



Sveučilište u Zagrebu

Fakultet strojarstva i brodogradnje

Ivan Jurić

**UTJECAJ TOPLINSKOGA CIKLUSA NA
SVOJSTVA DUPLEKS ČELIKA
IZRAĐENOGA ADITIVNOM
PROIZVODNOM ELEKTRIČNIM LUKOM
I ŽICOM**

DOKTORSKI RAD

Zagreb, 2026.



Sveučilište u Zagrebu

Fakultet strojarstva i brodogradnje

Ivan Jurić

**UTJECAJ TOPLINSKOGA CIKLUSA NA
SVOJSTVA DUPEKS ČELIKA
IZRAĐENOGA ADITIVNOM
PROIZVODNOM ELEKTRIČNIM LUKOM
I ŽICOM**

DOKTORSKI RAD

Mentor:

prof. dr. sc. Ivica Garašić

Zagreb, 2026.



University of Zagreb

Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture

Ivan Jurić

**INFLUENCE OF THE THERMAL CYCLE
ON THE PROPERTIES OF DUPLEX
STEEL FABRICATED BY WIRE AND
ARC ADDITIVE MANUFACTURING**

DOCTORAL DISSERTATION

Mentor:

prof. Ivica Garašić, PhD

Zagreb, 2026

PODACI ZA BIBLIOGRAFSKU KARTICU

UDK:

Ključne riječi:

aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom, dupleks nehrđajući čelik, toplinski ciklus

Znanstveno područje:

Tehničke znanosti

Znanstveno polje:

Strojarstvo

Institucija u kojoj je rad izrađen:

Fakultet strojarstva i brodogradnje

Mentor rada:

prof. dr. sc. Ivica Garašić

Broj stranica:

155

Broj slika:

102

Broj tablica:

26

Broj korištenih bibliografskih jedinica:

117

Datum obrane:

Povjerenstvo:

prof. dr. sc. Zoran Kožuh, predsjednik
Fakultet strojarstva i brodogradnje, Sveučilište u Zagrebu

prof. dr. sc. Vera Rede, članica
Fakultet strojarstva i brodogradnje, Sveučilište u Zagrebu

izr. prof. dr. Damjan Klobčar, član
Fakulteta za strojništvo, Univerza v Ljubljani

Institucija u kojoj je rad pohranjen:

Fakultet strojarstva i brodogradnje,
Sveučilište u Zagrebu

SADRŽAJ

POPIS SLIKA	IV
POPIS TABLICA.....	X
POPIS OZNAKA	XII
POPIS KORIŠTENIH KRATICA	XIV
SAŽETAK.....	XVI
EXTENDED SUMMARY	XVIII
PREDGOVOR	XXI
1. UVOD	1
1.1. Uvodna razmatranja	1
1.2. Motