 °C може се уочити највећа вредност напона течења код прегревања у трајању од 30 минута где се у микроструктури може уочити (слика 5.51) мала количина фино распоређених секундарних карбида у аустенитној основи. На температури прегревања од 1150 °C за

дуже интервале прегревања може се приметити да није дошло до промене вредности напона течења.

Вредности затезне чврстоће након третмана прегревања веће су од вредности затезне чврстоће у полазном стању, осим за третман прегревања на 950 °C у трајању од 30 минута где је дошло до смањења вредности. Највеће вредности затезне чврстоће су постигнуте на температури прегревања од 1150 °C.

Након прегревања на 1150 °C у трајању од 30 минута (слика 5.45в) у микроструктури се може уочити да су секундарни карбиди у аустенитној основи растворени. Растварање секундарних карбида дошло је до дифузије хрома и ниобијума у аустенитну основу, чиме је дошло до ојачања основе. Растварање секундарних карбида на овај начин оправдава повећање вредности затезне чврстоће. Код узорка прегрејаног на 1150 °C у трајању од 120 минута (слика 5.49), такође је дошло до растварања секундарних карбида и до уситњавања карбида ниобијума на границама зрна. Може се уочити да је повећање температуре прегревања за сва времена прегревања довело до повећања затезне чврстоће што се огледа растварањем секундарних карбида у аустенитној основи.

Вредност издужења је за третмане прегревања на температурама од 950 и 1050 °C мања од вредности издужења легуре у полазном стању, док се прегревањем на 1150 °C постигла повећана вредност издужења. На основу измерених вредности издужења након прегревања (табела 5.11) може се уочити да повећање времена прегревања и температуре прегревања утиче на постизање повећање вредности издужења. Највећа вредност издужења постигнута је на температури од 1150 °C после 480 минута (слика 5.53), где се у микроструктури може приметити да су секундарни карбиди потпуно растворени, да је дошло до уситњавања карбида на граници зрна и до смањења количине примарних карбида, а то све утиче на повећање вредности издужења [159]. Све ове промене микроструктури за резултат имају повећану вредност издужења.

Гуан (*Guan*) и коаутори [161] су истраживали отказ цеви од легуре састава *Fe-23Cr-41,9Ni-1,36Nb* након дуготрајног рада на повишеним температурама. Уочили су значајан пад издужења цеви након прегревања, услед таложења секундарних карбида у аустенитној основи.

Лиу и Чен (*Liu, Chen*) [132] су испитивали промене у микроструктури и механичких особина легуре *HP40-Nb* након 130 000 и 160 000 сати у експлоатацији. Прегревањем на температури од 900 °C у интервалима од 0-2 016 сати анализирали су утицај времена прегревања на микроструктуру и механичке особине. Уочили су услед прегревања спајање и сферондизацију секундарних карбида у основи и огрубеле карбиде на границама зрна. Поред тога, уочили су после дуготрајне експлоатације осиромашење хрома у основи. Као и да код цеви од легуре *HP40-Nb* након краткотрајне експлоатације долази до пада механичких особина, и да се након тога не мењају.

Монобе (*Monobe*) је са коауторима [163] испитивао механичке особине легуре *Fe-20Cr-32Ni-Nb* након старења на температурама од 670 до 820 °C 200 сати. Уочили су да са повећањем температуре прегревања долази до значајног смањења издужења, малог повећања напона течења и малог смањења затезне чврстоће. Оваква промена механичких особина повезана је са таложењем секундарних карбида хрома у основи.

6.3.4. Тврдоћа легуре *HP40-1,5%Nb*

6.3.4.1. Утицај времена прегревања на тврдоћу легуре *HP40-1,5%Nb*

У табели 6.15 приказана је ANOVA анализа утицаја времена прегревања на тврдоћу легуре *HP40-1,5%Nb*.

Табела 6.15. Утицај времена прегревања на вредности тврдоће легуре *HP40-1,5%Nb*

Легура <i>HP40-1,5%Nb</i>		Повећање времена прегревања (мин)			
		са 0 на 30	са 30 на 120	са 30 на 480	са 120 на 480
Температура прегревања (°C)	950	0,830222698	0,47738	2,56 · 10^{-7*}	2,54 · 10^{-8*}
	1050	0,047164664	0,00021*	2,74 · 10^{-6*}	2,33 · 10^{-7*}
	1150	0,000326326*	0,26959	2,33 · 10^{-6*}	1,17 · 10^{-5*}

*P<0,05 означава статистички значајну разлику

У односу на полазно стање легуре *HP40-1,5%Nb*, време прегревања (30 минута) има утицаја на вредности тврдоће након што је легура прегревана на температурама од 1150 °C. Време прегревања има велики утицај на вредност тврдоће легуре *HP40-1,5%Nb*. За време краће од 120 минута на температури 950 и 1150 °C време прегревања нема статистички значајан утицај на вредност тврдоће.

6.3.4.2. Утицај температуре прегревања на тврдоћу легуре *HP40-1,5%Nb*

У табели 6.16 приказана је ANOVA анализа утицаја температуре прегревања на тврдоћу легуре *HP40-1,5%Nb*.

Табела 6.16. Утицај температуре прегревања на вредности тврдоће легуре *HP40-1,5%Nb*

Легура <i>HP40-1,5%Nb</i>		Повећање температуре прегревања (°C)		
		са 950 на 1050	са 950 на 1150	са 1050 на 1150
Време прегревања (мин)	30	0,015398*	6,27 · 10^{-5*}	0,000105*
	120	5,79 · 10^{-6*}	0,004059*	0,072884
	480	2,56 · 10^{-8*}	0,051816	9,12 · 10^{-5*}

*P<0,05 означава статистички значајну разлику

Температура прегревања има велики утицај на тврдоћу легуре *HP40-1,5%Nb*. Код узорака прегреваних на температурама од 1050 и 1150 °C након 120 минута и 950 и 1150 °C након 480 минута, температура прегревања нема утицај на тврдоћу легуре *HP40-1,5%Nb*.

6.3.4.3. Анализа утицаја прегревања на тврдоћу легуре *HP40-1,5%Nb*

На основу вредности тврдоће у полазном стању и након прегревања (табела 5.12) може се уочити да време прегревања утиче на смањење вредности тврдоће у односу на тврдоћу легуре у полазном стању, осим за третмане прегревања у трајању од 480 минута на температури од 950 и 1150 °C након којих се вредност тврдоће повећала. Значајно повећање тврдоће уочава се код све три температуре прегревања у трајању од 480

минута. Код узорака прегреваних 480 минута дошло је до растварања примарних карбида дуж границе зрна, чиме се повећала тврдоћа аустенитне основе дифундовањем угљеника у основу. Највећа вредност тврдоће постигнута је прегревањем на 1150 °C 480 минута и може се објаснити највећом количином растворених примарних карбида. Вредност тврдоће се није значајно мењала са прегревањем за времена од 30 и 120 минута. Вредност тврдоће узорака се смањивала са порастом температуре прегревања услед растварања секундарних карбида што су уочили и други аутори [156,164]. Пикасо (*Picasso*) и сарадници [156] су испитивали како се мења микроструктура и механичке особине легуре *Fe-35Cr-45Ni-Nb* услед старења на температурама 750-900 °C у временском интервалу 1 000 - 4 000 сати и уочили су да већ са повећањем времена старења преко 500 сати долази до смањења тврдоће. Харанди (*Harandi*) и коаутори [164] су поредили микроструктуру и механичке особине две цеви узетих из експлоатације након 46 000 сати рада. Једна цев је направљена од легуре *HPNb*, а друга од легуре *HPNb+Ti*. Они су уочили пад вредности тврдоће легура у односу на полазно стање, при чему је легура са додатим титанијумом имала већу вредност тврдоће. На основу фотографија микроструктуре узорака од легуре *HP40-1,5%Nb* након свих третмана прегревања (слика 5.45-5.53) и измерених вредности тврдоће (табела 5.12) може се уочити да смањење броја секундарних карбида у аустенитној основи има за последицу смањење вредности тврдоће легуре. Растварањем секундарних карбида дошло је до губљена ефекта ојачавања као губитак постојања препрека у аустениту за кретање дислокација [163]. Узрок максималне вредности тврдоће узорка третираног на 1150 °C у трајању од 480 минута је растварање секундарних хромових карбида и дифузија угљеника у аустенитну основу.

6.4. Микроструктура

Легура железа *HP40-Nb* представља модификовану верзију типа *HK40*, обogaћену додатима ниобијума и титанијума ради постизања добре отпорности на пузање и побољшаних механичких својстава при високим температурама у опсегу од 900 до 1050 °C [1]. Отпорност на пузање, односно очување чврстоће током дуготрајног рада на високим температурама, постиже се захваљујући аустенитној *Cr-Ni* основи ових легура, ојачаној фино диспергованим карбидним честицама које су отпорне на пузање. Нормални пројектовани век трајања цеви за реформере дефинисан је *API* стандардом и износи 100 000 сати [7,8]. Међутим, у зависности од реалних услова рада и квалитета материјала, век трајања цеви може варирати од 30 000 до 180 000 сати.

Изаглање високим температурама доводи до значајне деградације микроструктуре материјала цеви за реформере [161]. Ова деградација микроструктурних и механичких својстава материјала је кључан фактор који се јавља услед акумулације оштећења и може довести до изненадног пуцања цеви, посебно у случајевима прегревања, термичког шока или неочекиваног искључења пећи [55]. Гуан (*Guan*) и његови сарадници [165] су у својим истраживањима утврдили смањење вредности затезне чврстоће и коагулацију преципитата код спрувете од легуре *HP40* након прегревања. Таванси (*Tawancy*) [166] је проучавао формирање оксидног талога и микроструктурних зона без талога на цевима изложеним наугљеничењу при високим температурама. Кходаморад (*Khodamorad*) и његови сарадници [168] су испитивали кртост радних цеви узроковану неправилним декоксовањем и прегревањем, што је довело до значајног смањења издужења приликом испитивања затезањем на собној температури. Ова истраживања показала су да се откази

цеви могу директно повезати са деградацијом њихових микроструктурних и механичких својстава [168].

HP40-Nb легура се производи процесом центрифугалног ливења, што утиче на морфологију њене микроструктуре. Услед овог поступка, структура зрна је стубаста, усмерена ка спољашњем зиду цеви, док се у унутрашњем делу јављају равномернија зрна. Ливена микроструктура је иницијално хетерогена, са мрежом примарних карбида распоређених дуж граница зрна. Ова карактеристика је значајна за побољшање отпорности на високе температуре, али такође може утицати на иницирање микроструктурних промена током експлоатације, нарочито при дуготрајном раду у условима високих температура.

Узимајући у обзир радне услове, који укључују високе температуре и напрезања реда величине 10 МПа, могу се јавити два главна механизма пузања: дифузионо и дислокационо пузање. Дифузионо пузање преваходно зависи од величине зрна формираног током очвршћавања, јер је дифузија у границама зрна најизраженија. Због тога отпорност *HP* легура на овај тип пузања углавном зависи од контролисаних параметара ливења, који обезбеђују оптималну структуру зрна. Овај аспект није обухваћен овом докторском дисертацијом. У овој дисертацији посебан нагласак је на анализи микроструктуре испитиваног материјала након краткотрајног прегревања на нивоу секундарних преципитата који додатно могу да ојачају материјал у контексту дислокационог пузања.

6.4.1. Микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* у полазном стању

На основу слика микроструктуре легуре *HP40-0,63%Nb* у полазном стању (слика 5.31) уочава се да се микроструктура састоји од дендритне аустенитне основе и мреже примарних еутектичких карбида који се налазе на границама зрна и између дендрита. Постоје две врсте примарних карбида: светли, богати ниобијумом (*MC* карбида), и тамни, богати хромом ($M_{23}C_6$ карбида), што је потврђено *SEM-BSE* и *EDS* анализом. Карбида на границама дендрита појављују се у ламеларном или скелетном облику. Неколико кључних металуршких фактора, укључујући хемијски састав, брзину хлађења и услове очвршћавања, утичу на сегрегацију примарних карбида у скелетни или ламеларни облик унутар микроструктуре легуре *HP40*. Већи садржај *Nb* подстиче формирање скелетних (дендритских) NbC карбида, који имају тенденцију да се развијају дуж интердендритских подручја. Супротно томе, нижи садржај *Nb* у комбинацији са вишим садржајем *Cr* фаворизује формирање ламеларних карбида богатих хромом ($Cr_{23}C_6$, Cr_7C_3). Карбида богати ниобијумом су стабилнији на високим температурама у поређењу са секундарним хромовим карбидима [42,152].

Ову легуру су испитивали и други аутори. Фујанг (*Fuyang*) и коаутори [157] су испитивали утицај промене микроструктуре на механичке особине легуре *HP40-Nb*, при чему су у полазном стању уочили присуство светлих и тамних фаза. Окарактерисали су светле фазе као карбид богат са ниобијумом типа *MC*, а тамне богате са хромом типа M_7C_3 и типа $M_{23}C_6$. Присуство карбида типа M_7C_3 и *MC* у ливеном стању уочили су аутори који су испитивали легуре на бази никла. Сусант-Торес (*Sustait-Torres*) и сарадници [160] су испитујући утицај старења на 750 °C у току 1 000 сати на микроструктуру легуре *Fe-35Cr-45Ni* у ливеном стању уочили присуство M_7C_3 и *MC* типа карбида, као и Ланц (*Lanz*) и сарадници [162] испитивајући легуру са 0,6 %C и 1,34 %Nb након старења на температурама 750-950 °C у току 1 300 сати и никлове легуре са 45 %Ni и *Ti* након

старења 750-900 °C у трајању од 1 000-4 000 сати. Лаиго (*Laigo*) и коаутори [114] су се бавили истраживањем техника за карактеризацију карбида и испитали су легуру *Fe-27Cr-35Ni-Nb* у ливеном стању и након старења на 950 °C у трајању од 100 сати. Узорке су испитивали применом *SEM*, *EDS*, *EPMA-WDS* и *EBS*D технике како би утврдили која метода може окарактерисати карбиде у потпуности. Они су у микроструктури легуре у полазном стању уочили присуство карбида типа *MC* и типа *M₂₃C₆*. Алмеида Соарес (*Almeida Soares*) и коаутори [104] су испитивали утицај ниобијума на микроструктуру и пузање легура типа *HP* без додатка ниобијума и са ниобијумом (0,69-1,97 %Nb) и потврдили су повећање отпорности на пузање легура са већим садржајем ниобијума.

6.4.2. Утицај прегревања на микроструктуру легуре *HP40-0,63%Nb*

Време прегревања 30 минута

Микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 950 °C у трајању од 30 минута приказана је на слици 5.33а,б. Након прегревања на 950 °C у трајању од 30 минута, у аустенитној основи присутан је врло фини талог секундарних хромових карбида, познат као интердендритни карбиди. У микроструктури се такође запажа значајна количина интрадендритних карбида, распоређених дуж дендритних граница у близини примарних хромових карбида.

Добро је познато да је угљеник презасићен у аустенитној основи центрифугално ливене *HP40-Nb* легуре [17,153]. Стога, када је једном изложен повишеним температурама, угљеник има тенденцију да се таложи из основе хемијски везујући се са хромом или ниобијумом [122]. Ниобијум се први везује са угљеником формирајући карбид ниобијума током очвршћавања легуре. Хром затим привлачи слободни угљеник који је остао у аустенитној основи формирајући хромове карбиде [122]. Стога је карбид ниобијума *MC* стабилнији од хромних карбида *M₂₃C₆*. У раним фазама експлоатације, садржај интрадендритских карбида почиње да расте све до достизања максималне вредности [8]. Током процеса старења при високим температурама, брзина дифузије атома угљеника се повећава, а презасићени атоми угљеника реагују са хромом у аустенитној основи и формирају секундарне карбиде богате хромом *M₂₃C₆* у виду талоба у аустенитној основи [122].

На температури прегревања 1050 °C, при истом времену прегревања (слика 5.33в,г) уочава се у микроструктури већа количина секундарних карбида, који се таложе у близини граница зрна. Ово је вероватно последица нестабилности хромом богатих *M₂₃C₆* карбида на границама зрна, који се растварају (тј. дисоцирају у основу) и прерасподељују у облику комплексних хромових *M₂₃C₆* карбида у близини граница дендрита. Ово је у складу са тврђењима да је *M₂₃C₆* стабилна фаза, она није термички постојана током дуготрајног рада на високим температурама [154].

У микроструктури легуре *HP40-0,63%Nb*, након прегревања на 1150 °C у трајању од 30 минута (слика 5.33д,ђ), уочава се постепено смањење броја секундарних карбида у аустенитној основи, као и смањење њихове величине. Истовремено, хромом богат карбид на границама зрна постепено постаје грубљи и развија се у облику блока. То је зато што иако је *M₂₃C₆* стабилна фаза, није стабилна током рада на високим температурама [155].

Присуство секундарних карбида у аустенитној основи испитиване легуре након прегревања је уочено и у другим радовима [42,78,155,157]. Зау (*Zhu*) [155] и Фујунг

(Fuyang) [157] су у радовима где су испитивали утицај прегревања на микроструктуру и механичке особине легуре уочили да услед прегревања легуре на температурама од 1050-1150 °C [155] и на температурама 700-1100 °C [157] долази до таложења секундарних карбида у аустенитној основи, при чему су Зау (Zhu) [155] и Фујанг (Fuyang) [157] уочили да долази и до њиховог растварања. Таложење секундарних карбида услед прегревања уочили су и други аутори испитујући легуре сличног хемијског састава. Сусант-Торес (Sustait-Torres) и коаутори [160] су испитивали утицај старења на температури од 750 °C/1000 сати легуре са 46,9 %Ni, и такође су уочили да прегревање утиче на таложење секундарних карбида у аустенитној основи. Алмеида (Almeida) и коаутори [104] су испитивали легуру *HPNbTi* након старења на температури од 900 °C у трајању од 1 000 сати и уочили су у микроструктури излучене секундарне карбиде у аустенитној основи. У микроструктури ове легуре након прегревања је дошло до трансформације хромових карбида типа M_7C_3 у карбид типа $M_{23}C_6$, при чему је трансформација комплексних ниобијумових карбида *MC* делимична (присутни су и карбиди *(NbTi)C* и *G* фаза).

Прегревање легуре *HP40-0,63%Nb* на температурама од 950 и 1150 °C у трајању од 30 минута довело је до таложења финих секундарних хромових карбида, који су се формирали у металној основи у близини примарних хромових карбида, дуж граница дендрита. Са порастом температуре, повећала се и количина секундарних карбида.

Време прегревања 120 минута

У поређењу са прегревањем на 950 °C у трајању од 30 минута, микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на 950 °C током 120 минута (слика 5.34а) садржи знатно већу количину секундарних карбида у аустенитној основи, посебно у близини примарних карбида и у међудендритном простору.

Као резултат прегревања легуре *HP40-0,63%Nb* на 1050 °C у трајању од 120 минута уочава се на слици 5.34д,ђ структура која се састоји из аустенитне дендритне основе и непрекидане мреже примарних карбида облика скелета смештених дуж граница дендрита. На 1050 °C прегревања, у аустенитној основи поред секундарних карбида формирала се и одређена количина игличастих карбида типа $M_{23}C_6$ ($M = Cr, Ni, Fe$). Количина секундарних карбида се повећала са порастом температуре прегревања на 1050 °C.

Резултати испитивања микроструктуре легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на 1050 °C после 120 минута су у складу са резултатима до којих су дошли Соурмаил (Sourmail) [153] и Фујанг (Fuyang) и коаутори [157]. Трансформацију карбида типа M_7C_3 у $M_{23}C_6$ услед излагања легуре *HP40-Nb* температурама од 700-990 °C у трајању од 1-6 000 сати уочили су такође и Фујанг (Fuyang) и коаутори [157].

Микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 1150 °C у трајању од 120 минута (слика 5.34е,ж) састоји се из аустенитне дендритне основе и непрекидане мреже примарних карбида облика скелета смештених дуж граница дендрита. Као резултат прегревања на 1150 °C/120 мин уочава се да су примарни карбиди коагулисали и међусобно се спојили. У међудендритном простору су се јавиле зоне без секундарних карбида. У аустенитној основи, у близини примарних карбида, налази се велика количина фино диспергованих секундарних карбида.

Секундарни карбиди су се количински смањили али је видљиво њихово укрупњавање [155]. Као резултат прегревања на температури 1150 °C у трајању од 120 минута уочава се да су се у зонама између дендрита издвојили секундарни карбиди глобуларног облика. На основу слика 5.35 и 5.37 може се закључити да повећање температуре са 1050 на 1150 °C није утицало на промену типа карбида присутних у микроструктури.

Реј (*Ray*) и коаутори [42] су у својим истраживањима, анализирали легуру *HP40-Nb* након 11 година у радним условима и такође су уочили да је дошло до трансформације карбида типа M_7C_3 у $M_{23}C_6$. Лиу и Чен (*Liu, Chen*) [78] су анализирали промену микроструктуре и механичких особина легуре *HP40-Nb* услед старења на 900 °C у временском интервалу 0-2 016 сати уочили да долази до трансформације карбида типа M_7C_3 у карбиде типа $M_{23}C_6$. Алмеида (*Almeida*) и коаутори [112] испитивали су утицај садржаја ниобиума на микроструктурне промене легуре *HP40-Nb* након старења на 700, 900 и 1100 °C у трајању од 1 000 сати, и уочили су трансформацију карбида типа M_7C_3 у карбид типа $M_{23}C_6$.

Ванг (*Wang*) и коаутори [17] испитивали су утицај прегревања легуре *HP40-Nb* на температурама од 900-1250 °C у трајању од 100 сати на микроструктуру и уочили су трансформацију карбида типа M_7C_3 у карбиде типа $M_{23}C_6$. Растварање секундарних карбида повећањем температуре прегревања уочили су и Фујанг (*Fuyang*), и коаутори [157] испитивајући промену микроструктуре легуре *HP* серије са 0,6 %C, 1,34 %Nb и са *Mo* услед старења на температурама 750-950 °C у интервалима 1-1 800 сати.

Време прегревања 480 минута

На слици 5.38а,б приказана је микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* након прегревања на температури од 950 °C у трајању од 480 минута. Микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и испрекидане мреже примарних карбида облика скелета смештених дуж граница дендрита, док је унутар дендрита излучена велика количина секундарних карбида.

Ове микроструктурне карактеристике указују на значајан утицај температуре прегревања на морфологију карбида. Испитивањем легуре при температурама 950, 1050 и 1150 °C током 480 минута утврђено је да повећање температуре прегревања доводи до промена у облику и расподели карбида. Карбиди неправилног облика на границама зрна отежавају клизање граница зрна, док интрагрануларни карбиди спречавају кретање дислокација, чиме утичу на механичка својства материјала. Поред тога, таложење секундарних карбида смањује садржај угљеника у основи, што умањује ефекат растварајућег ојачавања чврстог раствора. Како процес таложења напредује, способност карбида да блокирају дислокације опада, што директно утиче на својства пузања легуре *HP40-Nb*. Стога, морфологија карбида игра кључну улогу у одређивању укупних механичких својстава ове легуре [152,153].

Гуан (*Guan*) и коаутори [161] су анализирали узрок отказа цеви етиленске пећи легуре *HP40* са 41,9 %Ni и утврдили су да је узрок отказа цеви управо смањена отпорност према пузању легуре услед промене морфологије карбида у микроструктури. Облик карбида присутан у микроструктури испитиваног материјала је веома осетљив на температуру прегревања. Процес прегревања легуре ће убрзати растварање честица карбида мале величине и процес коагулације односно повећања величине карбидних честица која је праћена променом облика карбида и на крају ће довести до лома. С обзиром на то да је за успешно одвијање процеса коагулације неопходна разлика у величини честица

карбидне фазе, у таквим условима чврсти раствор аустенита постаје незасићен у односу на мање честице. Као резултат тога, мање честице се растварају, док се атоми угљеника и легирајућих елемената путем дифузије преносе и уграђују на површину већих честица.

Утицај температуре прегревања

Температура прегревања је значајан фактор који утиче на микроструктуру испитиваног материјала, јер са повећањем температуре прегревања долази до излучивања секундарних карбида, затим до њиховог растварања, док је у неким радовима [78,104,154] уочено да повећање времена прегревања утиче на процес повећања величине примарних карбида тј. карбиди постају масивнији. Промену величине зрна услед пораста температуре прегревања или старења уочили су Ли (*Liu*) и коаутори [78] испитујући легуру *HP40-Nb* услед прегревања на 900 °C у временском интервалу 0-2 016 сати. Они су приметили да долази до повећања зрна у микроструктури услед старења где се као последица јавља таложeње карбида богатих са хромом. Такође су уочили и да са повећањем времена прегревања долази до повећања количине излучених карбида богатих са хромом. Крупнији карбиди у микроструктури легуре *HPNb* са 3,8 %C и 41,9 %Ni након годину дана експлоатације уочени су у раду Гуана (*Guan*) и коаутора [161] при испитивању узрока отказа цеви етиленске пећи. Укрупњавање карбида и таложeње секундарних карбида уочио је и Атариан (*Attarian*) са коауторима [169] у *HP-Nb* челику након старења на 982 °C 100 сати.

6.4.3. Микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* у полазном стању

За разлику од микроструктуре легуре *HP40-0,63%Nb* у почетном стању, микроструктура материјала узорка *HP40-1,5%Nb*, који је био у експлоатацији више од 100 000 сати, састоји се од аустенитне основе са фино распоређеним секундарним карбидима у интрадендритном простору. Таложeње ових карбида може се такође класификовати у два типа, као што је приказано на *SEM* микрофотографијама (слика 5.44а). Светли карбиди су углавном континуални и плочасти, док су тамни углавном присутни на интрадендритским локацијама, што потврђују *SEM-BSE* и *EDS* анализе (табела 5.20). Карбиди у интрадендритским границама појављују се у облику ламела, односно скелета, [22].

Морфологија карбида је промењена у случају легуре *HP40-1,5%Nb*, при чему долази до преласка карбида из скелетног облика у облик кратких ланаца. Ова промена је последица веће термичке стабилности карбида богатих ниобијумом у односу на секундарне хроме карбиде [23,42,112].

6.4.4. Утицај прегревања на микроструктуру легуре *HP40-1,5%Nb*

Прегревање легуре *HP40-1,5%Nb* доводи до значајних промена у микроструктури, које се огледају у трансформацији карбида, њиховој морфологији, коагулацији и растварању секундарних карбида у аустенитној основи. Ове промене зависе од времена и температуре третмана, што је уочено и у претходним истраживањима [17,19,78,112,153].

Прегревање легуре *HP40-1,5%Nb* доводи до трансформације и коагулације примарних карбида, а њихов облик се мења из ламеларног (скелетног) у глобуларни. Секундарни карбиди у аустенитној основи се постепено растварају. Са повећањем температуре и

времена третмана, карбиди богати хромом потпуно прелазе у стабилнију фазу $M_{23}C_6$. Поред тога, долази до осиромашења хрома у аустенитној основи услед растварања секундарних карбида.

Време прегревања 30 минута

Микроструктура легуре $HP40-1,5\%Nb$ након прегревања на $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ (30 мин) састоји се од аустенитне дендритне основе и мреже интергрануларних карбида (слика.45а). У микроструктури су присутне две врсте примарних карбида: тамнији, богати ниобијумом, и светлији, богати хромом. У аустенитној основи налази се велика количина секундарних карбида, посебно у близини примарних карбида.

Након прегревања легуре на $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 30 минута (слика 5.45б) у микроструктури се, поред аустенитне дендритне основе, уочава сложена мрежа крупнијих интергрануларних карбида који попримају глобуларни облик. За разлику од микроструктуре легуре $HP40-1,5\%Nb$ након прегревања на $950\text{ }^{\circ}\text{C}$, краткотрајно прегревање на $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ доводи до мање количине финих секундарних карбида у близини примарних карбида, као и врло малог броја крупнијих секундарних карбида у аустенитној основи. Појава финих секундарних карбида у микроструктури била је предмет разматрања у литератури [155,170,171]. Фијанг (*Fiyang*) и коаутори [157] наглашавају да долази до повећања затезне чврстоће и тврдоће, уз смањење издужења, због ефекта дисперзионог ојачавања секундарних карбида до температуре од $970\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Након прегревања легуре $HP40-1,5\%Nb$ на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ (30 мин), микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и крупних интергрануларних карбида глобуларног облика, уз готово потпуно одсуство секундарних карбида (Слика 5.45в).

Време прегревања 120 минута

Након прегревања 120 минута на $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ примарни карбиди су задржали скелетну морфологију, док су секундарни карбиди још присутни у аустенитној основи.(Слика 5.46а). На $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ количина секундарних карбида је драстично смањена, док су примарни хромови карбиди трансформисани у стабилнију $M_{23}C_6$ фазу. (слика 5.46б). Прегревањем на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ долази до потпуног растварања секундарних карбида и уситњавања карбида богатих са ниобијумом (слика 5.46в). Продужено време прегревања доводи до значајнијег растварања секундарних карбида и промене морфологије примарних карбида, што може утицати на механичке особине материјала [128,155,156].

Време прегревања 480 минута

Прегревање на $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ у трајању од 480 минута не утиче на интергрануларне карбиде, који остају у скелетном облику, док је количина секундарних карбида смањена (слика 5.50а).

На $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ формирају се плочасти карбиди хрома и ситни карбиди ниобијума дуж граница дендрита (слика 5.50б). Прегревање на $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ доводи до потпуног растварања секундарних карбида и делимичног растварања примарних. (слика 5.50в).

Дуготрајно прегревање узрокује потпуно трансформацију секундарних карбида, што доводи до хомогенизације структуре, али може утицати на механичку стабилност материјала, што су показали и резултати других аутора [103,170,172].

Утицај температуре прегревања

Прегревање на 950 °C задржава скелетну морфологију карбида, док су секундарни карбиди и даље присутни у значајној количини. У микроструктури узорка прегреваног на 950 °C доминирају карбиди богати ниобијумом и хромом у примарним облицима. При овој температури прегревања легуре *HP40-1,5%Nb* не долази до значајног растварања секундарних карбида, али се смањује њихова прерасподела. Прегревање на 1050 °C доводи до промене облика интергрануларних карбида, који постају глобуларни. Количина секундарних карбида значајно се смањује, а карбиди хрома се у потпуности трансформишу у $M_{23}C_6$ фазу. Средња температура третмана доводи до значајних структурних промена и унапређења хомогености микроструктуре. Прегревање на 1150 °C доводи до потпуног растварања секундарних карбида. У микроструктури се примећује коагулација примарних карбида богатих хромом и уситњавање примарних карбида богатих ниобијумом. Више температуре изазивају агломерацију примарних карбида и растварање секундарних карбида, што доводи до губитка механичке чврстоће због осиромашења аустенитне основе хромом.

Слични резултати су примећени у истраживањима [17,19,78,112,153,173]. Ли (*Liu*) и коаутори [78] су испитивали легуру *HP40-Nb* након експлоатације од 130 000 и 160 000 сати, а затим су узорке прегревали на температури од 900 °C у интервалима од 1-2 016 сати. Они су након прегревања узорка у микроструктури уочили присуство хромових карбида типа M_7C_3 и $M_{23}C_6$, као и ниобијумових карбида типа MC . Уочено је таложење секундарних карбида у основи. Код краћег времена старења (336 сати) секундарни карбиди су типа M_7C_3 , док код дужег времена старења су у питању секундарни карбиди типа $M_{23}C_6$. Исто је уочено и код истраживања Алмеида (*Almeida*) и коаутора [112] и Соурманл (*Sourmail*) и коаутора [153]. Код старења дужег од 840 сати присутни су само карбиди типа $M_{23}C_6$, карбиди ниобијума NbC и мала количина G фазе. Ванг (*Wang*) и коаутори [17] су испитивали легуру *HP40-Nb* након 100 000 сати у експлоатацији. Узорке су прегревали на температурама од 900-1250°C у трајању од 100 сати. У току прегревања уочили су микроструктуралне промене где је дошло до потпуне трансформације карбида типа M_7C_3 у карбид типа $M_{23}C_6$, као и одсуство G фазе и η фазе. Такође су уочили да повећање температуре прегревања до 1100 °C није значајно утицало на промену количине карбида дуж и између граница дендрита, али да је прегревање узорка на температури од 1250 °C утицало на смањење количине карбида до 14,3 %.

6.5. Удео фаза

6.5.1. Удео фаза легуре *HP40-0,63%Nb*

На основу графикона промене удела примарних и секундарних карбида хрома, примарних и секундарних карбида ниобијума и аустенитне основе у микроструктури легуре *HP40-0,63%Nb* (слика 6.1), могу се извести следећа запажања:

Утицај прегревања на удео карбида хрома (Cr):

У ливеном стању, карбиди хрома чине 8,62 % укупне микроструктуре. Након прегревања на 950 °C током 120 минута, њихов удео се повећава на 20,78 %, што указује на активно издвајање секундарних карбида у аустенитној основи. Продужени третман на 950 °C

током 480 минута доводи до благог пада удела на 17,30 %, што сутерише коалесценцију мањих карбида у веће честице и делимично растварање у аустениту.

На 1050 °C током 120 минута, удео карбида хрома остаје релативно стабилан (21,04 %), док након 480 минута значајно расте на 26,58 %, што указује на секундарно издвајање и раст карбида. При 1150 °C током 120 минута, долази до новог пораста на 30,68%, што представља максимално издвајање карбида. Међутим, након продуженог прегревања на 1150 °C током 480 минута, удео карбида хрома опада на 19,98 %, што указује на почетак њиховог растварања у аустениту.

Утицај прегревања на удео карбида ниобијума (Nb):

У ливеном стању, удео ниобијумових карбида износи 1,03 %. Након прегревања на 950 °C током 120 минута, бележи се благо повећање на 2,59 %, што указује на почетно издвајање секундарних ниобијумових карбида. Међутим, након 480 минута на истој температури, удео опада на 1,12 %, што може бити последица престанка интензивног издвајања и постепеног прераспоређивања карбида у микроструктури.

На 1050 °C током 120 минута, удео ниобијумових карбида остаје релативно стабилан (1,66%), али након 480 минута опада на 1,03 %, што указује на њихово растварање у аустениту при повишеним температурама.

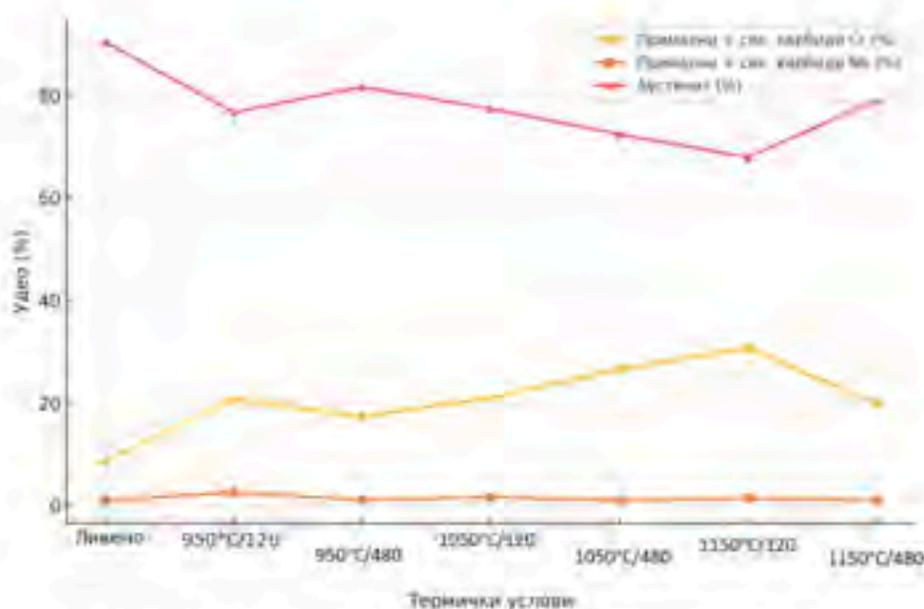
При 1150 °C, удео ниобијумових карбида варира од 1,46 % (120 минута) до 1,09 % (480 минута), што показује да су термички стабилнији од хромових карбида, али ипак подложни благом растварању током продуженог прегревања.

Утицај прегревања на промене у аустенитној основи:

Са порастом температуре и времена прегревања, удео аустенита у почетку опада услед издвајања карбида. Најнижа вредност, око 72,39 %, забележена је на 1050 °C током 480 минута, што се поклапа са највећом стопом издвајања карбида. Међутим, при 1150 °C током 480 минута, удео аустенита расте на 78,93 %, што указује на делимично растварање карбида и повећану растворљивост легирајућих елемената у аустениту у овим условима прегревања.

Опадање удела аустенита са повећањем температуре и трајања третмана очекивано је, јер је последица интензивног издвајања секундарних карбида.

Квантитативни подаци о уделима фаза код легуре *HP40-0,63%Nb* надопуњују и у складу су са уоченим морфолошким променама облика и расподеле карбида који су објашњени у поглављу о микроструктури, и последица су истих механизма утицаја температуре и времена прегревања.



Слика 6.1. Удео фаза у микроструктури легуре HP40-0.63%Nb

6.5.2. Удео фаза легуре HP40-1.5%Nb

На основу графика промене удела примарних и секундарних карбида хрома, примарних и секундарних карбида ниобијума и аустенитне основе у микроструктури легуре HP40-1.5%Nb (слика 6.2) може се извести следећа запажања:

Утицај прегревања на удео карбида хрома (Cr):

У ливеном стању карбиди хрома чине 18,43 % укупне микроструктуре. Након прегревања на 950 °C/120 мин, удео се значајно повећава на 43,14 %, што указује на интензивну прерасподелу и издвајање секундарних карбида. Продужени третман на температури од 950 °C/480 мин доводи до значајног смањења удела карбида хрома (21,14 %), што указује на коалесценцију мањих карбида у веће честице и делимично растварање у аустениту. На температури од 1050 °C/120 мин примећује се поновно повећање удела (34,89 %), али на 1050 °C/480 мин долази до пада на 25,78 %, што указује на динамичку равнотежу између издвајања и растварања карбида у аустенитној основи. При високим температурама од 1150 °C, удео карбида хрома значајно опада, достижући 9,44 % након 480 мин, што указује на њихово растварање у аустениту.

Утицај прегревања на удео карбида ниобијума (Nb):

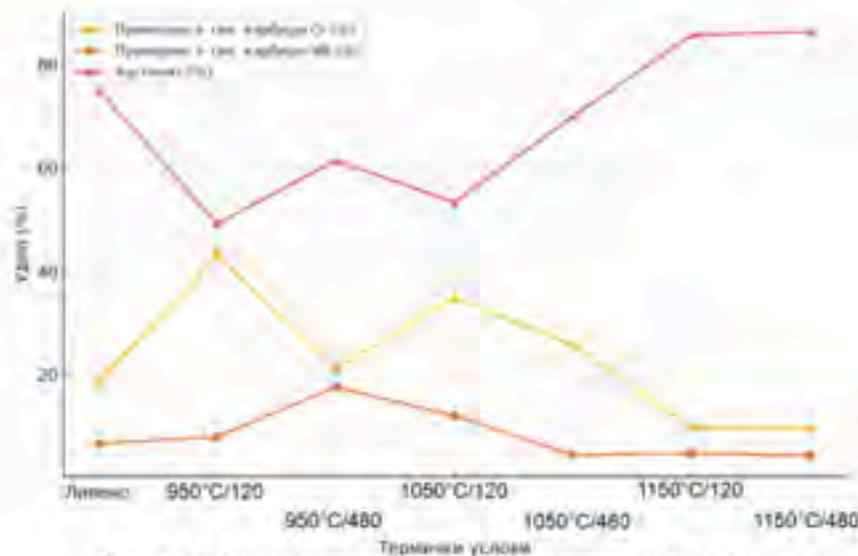
У ливеном стању, удео карбида ниобијума је 6,53 %. Карбиди ниобијума се најинтензивније издвајају на 950 °C/480 мин (17,56 %), што указује на повећану прерасподелу Nb у основи и формирање секундарних карбида. На 1050 °C/120 мин, задржавају стабилан удео (11,95 %), али након 1050 °C/480 мин, њихов удео опада на 4,33 %, што указује на делимично растварање. На 1150 °C, удео карбида ниобијума остаје

приблиžno isti (4,23 %), što potvrđuje њихову termičku stabilnost u odnosu na karbide hroma, koji su skloniji rastvaranju pri visokim temperaturama.

Утицај прегревања на промену у аустенитној основи:

Како температура и време termичке обраде расту, удео аустенита се у почетку смањује (због издвајања карбида), али након 1150 °C почиње да расте, што је резултат делимичног растварања карбида. Најнижи удео аустенита (49 %) корелира са највећом степеном издвајања карбида. С друге стране његов удео се повећава на 86,33 % на 1150 °C/480 мин, што указује на делимично растварање карбида и повећану растворљивост легирајућих елемената у аустениту.

Такође, и код легуре *HP40-1,5%Nb*, као и код легуре *HP40-0,63%Nb*, kvantitativni podaci o udelima faza nadopunjuju iznenađujuća mišljenja o uticaju temperature i vremena pregrevanja na morfološku promenu oblika i raspodele karbida. Mehanizmi koji ovo uzrokuju su objašnjeni u poglavlju o mikrostrukтури легуре *HP40-1,5%Nb*.



Слика 6.2. Удео фаза у микроструктури легуре *HP40-1,5%Nb*

6.6. Рендгеноструктурна анализа

6.6.1. Рендгеноструктурна анализа легуре *HP40-0,63%Nb*

Рендгеноструктурна дифракција полазног стања (слика 5.54) показује присуство аустенитне основе ($\gamma\text{-Fe}$) као доминантне фазе, уз присуство карбида хрома типа M_7C_3 . Ови резултати су очекивани за *HP40* легуре, где аустенит доминира, а карбиди хрома су примарна издвојена фаза у структури. Након прегревања на 950 °C/120 мин рендгенска анализа (слика 5.55) открива појаву ниобијумових карбида (NbC), што указује на почетно издвајање ниобијума из аустенита. Такође, карбиди хрома (Cr_7C_3) су и даље присутни,

али њихов интензитет се благо мења, што упућује на коалесценцију и раст већих честица [91]. Након прегревања на 950 °C/480 мин долази до стабилизације карбидних фаза. Рендгенски дифрактограм (слика 5.56) потврђује присуство Cr_7C_3 и NbC , уз могућност формирања оксидних једињења на површини. У поређењу са 950 °C/120 мин, карбиди хрома показују благо повећан параметар решетке, што показује на раст и коалесценцију. Након прегревања на 1050 °C/120 мин и 480 мин рендгенски дифрактограми (слике 5.57 и 5.58) показују јасно присуство комплексних карбида типа $(Cr,Fe)_7C_3$ и $Nb_{0,8}Ti_{0,2}C$, што упозорава на дифузију титанијума и стабилизацију карбида ниобијума. Интензитет рефлексија карбида хрома на температури од 1050 °C је нижи у поређењу са 950 °C, што може указивати на делимично растварање у аустениту при вишим температурама. Након прегревања на 1150 °C/120 мин и 480 мин најзначајнија промена је пад интензитета карбида хрома и повећано присуство NbC , што потврђује њихову термичку стабилност ниобијума на високим температурама. Дифракциони обрасци (слике 5.59 и 5.60) показују да се Cr_7C_3 и $(Cr,Fe)_7C_3$ у овим условима делимично растварају у аустениту. Интензитет рефлексија NbC остаје висок, што значи да ова фаза није подложна значајном растварању.

Поредњи анализу микроструктуре, анализу резултата удела фаза у легури $HP40-0,63\%Nb$ и рендгеноструктурне анализе за ову легуру, може се уочити да се рендгеноструктурна анализа и квантитативна анализа микроструктуре су у потпуном складу:

1. Ливено стање – Аустенит + примарни карбиди хрома (регистровани и у рендгенској и у квантитативној анализи).
2. 950 °C – Интензивно издвајање секундарних карбида хрома и формирање ниобијумових карбида (NbC) (обе анализе показују овај тренд).
3. 1050 °C – Комплексни карбиди хрома и стабилизација NbC уз могућу дифузију титанијума (регистровано у рендгену, квантитативна анализа показује стабилан удео NbC).
4. 1150 °C – Делимично растварање карбида хрома, док NbC остаје стабилан (потврђено у обе анализе).

6.6.2. Рендгеноструктурна анализа легуре $HP40-1,5\%Nb$

У полазном стању, рендгеноструктурна анализа показује аустенит (γ -Fe) као доминантну фазу. Присутни су карбиди $M_{2,3}C_6$, што је кључна разлика у односу на легуру $HP40-0,63\%Nb$, где су уочени M_7C_3 карбиди. Ови резултати указују да у ливеном стању преовлађују фини дисперговани карбиди типа $M_{2,3}C_6$, који су богати хромом и формирају се на границама зрна аустенита. Промене Рендгеноструктурне анализе након прегревања на 950 °C/120 мин (слика 5.62) открива издвајање карбида $Cr_{1,93}Fe_{0,7}C_6$, што показује на почетну прераспodelу хрома и железа у карбидним фазама. И даље су присутни $M_{2,3}C_6$ карбиди, али долази до промене у њиховој морфологији и могуће коалесценције. Овај резултат упозорава на почетак фазне нестабилности $M_{2,3}C_6$ карбида, што може довести до њихове трансформације на вишим температурама. Први пут се уочава појава карбида ниобијума (NbC), што скреће пажњу на почетак интензивног издвајања секундарних карбида ниобијума из аустенитне основе. $M_{2,3}C_6$ карбиди и даље постоје, али њихова стабилност је смањена. Ово показује да при продуженом загревању на 950 °C ниобијум почиње да реагује са угљеником, формирајући термички стабилне NbC карбиде. Промене након прегревања на 1050 °C/120 мин и 480 мин (слике 5.64 и 5.65). Након прегревања на 1050 °C/120 мин (слика 5.64), уочава се формирање комплексних карбида $Cr_{1,93}Fe_{0,7}C_6$ и $Nb_{0,8}Ti_{0,2}C$, што упућује на прераспodelу хрома, ниобијума и титанијума у

карбидним фазама. На 1050 °C/480 мин (слика 5.65), долази до значајног смањења интензитета рефлексија $M_{23}C_6$ карбида, што показује на њихову делимичну нестабилност и могуће растварање у аустениту [68,112]. Појава $Nb_{0,8}Ti_{0,2}C$ потврђује да титанијум може заменити део ниобијума у карбидној решетки, што може утицати на механичке особине материјала. На температури од 1150 °C/120 мин, долази до знатног смањења интензитета рефлексија $M_{23}C_6$, што се повезује са њиховим делимичним растварањем у аустениту. Карбиди ниобијума (NbC) остају стабилни, што потврђује да су отпорнији на високе температуре у односу на хромове карбиде. На 1150 °C/480 мин, уочава се даље смањење количине $M_{23}C_6$, док NbC остаје присутан.

На основу анализе резултата удела фаза у легури $HP40-1,5\%Nb$ и рендгеноструктурне анализе за ову легуру, може се уочити да се рендгеноструктурна анализа и квантитативна анализа микроструктуре су у потпуном складу:

1. Ливено стање – $M_{23}C_6$ карбиди и аустенитна основа (потврђено у обе анализе).
2. 950 °C – Интензивно издвајање секундарних карбида хрома и ниобијума (потврђено у обе анализе).
3. 1050 °C – Формирање комплексних карбида и почетак растварања $M_{23}C_6$ карбида (потврђено у обе анализе).
4. 1150 °C – Значајно растварање $M_{23}C_6$ карбида, док NbC остаје стабилан (потврђено у обе анализе).

6.7. Морфологија лома

6.7.1. Утицај прегревања на морфологију лома легуре $HP40-0,63\%Nb$

Пре прегревања

Карактеристичан тип лома код легуре $HP40-0,63\%Nb$ у ливеном стању је претежно транскристални крти лом. Дуктилни лом је заступљен у мањој мери.

Детаљна *SEM* анализа при већим увећањима показала је да се на површини прелома уочавају микропоре и микропрелине (слика 5.68б).

Овакав типа лома је очекиван код легура типа $HP40$ и у складу је са микроструктуром и резултатима других аутора [161,164,174,175,176-178]

Након прегревања

Општи изглед површине лома легуре $HP40-0,63\%Nb$ након прегревања на 950 °C /120 минута (слика 5.69) показује да је лом мешовитог карактера, са већим уделом кртог лома. Присутне су микропоре, али у мањој количини у поређењу са узорком у ливеном стању, као и краће уздужне и попречне микропрелине. Ова појава се може објаснити тиме да током прегревања на 950 °C у трајању од 120 минута процеси дифузије постају активнији, што доводи до спајања и раста постојећих микропора. С обзиром на релативно кратко време третмана, процес спајања пора је био ограничен, што је резултирало мањом густином микропора. Микропрелине су бројније код узорка легуре $HP40-0,63\%Nb$ током прегревања на 950 °C у трајању од 120 минута него у полазном стању. Присутна је велика количина секундарних карбида у мејудендритном простору и у аустенитној основи. Ови карбиди повећавају тврдоћу и доприносе кртости, али остају довољно фини да не утичу значајно на смањење жилавости. Секундарни карбиди представљају зоне у којима се формирају секундарне прелине [155].

На слици 5.70 приказана је површина прелома узорка *HP40-0,63%Nb* након испитивања на затезање, након прегревања на 950 °C у трајању од 480 минута. Анализа преломне површине при већем увећању (слика 5.70в) показала је да површина лома садржи знатно мањи удео жилавог лома, што указује на доминантну коалесценцију микрошупљина, карактеристичну за крти лом [171,176]. Овај термички третман резултира смањењем количине секундарних карбида, што утиче на смањену способност материјала да апсорбује енергију пре лома.

Узорак након прегревања на 950 °C у трајању од 480 минута показује дуже микропрелине и израженији крти лом, посебно транскристални лом близу слободне површине. Дужи третман (480 минута) на температури 950 °C иницирао је даље спајање пора, што је довело до израженијег кртог лома и смањене дуктилности.

Краћи третман прегревања (120 минута) доводи до мање коалесценције пора, док дужи третман (480 минута) узрокује већи степен кртог лома, уз формирање дужих прелина и већих карбида.

Слика 5.71б показује присуство дендритне структуре, уз појаву микропора и микропрелина, које се формирају на местима ометеног клизања или на границама зрна. Ове микропрелине су дуже него оне примећене код узорка прегреваног на 950 °C током 120 минута. На слици 5.71в види се изглед површине лома који се састоји из транскристалног кртог лома са речним шарамима и степеницама, док је у мањем обиму присутан дуктилни лом са карактеристичним јамицама. На слици 5.72а види се општи изглед лома узорка прегреваног на 1050 °C у трајању од 480 минута, са стреластим линијама које прате простирање дендрита од спољашње ка унутрашњој површини.

Слика 5.74б приказује средњу цев и карактеристике лома легуре, где је видљив транскристални крти лом, препознатљив по речним шарамима и степеницама, уз присуство великог броја излучених честица. Уопште, површина лома се састоји од два главна типа лома: Транскристални крти лом са речним шарамима и степеницама, који доминира и мањи удео дуктилног лома са карактеристичним јамицама. Морфолошки детаљи преломне површине близу слободне ивице узорка, приказани на слици 5.72в, указују на доминацију транскристалног кртог лома, уз минимално присуство подручја дуктилног лома. Ови дуктилни региони су детаљније приказани на слици 5.72г, где је видно да су зоне кртог лома ограничене јамицама.

У зони ближе средини узорка присутна је уједначена област без видљиве дендритне усмерености. Ту су присутне дендритна структура, као и микропоре и микропрелине, али у мањем броју у поређењу са узорцима третираним на 950 °C/120 минута, 950 °C/480 минута и 1050 °C/120 минута. Сваминатан (*Swaminathan*) и његови коаутори су, анализирајући превремени отказ цеви за реформере израђених од легуре *Fe-25Cr-35Ni*, уочили присуство микропора и микропукотина. Резултати истраживања су показали да је до отказа дошло услед кртости изазване пузањем, која је настала као последица микроструктурне деградације узроковане прегревањем [39,50].

Структура лома узорка прегреваног на 1050 °C/120 минута показује дендритни распоред у спољашњим зонама и хомогену област у средини, са мањим бројем микропора и микропукотина у односу на узорке 1050 °C/480 минута тј. са дужим термичким третманом. Средишњи део цеви доминира транскристалним кртим ломом са речним шарамима и излученим честицама. У близини слободне ивице такође преовлађује крти лом, али са малим уделом дуктилних зона, које су ограничене јамицама.

Површина прелома након прегревања на 1150 °C показује транскристални крти лом са дендритном структуром, која губи усмереност у унутрашњим зонама узорка. Средишњи део прелома садржи микропоре, микропукотине и смањену количину издвојених честица – талога. Продужено време прегревања доводи до грубље и неравније површине лома. Са порастом температуре, фасете квазицепања се издужују, док се проценат дуктилног лома повећава услед уситњавања карбида, уз значајно смањење талога у основној структури [128,171,179,180].

6.7.2. Утицај прегревања на морфологију лома легуре *HP40-1,5%Nb*

Пре прегревања

У почетном стању, лом има мешовити карактер – преовлађује транскристални крти лом (слика 5.75). Појава микропрслине и микропукотине, настале као последица дуготрајне експлоатације, указују на напредовање деградације материјала. Уочава се мешовити лом при чему је доминантан транскристални крти лом, и присутан је мали удео зона са јамницама које су показатељи дуктилног лома.

Присуство транскристалног кртог лома код легуре *Fe-25Cr-35Ni-Nb* након 100 000 сати у експлоатацији је уочио је Гатак (*Ghatak*) са коаутором [171], где су испитивали до каквих промена механичких особина је довело старење легуре. Повећање кртости легуре услед таложјења карбида по границама зрна приметили су Кодаморад (*Khodamorad*) и коаутори [167] испитивајући легуру *HP40-Nb* узету из експлоатације након 5 000 и 10 000 сати истраживајући утицај наугљеничења на радни век цеви. Уочили су такође да долази до смањења чврстоће и жилавости услед повећања кртости легуре услед старења. Испитивали до какве деградације центрифугално ливене цеви од легуре *HP40* долази након седам година у експлоатацији. Они су као и Хан (*Han*) и коаутори [175] уочили да таложјење карбида по границама зрна доводи до кртог лома и смањења чврстоће и жилавости легуре. Стигенобу и Шон (*Stiguenobu, Schon*) [163] су легуру *Fe-20Cr-32Ni-Nb* након експлоатације старили на температурама 680-820 °C у трајању од 200 сати како би утврдили како старење утиче на дуктилност легуре. Уочили су да након старења легуре долази до појаве кртости.

Након прегревања

Морфологија лома легуре *HP40-1,5%Nb* значајно се мења са температуром и временом прегревања, што је директно повезано са променама у микроструктури. Прегревање на 950 °C/ 120 минута није значајно променило морфологију лома (слика 5.76). Транскристални крти лом остаје доминантан, али су присутне зоне дуктилног лома. Детаљна *SEM* анализа при већим увећањима показала је да се на преломној површини уочавају микропрслине уздужног и попречног правца, које су настале као последица пузања. Присуство велике количине секундарних карбида у аустенитној основи, доприноси формирању микропрслина. Фасете квазицепања указују на повећану крност у односу на полазно стање.

Повећањем времена прегревања на 480 минута долази до повећања дужине фасета квазицепана, што указује на даље повећање кртости. Мешовити лом је и даље присутан, али је удео дуктилних зона мањи него након 120 минута. Микроструктурне промене показују присуство скелетних примарних карбида богатих хромом и ниобијумом, док су секундарни карбиди и даље присутни, али у мањем обиму у међудендритним зонама.

Изалагање легуре високим температурама доводи до растварања карбида самим тим нестанка баријера за кретање дислокација и смањује се отпорност на пузање. Пузањем се формирају микропрелине управне на правац напрезања, оне се временом спајају и образују микропрелине. Раст и развој микропрелина води до стварања макропрелина а затим и до отказа материјала [155]. Микропрелине у испитиваном узорку су вероватно настале услед деградације материјала током рада, највероватније због пузања, док су микропрелине вероватно секундарног порекла и настале су током испитивања на затезање. Ако су поре настале током ливења, онда су дефекти у материјалу од тог процеса, док ако су се појавиле услед пузања током експлоатације, онда указују на деградацију услед оптерећења.

Прегревањем на 1050 °C 120 минута морфологија лома остаје мешовита – крти лом је доминантан, али су присутне зоне дуктилног лома са јамицама. Крти лом је последица повећање тврдоће и кртости материјала која се може повећавати са формирањем континуалне мреже карбида дуж граница зрна или таложењем у основи [42]. Примарни карбиди попримају глобуларни облик, док секундарни карбиди у међудендритним зонама скоро потпуно нестају. Ова трансформација доводи до осиромашења хромом у аустенитној основи, што објашњава пораст кртости. Након прегревања од 480 минута транскристални крти лом је и даље доминантан, а удео дуктилног лома се смањује. Беле честице у зонама дуктилног лома указују на масивну прерасподелу ниобијумових карбида, који доприносе повећању тврдоће, али и смањењу жилавости. Након (*SEM-BSE*) анализе површине лома узорака прегреваних на 1050 °C/480 минута може се уочити дубока попречна микропрелина и велике микропрелине (слика 5.79г). Такође, може се уочити да је на местима светлијих карбида присутан дуктилни лом као последица масивног таложења карбида. Таванси (*Tavancy*) [166] је проучавајући морфологију лома легуре *HP45* констатовао да је дуктилан интергрануларни лом последица таложења масивних карбида.

Морфологија лома узорка након прегревања на 1150 °C 120 минута састоји се од доминантног транскристалног кртог лома, са минималним присуством дуктилних зона (слика 5.80). Коагулација примарних карбида и потпуно растварање секундарних карбида у микроструктури легуре након прегревања на 1150 °C 120 минута утицали су на повећању кртост. Са повећањем времена прегревања на 480 минута лом остаје транскристално крт, са још мањим уделом дуктилних зона.

Преглед радова додатно потврђује закључке из дискусије, повезујући механизме лома са променама у микроструктури испитиваног материјала услед прегревања и дуготрајне експлоатације. Претежно присуство транскристалног кртог лома у дискусији се подудара са резултатима Гатака (*Ghatak*) и колутора [171], који су такође уочили овај тип лома код легуре *Fe-25Cr-35Ni-Nb* након 100 000 сати експлоатације. Ово потврђује да дуготрајна експлоатација и повишене температуре доводе до деградације материјала и повећања кртости. Присуство карбида у међудендритним зонама, који доводе до повећања кртости, приметили су Кодаморад (*Khodamorad*) и сарадници [167], као и Хан (*Han*) и сарадници [175], што је у складу са дискусијом где се наводи да образовање крупних примарних

карбида и растварање секундарних карбида доводе до кртости. Ови резултати су посебно релевантни за узорке прегревања на 1050 и 1150 °C, где је осиромашење хромом и прерасподела карбида узроковало повећану кртост.

Рад Монобе и Шона (*Monobe, Schon*) [163] такође је релевантан, јер показује да старење легуре доводи до губитка дуктилности, што се директно може повезати са уоченим смањењем дуктилних зона након дужих временских интервала прегревања у случају легуре *HP40-1,5%Nb*.

6.8. Анализа варијансе и оптимизација

Анализа резултата механичких особина легуре *HP40-0,63%Nb* и *HP40-1,5%Nb* након третмана прегревања је спроведена ради утврђивања утицаја температуре прегревања и времена прегревања на механичке особине испитиваних легура. Овом анализом посматран је утицај температуре прегревања и времена прегревања поредећи вредности механичких особина узорака само након прегревања.

6.8.1. Регресиона анализа и оптимизација резултата механичких особина легуре *HP40-0,63%Nb*

Анализом резултата добијених применом анализе варијансе може се закључити да су модели за тврдоћу, затезну чврстоћу и издужење код легуре *HP40-0,63%Nb* показали високу ефикасност у објашњењу промене ових механичких особина услед варијација улазних фактора (температуре и времена прегревања). Време прегревања представља значајан фактор код све три испитиване механичке особине, док је температура прегревања значајна само код промене затезне чврстоће. Анализа варијансе је спроведена и за напон течења, али добијени модел није био довољно ефикасан у објашњењу промене вредности напона течења услед варијација улазних фактора.

Оптимизацијом механичких особина легуре *HP40-0,63%Nb* утврђено је да је оптимално време прегревања за све три механичке особине 480 минута. Оптимална температура прегревања за тврдоћу износи 1150 °C, док за затезну чврстоћу и издужење оптималну температуру представља 950 °C.

6.8.2. Регресиона анализа и оптимизација резултата механичких особина легуре *HP40-1,5%Nb*

Применом анализе варијансе на добијене резултате утврђено је да модели за процену тврдоће, затезне чврстоће и издужења код легуре *HP40-1,5%Nb* веома успешно описују утицај варијације температуре и времена прегревања на поменуте механичке особине. Конкретно, време прегревања се показало као фактор од значајног утицаја на све три анализиране особине, док је температура прегревања имала битан ефекат на затезну чврстоћу и издужење, али не и на тврдоћу. За напон течења је такође урађена анализа варијансе, али модел у овом случају није пружио задовољавајуће објашњење зависности вредности напона течења од улазних параметара.

Оптимизација механичких својстава за легуру *HP40-1,5%Nb* показала је да је оптимално време прегревања за све три механичке особине 480 минута. Када је у питању оптимална

температура, за постизање најповољније тврдоће оптимална вредност је 950 °C, док се за затезну чврстоћу и издужење као оптимална температура препоручује 1150 °C.

Поређење утицаја прегревања на легуре *HP40-0,63%Nb* и *HP40-1,5%Nb* на основу спроведених анализа:

На основу анализе варијансе и оптимизације механичких особина након прегревања, може се приметити да се обе легуре (*HP40-0,63%Nb* и *HP40-1,5%Nb*) слажу у погледу значајног утицаја времена прегревања на све анализираних особине. Разлика између њих постоји у погледу утицаја температуре прегревања: код легуре са нижим садржајем ниобијума (*HP40-0,63%Nb*), температура значајно утиче само на затезну чврстоћу, док код легуре са вишим садржајем ниобијума (*HP40-1,5%Nb*) температура значајно утиче и на затезну чврстоћу и на издужење. Оптималне температуре за постизање одређених механичких својстава код ових легура такође се разликују. На пример, оптимална температура за постизање највеће тврдоће легуре *HP40-0,63%Nb* је виша (1150 °C) него код легуре *HP40-1,5%Nb* (950 °C), док је ситуација обрнута код затезне чврстоће и издужења. Ова запажања указују на значајан утицај процента ниобијума у легурама на њихову термичку обрадивост и крајње механичке карактеристике.

7. ЗАКЉУЧЦИ

У дисертацији је реализовано истраживање утицаја краткотрајног прегревања на механичке особине и промену микроструктуре новог и старог материјала тј. центрифугално ливене легуре отпорне на топлоту класе *HP40-Nb* узете из пећи *F1-A* за пиролизу. Под новим материјалом подразумевају се сегменти цеви произведене од легуре *HP40-0,63%Nb* који нису биле у експлоатацији, док стари материјал су сегменти цеви од *HP40-1,5Nb* легуре који су били у експлоатацији више од 100 000 сати. Узорци нових и старих цеви су изложени краткотрајном прегревању на температурама од 950, 1050 и 1150 °C, у временском интервалу од 30 до 480 мин, након чега су у потпуности испитани.

На основу спроведених експерименталних истраживања и добијених резултата приказаних у докторској дисертацији могу се извести следећи закључци:

1. Резултати хемијске анализе новог (*HP40-0,63%Nb*) и старог (*HP40-1,5%Nb*) материјала показали су да су испитивани материјали сличног хемијског састава, осим што се разликују у садржају ниобијума.

2. Легура са већим садржајем ниобијума (*HP40-1,5%Nb*) показује већу вредност напона течења ($R_{p0,2}=308$ МПа) и мању вредност затезне чврстоће ($R_m=358$ МПа) у поређењу са легуром са нижим садржајем ниобијума (*HP40-0,63%Nb*) у полазном стању. Ово је зато што већи садржај ниобијума доводи до формирања fine мреже ниобијумових карбида, која значајно побољшава отпорност материјала на пузање. Међутим, висок садржај ниобијума, посебно након дуготрајне експлоатације (100 000 сати), доводи до формирања микроструктуре која смањује пластичност, што се одражава у значајно нижем проценту издужења у легури *HP40-1,5%Nb*.

3. Легура *HP40-0,63%Nb* има веће вредности тврдоће (221 HV10) у поређењу са легуром *HP40-1,5%Nb* у полазном стању (185 HV). Разлика у вредности тврдоће код испитиваних материјала је последица образовања *NbC* и *Cr₂₃C₆* карбида.

4. Утицај времена прегревања на механичке особине легуре *HP40-0,63%Nb*:
Оптимално време прегревања које позитивно утиче за легуру *HP40-0,63%Nb* је 120 минута на 950 °C. Резултати показују да су вредности напона течења након прегревања на 950 °C током 120 и 480 минута знатно веће у односу на полазно стање, док остали третмани прегревања нису статистички значајно утицали на промену напона течења. Такође, утицај времена прегревања на затезну чврстоћу је минималан. Статистички значајне разлике затезне чврстоће уочене су само између екстремних времена прегревања (30 и 480 минута) на температурама од 950 и 1150 °C, док код узорака прегрејаних на 1050 °C, време није имало статистички значајан утицај. Време прегревања на 950 °C током 120 минута нема значајан утицај на вредности издужења. На 1050 °C, издужење остаје углавном непромењено након 120 минута. Код узорака прегрејаних на 1150 °C, време прегревања није имало статистички значајан утицај на резултате испитивања. Време прегревања је имало статистички значајан утицај на вредности тврдоће код узорака прегрејаних на 950 °C, за 30, 120 и 480 минута, док на 1050 и 1150 °C за 120 и 480 минута.

5. Утицај температуре прегревања на механичке особине легуре *HP40-0,63%Nb*:
Повећање температуре прегревања за легуру *HP40-0,63%Nb* са 950 на 1150 °C нема статистички значајан утицај на вредност напона течења након краткотрајног прегревања (30 минута). Вредности напона течења остају непромењене без обзира на температуру при прегревању на 1050 °C/120 мин, 1050 °C/480 мин, 1150 °C/120 мин и 1150 °C/480 мин. Међутим, температуре прегревања од 950 °C, 1050 °C и 1150 °C током 120 и 480 минута имају статистички значајан утицај на напон течења.

Утицај температуре прегревања на затезну чврстоћу је најизраженији. Значајне разлике су уочене при најнижој и највишој температури 950 и 1150 °C за 30, 120 и 480 минута. Док, код узорака прегрејаних на 950 и 1050 °C током 30 и 480 минута, температура није имала статистички утицај на затезну чврстоћу. Међутим, код узорака прегрејаних на 1050 и 1150 °C након 30 и 480 минута, температура је имала значајан утицај на затезну чврстоћу.

Температуре прегревања од 950 и 1050 °C након 480 минута нису статистички значајно утицале на вредности издужења. Такође, код узорака прегрејаних на 1050 и 1150 °C током 120 минута температура није утицала на резултате испитивања.

Температура прегревања није утицала на тврдоћу, осим код узорака прегрејаних на 950 °C/480 мин и 1150 °C/480 мин.

6. Микроструктура легуре *HP40-0,63%Nb* у почетном стању, састоји се од дендритне аустенитне основе и мреже примарних еутектичких карбида, који су присутни на границама зрна и између дендрита. Идентификоване су две врсте примарних карбида: светли, богати ниобијумом (M_2C_6 карбиди) и тамни, богати хромом (M_2C_6 карбиди).

7. Утицај температуре прегревања на микроструктуру легуре *HP40-0,63%Nb*:
Микроструктурном анализом *HP40-0,63%Nb* легуре након краткотрајног прегревања на температури од 950 °C утврђено је да је у микроструктури присутна велика количина секундарних карбида у аустенитној основи и у близини примарних карбида. Повећање температуре прегревања са 950 на 1150 °C условило је смањење количине секундарних карбида у структури и промену морфологије примарних карбида, који су услед повећања температуре прегревања попримили глобуларни облик. Поред тога, повећање температуре прегревања је утицало и на смањење количине примарних карбида хрома и ниобијума.

8. Утицај времена прегревања на микроструктуру легуре *HP40-0,63%Nb*:
Повећање времена прегревања је утицало на смањење количине секундарних карбида у аустенитној основи. Прегревањем легуре *HP40-0,63%Nb* на 950 °C током 480 минута постиже се највиша вредност затезне чврстоће од 575,8 МПа. Микроструктурном анализом материјала након овог прегревања утврђено је да су присутни крупнији секундарни карбиди хрома типа M_2C_6 , равномерно распоређени у аустенитној основи. Након прегревања на 1150 °C током 480 минута, у микроструктури је примећено растварање секундарних карбида у међудендритном простору као и у близини примарних карбида, уз смањење количине примарних карбида због трансформације и растварања.

9. Морфологија лома *HP40-0,63%Nb* легуре зависи од температуре и времена прегревања. При температури прегревања 1150 °C на преломној површини присутан је велики удео дуктилног лома. Квази цепање је мање у односу на 950 и 1050 °C. При већем увећању су јасно уочљиве фасете кртог лома код третмана прегревања 1150 °C/480 мин. При нижим температурама прегревања (950 и 1050 °C), зоне кртог лома су више

ограничене са јамицама, док су фасете квазицепања издуженије на нижим температурама прегревања. Процент дуктилног лома се повећава са порастом температуре прегревања која је последица уситњавања карбида.

10. Утицај времена прегревања на механичке особине легуре *HP40-1,5%Nb*:

Статистичка анализа је показала да време прегревања утиче на напон течења, затезну чврстоћу и издужење легуре *HP40-1,5%Nb*. Значајан утицај је примећен након прегревања на 950 и 1150 °C, док на 1050 °C није било статистички значајног утицаја. Прегревање у опсегу од 30-480 минута утиче на затезну чврстоћу на 950 °C, али не и на 1150 °C. Оптимално време прегревања је дуже од 120 минута на 1050 °C, док је на 950 °C оптимално време 120 минута. На 1150 °C време прегревања нема значајан утицај на испитане карактеристике.

Тврдоћа легуре *HP40-1,5%Nb* већином значајно зависи од времена прегревања. Међутим, при прегревању краћем од 120 минута на температурама од 950 и 1150 °C, време прегревања нема статистички значајан утицај на њену тврдоћу.

11. Утицај температуре прегревања на механичке особине легуре *HP40-1,5%Nb*:

Температура прегревања значајно утиче на напон течења и затезну чврстоћу легуре *HP40-1,5%Nb* током краткотрајног прегревања (30 минута), али тај утицај није присутан при дужем прегревању (480 минута). Након 120 минута прегревања, температура нема значајан утицај на напон течења и затезну чврстоћу, посебно код узорака прегреваних на 1050 и 1150 °C.

Највећи утицај температуре прегревања уочен је на вредности процентуалног издужења легуре, док код узорака прегреваних на 950 и 1050 °C током 120 минута температура нема утицаја на резултате испитивања.

Температура прегревања претежно има велики утицај на тврдоћу легуре *HP40-1,5%Nb*. Међутим код узорака прегреваних на температурама од 1050 и 1150 °C након 120 минута и 950 и 1150 °C након 480 минута, температура прегревања нема утицај на тврдоћу легуре *HP40-1,5%Nb*.

12. Микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* у почетном стању након више од 100 000 сати експлоатације састоји се од аустенитне основе са фино распоређеним секундарним карбидима у интердендритном простору. Карбиди се јављају у два облика: светли, који су континуални и плочасти, и тамни, који се налазе на интрадендритским локацијама. У поређењу са микроструктуром легуре *HP40-0,63%Nb*, дошло је до преласка карбида из скелетног облика у кратке ланце, што је резултат веће термичке стабилности ниобијумом богатих карбида у односу на секундарне хромове карбиде. Такође, у површинским слојевима цеви присутна су оштећена настала током експлоатације у виду образовања оксидног слоја, наугљеничења, образовање кокса, као и микрошупљина и микропрелина.

13. Утицај температуре прегревања на микроструктуру легуре *HP40-1,5%Nb*:

Прегревање на 950 °C задржава скелетну морфологију карбида, уз присуство значајне количине секундарних карбида. Карбиди богати ниобијумом и хромом доминирају у примарним облицима, без значајног растварања секундарних карбида, али са смањеном прерасподелом. На 1050 °C интергрануларни карбиди постају глобуларни, количина секундарних карбида се смањује, а хромови карбиди се трансформишу у $M_{23}C_6$ фазу, побољшавајући хомогеност микроструктуре. Прегревање на 1150 °C доводи до потпуног растварања секундарних карбида, коагулације примарних хромових карбида и уситњавања ниобијумових. Високе температуре узрокују агломерацију примарних карбида и осиромашење аустенитне основе хромом, што смањује механичку чврстоћу.

14. Утицај времена прегревања на микроструктуру легуре *HP40-1,5%Nb*:

Након прегревања у трајању од 30 мин на 950 °С микроструктура се састоји од аустенитне дендритне основе и мреже интергрануларних карбида, укључујући примарне карбиде богате ниобијумом и хромом, као и од велике количине секундарних карбида. Прегревање на 1050 °С доводи до формирања крупнијих интергрануларних карбида глобуларног облика, уз мању количину финих секундарних карбида. На 1150 °С микроструктура је слична, али са готово потпуним одсуством секундарних карбида.

Након прегревања 120 минута, микроструктура легуре *HP40-1,5%Nb* показује различите промене у зависности од температуре. На 950 °С примарни карбиди задржавају скелетну морфологију, а секундарни карбиди остају присутни у аустенитној основи. На 1050 °С количина секундарних карбида се значајно смањује, док се примарни хромови карбиди трансформишу у стабилнију $M_{23}C_6$ фазу. Прегревање на 1150 °С доводи до потпуног растварања секундарних карбида и уситњавања ниобијумом богатих карбида.

Продужено прегревање од 480 минута узрокује растварање секундарних карбида и промену морфологије примарних, што може утицати на механичке особине материјала. На 950 °С интергрануларни карбиди остају у скелетном облику, док се количина секундарних карбида смањује. На 1050 °С формирају се плочасти хромови и ситни ниобијумови карбиди дуж граница дендрита. Прегревање на 1150 °С доводи до потпуног растварања секундарних и делимичног растварања примарних карбида.

15. Морфологија лома легуре *HP40-1,5%Nb*:

Лом легуре *HP40-1,5%Nb* у почетном стању је мешовит, али доминира транскристални крти лом. Временом се јављају микропрелине, што указује на деградацију материјала. Прегревање на 950 °С за 120 минута не утиче значајно на морфологију лома. Транскристални крти лом и даље доминира, уз присуство дуктилних зона. Продужено прегревање (480 мин) повећава кртост, смањује дуктилност и доводи до формирања микропрелина због пузања.

На 1050 °С формира се мрежа карбида дуж граница зрна, што повећава тврдоћу и кртост. Дуже излагање (480 мин) додатно редукује дуктилне зоне, а *SEM-BSE* анализа открива велике и дубоке микропрелине.

На 1150 °С транскристални крти лом је доминантан, а дуктилне зоне су минималне. Продужено прегревање још више повећава кртост услед коагулације примарних и растварања секундарних карбида.

16. Утицај краткотрајног прегревања на експлоатационе карактеристике:

Цеви произведене од новог материјала, односно легуре *HP40-0,63%Nb* могу се користити након краткотрајног прегревања.

Повољни услови прегревања цеви од новог материјала су температура прегревања 950 °С и време од 120 минута, а још повољније за материјал је краткотрајно прегревање на 1050 °С. Висока температура прегревања 1150 °С представља неповољан услов и узрокује знатну деградацију материјала, укључујући потпуно растварање секундарних карбида хрома и уситњавање карбида ниобијума. Испрекидана мрежа примарних карбида је присутна, што доводи до повећане кртости и смањене отпорности на пузање. Цеви из експлоатације од легуре *HP40 1,5%Nb*, такође могу да поднесу краткотрајна прегревања унутар температурног опсега 950-1050 °С. Овај температурни опсег омогућава трансформацију карбида хрома и усмеравање границе зрна, што побољшава отпорност на пузање и механичка својства. У овом опсегу, краткотрајно прегревање од 120 минута је најповољније.

Критични услови се јављају када температура прегревања прелази 1050°C или на осталим температурама (950-1050 °C) када траје дуже од 120 минута, што узрокује растварање ниобијумових карбида, повећану кртост и краћи радни век цеви. Микропрелине и микропоре се у наведеним условима формирају брже, што знатно смањује отпорност на пузање и чини цеви непогодним за употребу на високим температурама.

LITERATURA

- [1] Gong, J.M.; Tu, S.T.; Yoon, K.B. Damage assessment and maintenance strategy of hydrogen reformer furnace tubes. *Engineering Failure Analysis* 1999, 6(3), 143-153, doi:10.1016/S1350-6307(98)00042-9.
- [2] Gommans, R.J. Life assessment and inspection techniques in reformer furnaces. In: *The 6th Schmidt + Clemens Group Symposium*, Bali, Indonesia, August 2002.
- [3] Dao, V.H.; Song, J.S.; Kim, J.Y.; Yoon, K.B. Creep deformation characteristics of microalloyed HP40Nb steel at 950°C. *Journal of Mechanical Science and Technology* 2019, 33(10), 4813-4821, doi:10.1007/s12206-019-0922-9.
- [4] Plavšić, M. *Istraživanje uzroka nastajanja i širenja prslina na stjenki austenitnih hromnikl cijevi katalizatora parne reforming peći* magistarski rad, Mašinski fakultet, Banja Luka, 2009.
- [5] Da Silveira-Lain, L.; Le May, T. Reformer Furnaces: (materials, damage mechanisms, and assessment). *The Arabian Journal for Science and Engineering* 2006, 31(2C), 99-119, ISSN: 2191-4281.
- [6] Rodríguez, J.; Haro, S.; Velasco, A.; Colaço, R. A metallographic study of aging in a cast heat-resisting alloy. *Materials Characterization* 2000, 45, 25-32, doi:10.1016/S1044-5803(00)00047-4.
- [7] API Standard 530 Calculation of Heater-Tube Thickness in Petroleum Refineries 2015.
- [8] Yu, Y.M.; Dao, V.H.; Lok, V.; Le, T.G.; Yoon, K.B. Asymptotic creep deformation behaviour of modified HP steel after long-term service 2020, 34(5), 1997-2009, doi:10.1007/s12206-020-0421-z.
- [9] Kucora, I.; Radovanovic, Lj. Pyrolysis furnace tube damaging and inspection, In: *The 3th International Conference Industrial Engineering and Environmental Protection*, 162-169, Oktober, 2013, Zrenjanin, ISBN 978-86-7672-208-2.
- [10] Karimi, H.; Farag, B.O.H.; McAuley, K.B. Modelling coke formation in an industrial ethane-cracking furnace for ethylene production. *The Canadian Journal of Chemical Engineering* 2014, 1-14, doi:10.1002/cjce.23619.
- [11] Filetin, T.; Kovačiček, F.; Lisjak, D. Analiza mikrostrukturnih promjena u materijalu cijevi peći za pirolizu, *Tehnički vijesnik* 1997, 4(1,2), 13-17 ISSN: 1330-3651.
- [12] Knowles, D.M.; Thomas, C.W.; Keen, D.J.; Chen Q.Z. In service embrittlement of cast 20Cr32Ni1Nb components used in steam reformer applications. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 2004; 81, 499-506. doi:10.1016/j.ijpvp.2003.12.025.
- [13] NaghiKhami M.; Jahromi Jenabali S.A. Creep life assessment of primary reformer HP40-Nb modified steel tube of an ammonia plant. *International Journal of Engineering, Transactions B Application* 2004, 17(2), 2004, 183-190, ISSN:1728144X.
- [14] Haidemenopoulos, G.N.; Zervaki, A.D.; Kamoutsi, H.; Kyriaki, P. Creep Rupture in HP-Nb refractory steel tubes due to short-term overheating. *European Journal of Materials* 2021, 1(1), 1-22, doi:10.1080/26889277.2021.1994841.
- [15] Bonaccorsi, L.; Guglielmino, E.; Pino, R.; Servetto, C.; Sili, A. Damage analysis in Fe-Cr-Ni centrifugally cast alloy tubes for reforming furnaces. *Engineering Failure Analysis* 2014, 36, 65-74, doi:10.1016/j.engfailanal.2013.09.020.

- [16] Perez, I.U.; Junior, L.N.; De Oliveira Bueno, L.; De Almeida, L.H.; Da Silveira, T.F. Short duration overheating in a steam reformer: consequences to the catalyst tubes. *Journal of Failure Analysis and Prevention* 2013, *13*, 779-786, doi:10.1007/s11668-013-%209751-9.
- [17] Wang, W.Z.; Xuan, F.Z.; Wang, Z.D.; Wang, B.; Liu, C.J. Effect of overheating temperature on the microstructure and creep behavior of HP40Nb alloy. *Materials and Design* 2011, *32*, 4010–4016, doi:10.1016/j.matdes.2011.03.008.
- [18] Pourmohammad, H.; Bahrami, A.; Eslami, A.; Taghipour, M. Failure investigation on a radiant tube in an ethylene cracking unit. *Engineering Failure Analysis* 2019, *104*, 216-226, doi:10.1016/j.engfailanal.2019.05.042.
- [19] Nascimento, M.L.C.; da Cruz Gallo, F.; dos Santos Queiroz, F.; Campolina Mendes, M.; Eckstein, C.B.; Nogueira J.; Le May, O.; Pereira, G.R.; de Almeida, L.H. Effect of short-time overheating in the morphology of primary carbides network in Nb and NbTi modified HP stainless steels steam reforming tubes. *Journal of materials research and technology* 2023; *22* 382-392, doi:10.1080/26889277.2021.1994841.
- [20] Tse, M.C.H.; Livera, E.R.; Christofidou, K.A. Metallurgical developments in steam-methane reformer tube alloys. *Materials Science and Technology* 2024, doi: 10.1177/026708.
- [21] Bullock, E.; Brunetaud, R.; Condé, J. *Research and development of high temperature materials for industry*. Essex: Springer Science & Business Media, 1989.
- [22] Wen-Tai, H.; Honeycombe R.W.K. Structure of centrifugally cast austenitic stainless steels: part I HK 40 as cast and after creep between 750 and 1000°C. *Materials Science Technology* 1985; *1*, 385–389, doi:10.1179/mst.1985.1.5.385.
- [23] Murkin, C.; Brightling, J. Eighty years of steam reforming. *Johnson Matthey Technology Review* 2016; *60*, 263–269, doi:10.1595/205651316X692923.
- [24] Estruch, B.; Lyth, C. High temperature alloys for use in reformer furnaces. *Materials Technology in Steam Reforming Processes* 1966, 29-60, doi:10.1016/B978-0-08-011323-4.50007-7.
- [25] Martin, J.W. *Precipitation hardening: Theory and applications*. Saint Louis, United Kingdom: Elsevier Science & Technology, 1998.
- [26] Tillack, D.J.; Guthrie J.E. *Wrought and cast heat-resistant stainless steels and nickel alloys for the refining and petrochemical industries*. Nickel Institute, 1995.
- [27] Kawai, T.; Takemura, K.; Shimbasaki, T. Creep-rupture properties of HK40 spun cast tubes. *Plant/Operations Progress* 1982; *1*(3), 181–186, doi:10.1002/prsb.720010312.
- [28] Liao, L.; Zhao, Z., Xu, F. Influence of N on precipitation behavior and transformation kinetics of super austenitic stainless steels after isothermal ageing at 900 °C. *Journal of Materials Research and Technology* 2022; *19*, 3670–3684, doi: 10.1016/j.jmrt.2022.06.111.
- [29] Zaghoul, M.B.; Shinoda, T.; Tanaka, R. On the strengthening of the centrifugally cast Hk40 tube. *Metallurgical Engineering*, *152*, 265–274.
- [30] Garbiak, M.; Jasiński, W.; Piekarski, B. Materials for reformer furnace tubes: History of evolution. *Archives of Foundry Engineering* 2011; *11*, 47–52.
- [31] Wang, M.; Chiu, Y.; Flahaut, D. Secondary phase area fraction determination using SEM-EDS quantitative mapping. *Material Characteristics* 2020, *1167*, 110506.

- [32] Schmidt + Clemens GmbH + Co. KG. Centralloy G 4852 Micro R Material Data Sheet. Lindlar, 2009.
- [33] Manoir Industries. Manaurite XMR material data sheet. Pîtres: Manoir Petrochem and Nucelar Business Unit, 2009.
- [34] Kubota Metal Corporation. KHR35CT Alloy Data Sheet. 1996.
- [35] Deuis, R.L.; Brown, A.M.; Petrone, S. Hot erosion wear and carburization in petrochemical furnaces. *Materials and Corrosion* 2006; *57*, 135–146, doi:10.1002/maco.200503900.
- [36] Buchanan, K.G.; Kral, M.V. Crystallography and morphology of niobium carbide in as-cast HP-niobium reformer tubes. *Metallurgical and Materials Transactions A* 2012, *43*, 1760–1769, doi:10.1007/s11661-011-1025-0.
- [37] Chou, T.C.; Huang, W.; Paciej, R. Stress corrosion cracking of pyrotherm reformer tube for steam-reforming hydrogen production. *Journal of Materials Science* 1997, *32*, 67–72, doi:10.1023/A:1018562813044.
- [38] Wahab, A.A.; Hutchinson, C.R.; Kral, M.V. A three dimensional characterization of creep void formation in hydrogen reformer tubes. *Scripta Materialia* 2006; *55*, 69–73, doi:10.1016/j.scriptamat.2006.02.045.
- [39] Swaminathan, J.; Guguloth, K.; Gunjan, M.L. Failure analysis and remaining life assessment of service exposed primary reformer heater tubes. *Engineering Failure Analysis* 2008; *15*, 311–331, doi: 10.1016/j.engfailanal.2007.02.004.
- [40] Faudzi, B.M. *Microstructure characterization of as-cast, creep-tested and ex-service steam-methane reformer tube*. Dissertation, 2009.
- [41] Alvino, A.; Lega, D.; Giacobbe, F. Damage characterization in two reformer heater tubes after nearly 10 years of service at different operative and maintenance conditions. *Engineering Failure Analysis* 2010, *17*, 1526–1541, doi: 10.1016/j.engfailanal.2010.06.003.
- [42] Ray, A.K.; Kumar, S.; Krishna, G. Microstructural studies and remnant life assessment of eleven years service exposed reformer tube. *Materials Science and Engineering A* 2011, *529*, 102–112, doi: 10.1016/j.msea.2011.09.003.
- [43] Rampat, K.; Maharaj, C. Creep embrittlement in aged HP-Mod alloy reformer tubes. *Engineering Failure Analysis* 2019, *100*, 147–165, doi: 10.1016/j.engfailanal.2019.02.022.
- [44] Bastian, M.; Sugiharto, E.; Ardy, H. The effect of service time on carbide volume fraction and hardness of catalyst tube materials. In proceedings of the Conference Series Materials Science and Engineering 2019, *547*(1), doi: 10.1088/1757-899X/547/1/012041.
- [45] Abbasi, M.; Park, I.; Ro, Y. G-phase formation in twenty-years aged heat-resistant cast austenitic steel reformer tube. *Materials Characterization* 2019, *148*, 297–306, doi: 10.1016/j.matchar.2019.01.003.
- [46] Labanowski, J.; Jurkowski, M.; Landowski, M. Effect of long term service at elevated temperatures on mechanical properties of manaurite XM reformer tubes. *Advantage Materials Science* 2016, *16*, 38–44, doi: 10.1515/adms-2016-0021.
- [47] Schillmoller, C. *HP-Modified furnace tubes for steam reformers and steam crackers*. Nickel Institute, 1991.

- [48] Kucora, I.; Adamović, T.; Radovanović, Lj. Otkazi cevi etilenskih peći, *Energetske tehnologije* 2013, 10(1), 47-53, ISSN 1451- 9070.
- [49] Parks, S.B.; Schillmoller, C.M. Use alloys to improve ethylene production. *Hydrocarbon Process* 1996, 3, 53-60.
- [50] Swaminathan, J.; Prasad, P.; Gunjan, M.K. Mechanical strength and microstructural observations for remaining life assessment of service exposed 24Ni-24Cr-1.5Nb cast austenitic steel reformer tubes. *Engineering and Failure Analysis* 2008, 15, 723-735, doi:10.1016/j.engfailanal.2007.06.009.
- [51] Konosu, S.; Koshimizu, T.; Lijima, T.; Maeda, K. Evaluation of Creep-Fatigue Damage Interaction in HK40 Alloy. *Journal of Mechanical Design* 1993, 115(1), 41-46, doi: 10.1115/1.2919322.
- [52] Nam, S.W. Assessment of damage and life prediction of austenitic stainless steel under high temperature creep-fatigue interaction condition. *Materials Science and Engineering A* 2002, 322, 64-72, doi: 10.1016/S0921-5093(01)01118-2.
- [53] Ray, A.K.; Sinha, S.K.; Tiwari, Y.N.; Swaminathan, J.; Chaudhuri, G.D.S.; Sing, R. Analysis of failed reformer tubes. *Engineering Failure Analysis* 2003, 10(3), 351-362, doi: 10.1016/S1350-6307(02)00029-8.
- [54] Shariat, M.H.; Faraji, A.H.; Riahy, A.A.; Alipour, M.M. In: advanced creep failure of HP modified reformer tubes in an ammonia plant. *Journal of Corrosion Science and Engineering* 2003, 6.
- [55] Ul-Hamid, A.; Tawancy, H.M.; Mohamed, A.I.; Abbas, N.M. Failure analysis of furnace radiant tubes exposed to excessive temperature. *Engineering Failure Analysis* 2006, 13, 1005-1021, doi: 10.1016/j.engfailanal.2005.04.003.
- [56] Yoon, K.B.; Jeon, D.G. Oxidation failure of radiant heater tubes. *Engineering Failure Analysis* 1999, 6, 101-112, doi:10.1016/S1350-6307(98)00033-8.
- [57] Ghatak, A.; Robi, P.S. Effect of Microstructure with Hardness on Heat Treatment of HP40Nb Microalloyed Reformer Tube. In the proceeding: Design and Research Conference (AIMTDR 2014), IIT Guwahati, Assam, India.
- [58] Ghatak, A.; Robi, P.S. Prediction of creep curve of HP40Nb steel using artificial neural network. *Neural Computer & Applications* 2018, 30, 2953-2964, doi: 10.1007/s00521-017-2851-9.
- [59] Konosu, S.; Koshimizu, T.; Lijima, T.; Maeda, K. Evaluation of creep-fatigue damage interaction in HK 40 alloy. *Journal of Mechanical Design* 1993, 115, 41-46, doi: 10.1115/1.2919322.
- [60] Shipley, D.G. Creep damage in reformer tubes. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 1983, 14, 21-34, doi: 10.1016/0308-0161(83)90020-0.
- [61] Bakić, G. *Osnovni mehanizmi oštećenja mašinskih konstrukcija*, Mašinski fakultet, Univerzitet u Beogradu, 2021.
- [62] Uribe, I.; Bueno, L.; Laudermio, J. Short duration overheating in a steam reformer: Consequences to the catalytist tubes. *Journal do Failure Analysis and Prevention* 2013, 13(6), 779-786, doi: 10.1007/s11668-013-9751-9.

- [63] Ray, A.K.; Roy, N.; Raj, A.; Roy, B.N. Structural integrity of service exposed primary reformer tube in a petrochemical industry. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 2016, *137*, 46-57, doi: 10.1016/j.ijpvp.2005.10.003.
- [64] Karaka, S. Analysis of a Heat Exchanger Coil Tube in a Petrochemical Reactor After Fire High Temperature. *Materials and Processes* 2010, *29*(4), doi: 10.1515/HTMP.2010.29.4.233.
- [65] Guo, J.; Cao, T.; Cheng, C.; Mengb, X.; Zhao, J. Effect of carburization (pyrolysis furnace tube main failure factor) on the microstructure and properties of HPNb alloy tube. *Engineering Failure Analysis* 2020, *115*, doi: 10.1016/j.engfailanal.2020.104610.
- [66] Perez-Badillo, E.; Sigala-Garcia, D.A.; Rivas-Lopez, D.; Dorantes-Rosales, H.J.; Gonzalez-Velazquez, J.L.; Saucedo-Muñoz, M.L.; Lopez-Hirata, V.M. Failure Analysis of HP40 Steel Tubes utilized in Steam Reformer Units of Petroleum Refinery Plants. *Materials Research* 2020; *23*(3), e20190698, doi: 10.1590/1980-5373-MR-2019-0698.
- [67] Parzych, S. Results of Non-Destructive and Destructive Tests of Welded Joints Made of Heat-Resistant Cast Steel GX40NiCrSiNb35-25 in Welding Procedure Qualification, 2017.
- [68] Ghatak, A.; Robi, P.S. A comparative study of constitutive equations for the creep deformation of HP40-Nb microalloyed steel. *Materials Science & Engineering A* 2015, *648*, 418–427, doi: 10.1016/j.msea.2015.09.087.
- [69] Song, R.; Wu, S. Microstructure evolution and residual life assessment of service exposed Cr35Ni45 radiant tube alloy. *Engineering Failure Analysis* 2018, *88*, 63-72, doi: 10.1016/j.engfailanal.2018.01.002.
- [70] Finnie, I. Some reflections on the past and future of erosion, *Wear* 1995, *186-187*, pp. 1-10.
- [71] Adnyana, D.N. Cavitation-erosion study in elbow tubes of a low pressure evaporator outlet header. *Journal Material Metallurgy* 2020, *35*(1), 33-42, E-ISSN 2443-3926/ 33-42.
- [72] Yushandiana, F.; Setiana, H.; Pujiyulianto, E. Case Study: The Failure Analysis of Pipe ASTM A351 HK 40 in Reaction Plant Unit, *Journal of Failure Analysis and Prevention* 2020, *20*(2), doi: 10.1007/s11668-020-00885-y.
- [73] Rezaei, M.; Mahidashti, Z.; Eftekhari, S.; Abdi, E. A corrosion failure analysis of heat exchanger tubes operating in petrochemical refinery. *Engineering Failure Analysis* 2021, *119*, 105011, doi: 10.1016/j.engfailanal.2020.105011.
- [74] Hattori, S.; Mori, H.; Okada, T. Quantitative Evaluation of Cavitation Erosion. *Journal of Fluids Engineering* 1998, *120*(1), 179 – 185. doi: 10.1115/1.2819644.
- [75] Hattori, S.; Nakao, E. Cavitation Erosion Mechanisms and Quantitative Evaluation Based on Erosion Particles. *Wear* 2002, *249*(10-11), 839 – 845, doi: 10.1016/S0043-1648(00)00308-2.
- [76] Steller, J. Cavitation Damage as a Result of Polyfractional Erosion Process. *Wear* 2020, *456 – 457*, 1 – 33. doi: 10.1016/j.wear.2020.203369.
- [77] Dojčinović, M.; Erić, O.; Rajnović, D.; Sidjanin, L.; Baloš, S. Effect of Austempering Temperature on Cavitation Behaviour of Unalloyed ADI Material. *Materials Characterization* 2013, *82* (66), 66–72, doi: 10.1016/j.matchar.2013.05.005.

- [78] Liu, W.; Zheng, Y.G.; Yao, Z.M.; WU, X.Q.; Ke, W. Cavitation Erosion of 20SiMn and 0Cr13Ni5Mo Steels Distilled Water with and without Sand. *Acta Metallurgica Sinica* 2001, 37(2), 197–201, doi: 10.3321/j.issn:0412-1961.2001.02.018.
- [79] Heathcock, C.J.; Protheroe, B.E.; Ball, A. Cavitation Erosion of Stainless Steels. *Wear* 1982, 81(2), 311–327, doi: 10.1016/0043-1648(82)90278-2.
- [80] Cheng, F.T.; Shi, P.; Man, H.C. Correlation of Cavitation Erosion Resistance with Indentation Derived Properties for a NiTi Alloy *Scripta Materialia* 2001, 45, 1083 – 1089. doi: 10.1016/S1359-6462(01)01143-5.
- [81] Fu, W.T.; Yang, Y.B.; Jing, T.F.; Zheng, Y.Z.; Yao, M. The Resistance to Cavitation Erosion of CrMnN Stainless Steels *Journal of Materials Engineering and Performance* 1998, 7, 801 – 804, doi: 10.1361/105994998770347396.
- [82] Wujun, Y.; Di, F.; Beijing, L.; Heli, C. Effect of Metallurgical Factors on the Resistance of Cavitation Erosion of Ni₃Al Based Alloys *Acta Metallurgica Sinica* 1998, 34 (11), 1163–166.
- [83] Park, M.C.; Kim, K.N.; Shin, G.S.; Yun, J.Y.; Shin, M.H.; Kim, S.J. Effects of Ni and Mn on the Cavitation Erosion Resistance of Fe-Cr-C-Ni/Mn Austenitic Alloys. *Tribology Letters* 2013, 52, 477–484, doi: 10.1007/s11249-013-0231-x.
- [84] Cuppari, M.G.; Di, V.; Souza, R.M.; Sinatora, A. Effect of Hard Second Phase on Cavitation Erosion of Fe-Cr-Ni-C Alloys. *Wear* 2005, 258(1–4), 596–603, doi: 10.1016/j.wear.2004.09.019.
- [85] Timotijević, M.; Erić Cekić, O.; Janjatović, P.; Dojčinović, M.; Rajnović, D. Cavitation damage morphology of the centrifugally cast heat-resistant alloy-HP40 Nb. *Materials science* 2024, 30(4), 568-575, doi: 10.5755/j02.ms.37307.
- [86] Larson, F.R.; Miller, J. Time-Temperature Relationship for Rupture and Creep Stresses. *Transactions of ASME* 1952, 74, 765-771, doi: 10.1115/1.4015909.
- [87] Jakobi, D.; Gommans, R. 15 - Typical failures in pyrolysis coils for ethylene cracking. *Corrosion by Carbon and Nitrogen* 2007, 259-270, doi: 10.1533/9781845693350.259.
- [88] Da Silveira, R.M.S.; Arenas, M.P.; Pacheco, C.J.; da Cunha Rocha, A.; Eckstein, C.B.; Bruno, A.C.; Pereira, G.R.; de Almeida, L.H. Characterization of the oxide scale formed on external surface of HP reformer tubes. *Journal of Materials Research and Technology* 2018, 7(4), 578–583, doi: 10.1016/j.jmrt.2018.08.001.
- [89] Arenas, M.P.; Silveira, R.M.; Pacheco, C.J.; Bruno, A.C.; Araujo, J.F.D.F.; Eckstein, C.B.; Nogueira, L.; de Almeida, L.H.; Rebello, J.M.A.; Pereira, G.R. Magnetic evaluation of the external surface in cast heat-resistant steel tubes with different aging states. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 2018, 456, 346–352, doi: 10.1016/j.jmmm.2018.02.051.
- [90] Kasai, N.; Ogawa, S.; Oikawa, T.; Sekine, K. Detection of carburization in ethylene pyrolysis furnace tubes by a C core probe with magnetization. *Journal of Nondestructive Evaluation* 2010, 29(3), 175-180, doi: 10.1007/s10921-010-0075-3.
- [91] Voicu, R.; Andrieu, E.; Poquillon, D.; Furtado, J.; Lacaze, J. Microstructure evolution of HP40-Nb alloys during aging under air at 1000°C. *Materials Characterization* 2009, 60, 1020–1027, doi: 10.1016/j.matchar.2009.04.007.

- [92] Xu, N.; Monceau, D.; Young, D.; Furtado, J. High temperature corrosion of cast heat resisting steels in Co + CO₂ gas mixtures. *Corrosion Science* 2008, *50*, 2398–2406, doi: 10.1016/j.corsci.2008.06.001.
- [93] McLeod, A.C.; Bishop, C.M.; Stevens, K.J.; Kral, M.V. Microstructure and Carburization Detection in HP Alloy Pyrolysis Tubes. *Metallography and Microstructure Analysis* 2015, *4*, 273–285, doi: 10.1007/s13632-015-0210-8.
- [94] Naoya, K. Development of eddy current inspection technique with surface magnetization to evaluate the carburization thickness of ethylene pyrolysis furnace tubes. *Journal of Nondestructive Evaluation* 2012, *31*(4), doi: 10.1007/s10921-012-0146-8.
- [95] Lian, X.M.; Chen, X.D.; Ye, J.; Sun, J.F. Carburization Analysis of Ethylene Pyrolysis Furnace Tubes after Service. *Procedia Engineering* 2015, *130*, 685–692, doi: 10.1016/proeng.2015.12.298.
- [96] Stevens, K.J.; Tack, A.J.; Thomas, C.W.; Stewart, D. Through-wall carburization detection in ethylene pyrolysis tubes. *Journal of Physics D: Applied Physics* 2001, *34*, 814–822, doi: 10.1088/0022-3727/34/5/320.
- [97] Kondrat'eva, Y.S.; Anastasiadi, G.P.; Ptashnik, A.V.; Petrov, S.N. Evolution of the microstructure and phase composition of a subsurface of cast HP-type alloy during a long-term high-temperature aging. *Materials Characterization* 2019, *150*, 166–173, doi: 10.1016/j.matchar.2019.02.020.
- [98] Zare, A.; Hoboubi, N.; Farahbakhsh, S.; Jahangiri, M. Applying analytic hierarchy process and failure likelihood index method (AHP-FLIM) to assess human reliability in critical and sensitive jobs of a petrochemical industry. *Heliyon* 2022, *8*, e09509, doi: 10.1016/j.heliyon.2022.e09509.
- [99] Sheikhalishahi, M.; Pintelon, L.; Azadeh, A. An integrated approach for maintenance planning by considering human factors: Application to a petrochemical plant. *Process Safety and Environment Protection* 2017, 1–36, doi: 10.1016/j.psep.2017.04.016.
- [100] Kirchheiner, R.; Woelpert, P. Niobium in centrifugally cast tubes for petrochemical applications. in *Niobium, Science and Technology: Proceedings of the International Symposium Niobium*. Orlando: Minerals, Metals and Materials Society, 2001.
- [101] Caballero, F.G.; Imizcoz, P.; Lopez, V.; Alvarez, L.F.; De Andrés, C.G. Use of titanium and zirconium in centrifugally cast heat resistant steel. *Materials Science & Technology* 2007, *23*(5): 528–534, doi: 10.1179/174328407X168766.
- [102] Zaghoul, M.B.; Shinoda, T.; Tanaka, R. Relation between structure and creep rupture strength of centrifugally cast HK40 steel. *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, 1977, *17*(1), 28–36, doi: 10.2355/isijinternational1966.17.28.
- [103] Kondrat'ev, Y.S.; Anastasiadi, G.P.; Ptashnik, A.V.; Petrov, S.N. The mechanisms of scale and subsurface diffusion zone formation of heat-resistant HP40NbTi alloy at long-term high-temperature exposure. *Materialia* 2019, *7*, 100427, doi: 10.1016/j.mtla.2019.100427.
- [104] de Almeida, L.H.; Ribeiro, A.F.; Le May, I. Microstructural characterization of modified 25Cr-35Ni centrifugally cast steel furnace tubes. *Materials Characterization* 2003, *49*(3), 219–229, doi: 10.1016/S1044-5803(03)00013-5.
- [105] Rudskoi, A.I.; Anastasiadi, G.P.; Kondrat'ev, S.Y.; Oryshchenko, A.S.; Fuks, M.D. Effect of electron factor (number of electron holes) on kinetics of nucleation, growth, and dissolution

of phases during long-term high-temperature holdings of 0.45C-26Cr-33Ni-2Si-2Nb superalloy. *The Physics of Metals and Metallography* 2014, 115(1), 1–11, doi: 10.1134/S0031918X13100104.

[106] Monobe, L.S.; Schön, C.G. Microstructural and fractographic investigation of a centrifugally cast 20Cr32Ni + Nb alloy tube in the 'as cast' and aged states. *Journal of Materials Research and Technology* 2013, 2(2), 195–201, doi: 10.1016/j.mrt.2013.02.006.

[107] Kenik, E.A.; Maziasz, P.J.; Swindeman, R.W.; Cervenka, J.; May, D. Structure and phase stability in cast modified-HP austenite after long-term ageing. *Scripta Materialia* 2003, 49(2), 117–122, doi: 10.1016/S1359-6462(03)00238-0.

[108] Rudskoy, A.I.; Oryshchenko, A.S.; Kondrat'ev, S.Y.; Anastasiadi, G.P.; Fuks, M.D. Mechanisms and kinetics of phase transformations in refractory alloy 45Kh26N33S2B2 in long-term high-temperature holds. *Metal Science and Heat Treatment* 2014, 56(1–2), 3–8, doi: 10.1007/s11041-014-9692-2.

[109] Buchanan, K.G.; Kral, M.V.; Bishop, C.M. Crystallography and morphology of MC carbides in niobium-titanium modified as-cast HP alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A* 2014, 45, 3373–3385, doi:10.1007/s11661-014-2285-2.

[110] Nunes, F.C.; de Almeida, L.H.; Dille, J.; Deldlancke, J.L.; Le May, I. Microstructural changes caused by yttrium addition to NbTi-modified centrifugally cast HP-type stainless steels. *Materials Characterization* 2007, 58, 132–142, doi: 10.1016/j.matchar.2006.04.007.

[111] G. D. Barbabela, L. H. de Almeida, T. L. da Silveira et I. Le May : Role of Nb in modifying the microstructure of heat-resistant cast HP steel. *Materials Characterization*, 26(3):193–197, 1991.

[112] de Almeida Soares, G.D.; de Almeida, L.H.; da Silveira T.L.; May, L. Niobium additions in HP heat-resistant cast stainless steels. *Materials Characterization* 1992, 29(3), 387–396, doi: 10.1016/1044-5803(92)90045-J.

[113] Ibañez, R.A.P.; de Almeida Soares, G.D.; de Almeida, L.H.; May L. Effects of Si content on the microstructure of modified-HP austenitic steels. *Materials Characterization* 1993, 30(4), 243–249, doi: 10.1016/1044-5803(93)90071-3.

[114] Laigo, J.; Christien, E.; Le Gall, R.; Tancret, F.; Furtado, J. SEM, EDS, EPMA-WDS and EBSD characterization of carbides in HP type heat resistant alloys. *Materials Characterization* 2008, 59(11), 1580–1586, doi: 10.1016/j.matchar.2008.02.001.

[115] Chen, Q.; Thomas, C.; Knowles, D. Characterisation of 20Cr32Ni1Nb alloys in as-cast and Ex-Service conditions by SEM, TEM and EDX. *Materials Science and Engineering: A* 2004, 374(1-2), 398–408, doi: 10.1016/j.msea.2004.03.038.

[116] Wang, F.; Northwood, D.O. The effect of carbon content on the microstructure of an experimental heat-resistant steel. *Materials Characterization* 1993, 31, 3–10, doi: 10.1016/1044-5803(93)90039-X.

[117] Muralidharan, G.; Hans, N.D.; Liu, K.C.; Hemrick, J.G.; Santella, L.; Maziasz, P.J.; Sikka, V.K. Pankiw, R.I. Effect of precipitation on creep properties of certain cast Hseries austenitic stainless steels. *Materials Science and Technology* 2004, 1, 651–661.

[118] Ibanez, R.A.P.; De Almeida Soares, G.D. Effect of Si content on the microstructure of modified HP austenitic steels. *Materials Characterization* 1993, 30, 243–249, doi: 10.1016/1044-5803(93)90071-3.

- [119] Ghatak, A.; Robi, P.S. Effect of temperature on the microstructure and hardness of service exposed 25-Cr35NiNb reformer tubes. *Transactions of the Indian Institute of Metals* 2015, 69, 823–827, doi: 10.1007/s12666-015-0552-6.
- [120] Guguloth, K.; Swaminathan, J.; Bagui, S. Remnant life assessment and microstructural studies on service exposed primary reformer tubes of a catalytic converter of an ammonia plant. *High materials and Processes* 2012, 31(6), 759–767, doi: 10.1515/hmp-2012-0016.
- [121] Kondrat'ev, S.Y.; Sviatysheva, E.V.; Anastasiadi, G.P. Fragmented structure of niobium carbide particles in as-cast modified HP alloys. *Acta Materialia* 2017, 127, 267–276, doi: 10.1016/j.actamat.2017.01.043.
- [122] Shi, S.; Lippold, J. Microstructure evolution during service exposure of two cast, heat-resisting stainless steels — HP–Nb modified and 20–32Nb. *Materials Characterization* 2008, 59(8), 1029–1040, doi: 10.1016/j.matchar.2007.08.029.
- [123] Barbabela, G.D.; de Almeida, L.H.; da Silveira, T.L.; May, L. Phase characterization in two centrifugally cast HK stainless steel tubes. *Materials Characterization* 1991, 26(1), 1–7, doi: 10.1016/1044-5803(91)90002-L.
- [124] Nunes, F.; Dille, J.; Delplancke, J.L.; de Almeida, L. Yttrium addition to heat-resistant cast stainless steel. *Scripta Materialia* 2006, 54(9), 1553–1556, doi: 10.1016/j.scriptamat.2006.01.024.
- [125] Sullivan, C.P.; Donachie, M.J. Some effects of microstructure on the mechanical properties of nickel-base superalloys. *National Metal CONgres* 1966, 1-29.
- [126] Maminska, K. *Optimisation microstructurale d'un acier HP pour des applications à haute température*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2013.
- [127] Voicu, R.; Lacaze, J.; Andrieu, E.; Poquillon, D.; Furtado, J. Creep and tensile behaviour of austenitic Fe–Cr–Ni stainless steels. *Materials Science and Engineering: A* 2009, 510-511, 185–189, doi: 10.1016/j.msea.2008.04.098.
- [128] O. Joos, R. Molins, J. Furtado et S. Wastiaux : The Effect of Temperature on the Microstructural Stability of An HP40 Alloy. NACE International, 2007.
- [129] Xie, J.Y.; Chen, N.X.; Teng, L.D. Atomistic study on the site preference and thermodynamic properties for Cr_{23-x}Fe_xC₆. *Acta Materialia* 2005, 53, 5305–5312, doi: 10.1016/j.actamat.2005.07.039.
- [130] Beckitt, F.R.; Clark, B.R. The shape and mechanism of formation of M₂₃C₆ carbide in austenite. *Acta Metallurgica* 1967, 15, 113–129, doi: 10.1016/0001-6160(67)90159-9.
- [131] Goldschmidt, H.J. *Interstitial alloys*, Butterworths, London, England, 1967.
- [132] Liu, C.J.; Chen, Y. Variations of the microstructure and mechanical properties of HP40Nb hydrogen reformer tube with time at elevated temperature. *Materials and Design* 2011, 32, 2507-2512, doi: 10.1016/j.mat.des.2010.08.031.
- [133] Spiegel, F.X.; Bardos, Beck, P.A. Ternary G and E silicides and germanides of transition elements. *Transactions of the Metallurgical Society of Aime* 1963, 227, 575–579.
- [134] Ecob, R.C.; Lobb, R.C. The formation of G-phase in 20/25Nb stainless steel AGR fuel cladding alloy and its effect on creep properties. *Journal of Material Science* 1987, 22, 2867–2880, doi: 10.1007/BF01086484.

- [135] Powell, D.J.; Pilkington, R. The precipitation characteristics of 20Cr25NiNb stabilised stainless steel. *Acta Metallurgica* 1988, 36(3),713–724, doi: 10.1016/0001-6160(88)90105-8.
- [136] Piekarski B. Effect of Nb and Ti additions on microstructure, and identification of precipitates in stabilized Ni-Cr cast austenitic steels. *Mater Charact.* 2001;47: 181–186.
- [137] Mostafaei, M.; Shamanian, M.; Purmohamad, H.; Amini, M.; Saatchi, A. Microstructural degradation of two cast heat-resistant reformer tubes after long term service exposure. *Engineering Failure Analysis* 2011, 18(1), 164–171, doi: 10.1016/j.engfailanal.2010.08.017.
- [138] McLeod, A.C.; Bishop, C.M.; Stevens, K.J.; Kral, M.V. Microstructural characterization and image analysis in ex-service HP alloy stainless steel tubes for ethylene pyrolysis. *Metallography, Microstructure and Analysis* 2016, 5, 178–187, doi: 10.1007/s13632-016-0274-0.
- [139] Xiang, Y.; Deng, M.; Xuan, F. Thermal Degradation Evaluation of HP40Nb Alloy Steel After Long Term Service Using a Nonlinear Ultrasonic Technique, *Journal of Nondestructive Evaluation* 2014, 33, 279–287, doi: 10.1007/s10921-013-0222-8.
- [140] Tancet, F.; Laigo, J.; Furtado, J. Creep resistance of Fe–Ni–Cr heat resistant alloys for reformer tube applications. *Materials Science and Technology* 2019, 1924-1931, doi: 10.1080/02670836.2019.1648371.
- [141] Binder, W.O. Some notes on the structure and impact resistance of columbium-bearing 18-8 steels after exposure to elevated temperatures. In: *Symposium on the nature, occurrence and effects of sigma-phase*, ASTM STP110 1950, 146–164, doi: 10.1520/STP46110S.
- [142] Strang, A.; Vodarek, V. The effect of nickel on M23C6 coarsening rates in 12CrMoVNb steels. *Materials Science and Technology* 1996, 12, 552–556.
- [143] Raghavan, A.; Klein, C.F.; Marzinski, C.N. Instabilities in stabilized austenitic stainless steels. *Metallurgical and Materials Transactions* 1992, 23, 2455–2467, doi: 10.1007/BF02658049.
- [144] Robinson, P.W.; Jack, D.H. New Developments in Stainless Steel Technology, Conference Proceedings 1985, 71–76, ISBN 0871702053, 9780871702050.
- [145] DIN 50125:2004 – Standard Engineering Tolerance, 2004.
- [146] SRPS EN ISO 6892-1:2020, Metallic materials - Tensile testing - Part 1: Method of test at room temperature.
- [147] SRPS EN ISO 6507-1:2018, Metallic materials - Vickers hardness test - Part 1: Test method.
- [148] Guo, H., Mettas, A. Design of Experiments and Data Analysis. Computer science, Engineering 2012 Annual RELIABILITY and MAINTAINABILITY Symposium.
- [149] Kennedy, J.; Eberhart, R. Particle Swarm Optimization, In Proceedings of ICNN'95 – International Conference on Neural Networks, 1995, Perth, WA, Australia, doi: 10.1109/ICNN.1995.488968.
- [150] Hashim, H.; Houssein, E.; Hissein, H.; Mabrouk, M.; Al-Atabany, W. Honey Badger Algorithm: New metaheuristic algorithm for solving optimiyation problems. *Mathematics and Computers in Simulation* 2022, 192, 84-110, doi: 10.1016/j.matcom.2021.08.013.

- [151] Mirjalili, S.; Mirjalili, S.M.; Lewis, A. Grey Wolf Optimizer, *Advances in Engineering Software*, 69, 2014, 46-61, doi: 10.1016/j.advengsoft.2013.12.007.
- [152] Padilha, A.F.; Machado, I.F.; Plaut, R.L. Microstructures and mechanical properties of Fe-15% Cr-15% Ni austenitic stainless steels containing different level of niobium addition submitted to various processing stages. *Journal of Materials Processing Technology* 2005, 170, 89-96. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2005.05.002.
- [153] Sourmail, T. Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels. *Materials Science and Technology* 2001, 17, 1-14, doi: 10.1179/026708301101508972.
- [154] Haidemenopoulos, G.N.; Polychronopoulou, K.; Zervaki, A.D.; Kamoutsi, H.; Alkhoori, S. I.; Jaffar, S.; Mavros, H. Aging phenomena during in-service creep exposure of heat-resistant steels. *Metals* 2019, 9(7), 800, doi: 10.3390/met9070800.
- [155] Zhou, Y.; Fuyang, C.; Gong, J.; Geng, L.; Jiang, Y.; Tang, J. Effect of overheating on the microstructures and mechanical properties of HP 40-Nb furnace tube. *Pressure Vessel Technology* 2021, 38(6), 1-9, doi: 10.3969/j.issn.1001-4837.2021.06.001.
- [156] Picasso, A.; Lanz, C.; Sosa, M. Microstructure Evolution of a Nickel-Base Alloy Resistant to High Temperature during Aging. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering* 2016, 4, 48-61, doi: 10.4236/jmmce.2016.41006.
- [157] Fuyang, C.; Chen, J.; Shao, B.; Zhou, Y.; Gong, J.; Guo, X.; Jiang, Y. Effect of microstructural evolution in thermal exposure on mechanical properties of HP 40-Nb alloy. *International Journal of Vessels and Piping* 2021, 192, 1-11, doi: 10.1016/j.ijvpv.2021.104391.
- [158] Piekarski, B. The influence of Nb, Ti and Si additions on the liquidus and solidus temperature and primary microstructures refinement in 0.3C-30Ni-18Cr cast steel, *Materials Characterization*, 61 (2010) 899-906. doi: 10.1016/j.matchar.2010.06.001
- [159] Ratanamahasukul, S.; Wangyao, P.; Lothongkum, G. Effect of aging conditions on microstructure and mechanical properties in iron-based alloy. *Journal of Metals, Materials and Minerals*, 2004, 14, 39-48.
- [160] Sustait-Torres, I.A.; Haro-Rodriguez, S.; Guerro-Mata, M.P.; de la Garza, M.; Valdes, E.; Deschaux-Beaume, F.; Colas, R. Aging of a cast 35Cr-45Ni heat resistant alloy. *Materials Chemistry and Physics* 2012, 133, 1018-1023, doi: 10.1016/j.matchemphys.2012.02.010.
- [161] Guan, K.; Xu, H.; Wang, Z. Analysis of failed ethylene cracking tubes. *Engineering failure analysis* 2015, 12, 420-431, doi: 10.1016/j.engfailanal.2004.03.012.
- [162] Lanz, C.; Brizuela, G.; Juan, A.; Simonetti, S. Microstructural evolution of a modified HP alloy: experimental and complementary computational study. *Journal of Advance Physics* 2017, 13(9), 5141-5145, doi: 10.24297/jap.v13i9.6415.
- [163] Monobe, S.L.; Schoon, C. Characterization of the cold ductility degradation after ageing in centrifugally cast 20Cr32NiNb alloy tube. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 2009, 86(2-3), 207-210, doi: 10.1016/j.ijvpv.2008.09.005.
- [164] Harandi, A.N.; Eslami, A.; Bahrami, A.; Bakhtafrouz, A.; Yazdan Mehr, M. Failure Analysis of Two HP-NbHeat-Resistant Tubes after 46 000 h Exposure to Reformer Service Condition. *Metals* 2023, 13, 228, doi: 10.3390/met13020228.
- [165] K. Guan, Q. Wang, Analysis of failed electron beam welds in ethylene cracking tubes, *Engineering Failure Analysis* 18 (2011) 1366–1374, doi:10.1016/j.engfailanal.2011.04.003.

- [166] Tawancy, H.M. Degradation of mechanical strength of pyrolysis furnace tubes by high-temperature carburization in a petrochemical plant. *Engineering Failure Analysis* 2009, 16, 2171-2178, doi: 10.1016/j.engfailanal.2009.02.009.
- [167] Khodamorad, S.H.; Haghshenas Fatmehsari, D.; Rezaie, H.; Sadeghipour, A. Analysis of ethylene cracking furnace tubes. *Engineering Failure Analysis* 2012, 12, 1-8, doi: 10.1016/j.engfailanal.2011.11.018.
- [168] Timotijević M.; Rajnović D.; Erić Cekić O. Mikrostruktura i svojstva legure HP40Nb poređenje materijala u livenom stanju i nakon eksploatacije, In: *Šesti naučno-stručni skup Politehnika Beograd*, 10 decembar 2021, 588-594, ISBN 978-86-7498-087-3.
- [169] Attarian, M.; Karimi Taheri, A. Microstructural evolution in creep aged of directionally solidified heat resistant HP-Nb steel alloyed with tungsten and nitrogen. *Materials Science and Engineering: A* 2016, 656, 104-118, doi: 10.1016/j.mses.2016.02.046.
- [170] Wang, M.; Flahaut, D.; Zhang, Z.; Jones, I.P.; Chiu, Y. Primary carbide transformation in a high performance micro-alloy at 1000 °C. *Journal of Alloys and Compounds* 2019, 781, 15, 751-760, doi: 10.1016/j.jallcom.2018.12.095.
- [171] Ghatak, A.; Roby, P.S. High temperature deformation behavior of HP40Nb micro-alloyed reformer steel. *Metallography Microstructure and Analysis* 2015, 4, 508-517, doi: 10.1007/s13632-015-0235-z.
- [172] Timotijević, M.; Erić Cekić, O.; Rajnović, D.; Dojčinović, M.; Janjatović, P. Microstructure evolution and mechanical properties degradation of HPNb alloy after an eleven-year service. *Structural integrity and life* 2022, 22(3), 299-304.
- [173] Timotijević, M.; Djurdev, M.; Erić Cekić, O.; Janjatović, P.; Devečerski, A.; Rajnović, D. Effect of Overheating Temperature on Microstructure and Hardness of HP40Nb alloy: Analysis ANOVA. *Materials Science (MEDŽIAGOTYRA)* 2025, doi:10.5755/j02.ms.37697.
- [174] Pan, J.; Fan, Z. An experimental investigation on manifold failure and material deterioration. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 2018, 162, 1-10, doi: 10.1016/j.ijpvp.2018.02.009.
- [175] Han, Z.; Xie, G.; Cao, L.; Wang, L.; Sun, G. Material degradation and embrittlement evaluation of ethylene cracking furnace tubes after long term service. *Engineering Failure Analysis* 2019, 97, 568-578, doi: 10.1016/j.engfailanal.2019.01.041.
- [176] Chen, X.; Liu, Y.; Zhao, H. Effect of Nb addition on carbide precipitation and mechanical properties of HP-series heat-resistant alloys. *Materials Science and Engineering A* 2017, 696, 245-252, doi: 10.1016/j.msea.2017.04.015.
- [177] Kim, J.; Park, D.; Choi, S. Carbide evolution and fracture behavior of HP-Nb alloy after long-term overheating. *Metallurgical and Materials Transactions A* 2019, 50(6), 3021-3034, doi: 10.1007/s11661-019-05110-3.
- [178] Müller, F.; Schneider, H.; Braun, R. The role of NbC in the embrittlement of HP heat-resistant alloys. *Acta Materialia* 2016, 104, 184-196, doi:10.1016/j.actamat.2016.01.033.
- [179] Laha, K.; Kyono, J.; Kishimoto, S. Creep crack growth behavior of carbide-strengthened alloys at elevated temperatures. *Materials Science and Engineering A* 2015, 627, 27-38, doi:10.1016/j.msea.2015.27.

[180] Li, X.; Zhou, M.; Chen, J. The effect of carbide degradation on fracture toughness in Cr-Nb alloys. *Metallurgical and Materials Transactions B* 2022, *53*(1), 12–26, doi: 10.1007/s11661-022-01212-1.

БИОГРАФИЈА АУТОРА

Милица Тимотијевић рођена је 2. марта 1993. године у Чачку, Србија. Основно образовање стекла је у Основној школи „Бук Стефановић Караџић“ у Чачку, након чега је наставила школовање у средњој школи „Гимназија“ у истом граду.

Након завршене гимназије, уписала је Машински факултет Универзитета у Београду, где је успешно завршила основне и мастер студије на смеру Заваривање и заварене конструкције. По завршетку мастер студија, запослила се у предузећу „Шивоз,” специјализованом за производњу и репарацију шинских возила, где је стекла драгоцену практично искуство у области машинства.

После годину дана рада, уписала је докторске студије на Факултету за машинство и грађевинарство у Краљеву, посвећујући се даљем академском усавшавању. У међувремену се удала и постала мајка двоје деце.

Последње три године ради као асистент на Високој школи Ваздухопловна академија у Београду, где активно учествује у настави и истраживању. Њен рад је усмерен на развој знања и вештина студената у области машинства, посебно у домену ваздухопловних материјала.

До сада је објавила двадесет научних радова као коаутор или аутор у научно-стручним часописима као и на међународним и домаћим научно-стручним скуповима.

ИЗЈАВА АУТОРА О ОРИГИНАЛНОСТИ ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ

Изјављујем да докторска дисертација под насловом:

УТИЦАЈ КРАТКОТРАЈНОГ ПРЕГРЕВАЊА НА МЕХАНИЧКЕ ОСОБИНЕ И МИКРОСТРУКТУРУ ЦЕНТРИФУГАЛНО ЛИВЕНЕ ЛЕГУРЕ ОТПОРНЕ НА ТОПЛОТУ – HP40Nb

представља *оригинално ауторско дело* настало као резултат *сопственог истраживачког рада*.

Овом Изјавом такође потврђујем:

- да сам *једини аутор* наведене докторске дисертације,
- да у наведеној докторској дисертацији *нисам извршила повреду* ауторског нити другог права интелектуалне својине других лица,

У Краљеву, 28.03.2025. године,

потпис аутора

***ИЗЈАВА АУТОРА О ИСТОВЕТНОСТИ ШТАМПАНЕ И ЕЛЕКТРОНСКЕ ВЕРЗИЈЕ
ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ***

Изјављујем да су штампана и електронска верзија докторске дисертације под насловом:
УТИЦАЈ КРАТКОТРАЈНОГ ПРЕГРЕВАЊА НА МЕХАНИЧКЕ ОСОБИНЕ И
МИКРОСТРУКТУРУ ЦЕНТРИФУГАЛНО ЛИВЕНЕ ЛЕГУРЕ ОТПОРНЕ НА
ТОПЛОТУ – НР40Nb

истоветне.

У Краљеву, 28.03.2025. године,

потпис аутора

ИЗЈАВА АУТОРА О ИСКОРИШЋАВАЊУ ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ

Ja, Милана Тимотијевић,

дозвољавам

не дозвољавам

Универзитетској библиотеци у Крагујевцу да начини два трајна умножена примерка у електронској форми докторске дисертације под насловом:

УТИЦАЈ КРАТКОТРАЈНОГ ПРЕГРЕВАЊА НА МЕХАНИЧКЕ ОСОБИНЕ И МИКРОСТРУКТУРУ ЦЕНТРИФУГАЛНО ЛИВЕНЕ ДЕГУРЕ ОТПОРНЕ НА ТОПЛОТУ – HP40Nb

и то у целини, као и да по један примерак тако умножене докторске дисертације учини трајно доступним јавности путем дигиталног репозиторијума Универзитета у Крагујевцу и централног репозиторијума надлежног министарства, тако да припадници јавности могу начинити трајне умножене примерке у електронској форми наведене докторске дисертације путем *преузимања*.

Овом Изјавом такође

дозвољавам

не дозвољавам¹

припадницима јавности да тако доступну докторску дисертацију користе под условима утврђеним једном од следећих *Creative Commons* лиценци:

- 1) Ауторство
- 2) Ауторство - делићо под истим условима
- 3) Ауторство - без прерада

¹ Уколико аутор изабере да не дозволи припадницима јавности да тако доступну докторску дисертацију користе под условима утврђеним једном од *Creative Commons* лиценци, то не искључује право припадника јавности да наведени докторску дисертацију користе у складу са одредбама Закона о ауторској и сродним правима.

- 4) Ауторство - некомерцијално
- 5) Ауторство - некомерцијално - делити под истим условима
- 6) Ауторство - некомерцијално - без прерада²

У Краљеву, 28.03.2025. године године,

потпис аутора

² Молимо ауторе који су изабрали да дозволе припадницима јавности да тако доступну докторску дисертацију користе под условима утврђеним једном од *Creative Commons* лиценци да заокруже једну од попуњених лиценци. Детаљан садржај наведених лиценци доступан је на: <http://creativecommons.org/rs/>

УТИЦАЈ КРАТКОТРАЈНОГ ПРЕГРЕВАЊА НА МЕХАНИЧКЕ ОСОБИНЕ И МИКРОСТРУКТУРУ ЦЕНТРИФУГАЛНО ЛИВЕНЕ ЛЕГУРЕ ОТПОРНЕ НА ТОПЛОТУ – HP40 Nb

ORIGINALITY REPORT

3%

SIMILARITY INDEX

PRIMARY SOURCES

1	ir.canterbury.ac.nz Internet	552 words — 1%
2	www.tandfonline.com Internet	487 words — 1%
3	Milica TIMOTIJEVIĆ, Mića ĐURĐEV, Olivera ERIĆ CEKIĆ, Petar JANJATOVIĆ, Aleksandar DEVEČERSKI, Dragan RAJNOVIĆ. "Effect of Overheating Temperature on Microstructure and Hardness of HP40 Nb Alloy: Analysis by ANOVA", Materials Science, 2025 Crossref	336 words — 1%
4	Milica TIMOTIJEVIĆ, Olivera ERIĆ CEKIĆ, Petar JANJATOVIĆ, Marina DOJČINOVIĆ, Dragan RAJNOVIĆ. "Cavitation Damage Morphology of the Centrifugally Cast Heat-resistant Alloy – HP40 Nb", Materials Science, 2024 Crossref	321 words — 1%

EXCLUDE QUOTES OFF

EXCLUDE BIBLIOGRAPHY OFF

EXCLUDE SOURCES < 1%

EXCLUDE MATCHES < 9 WORDS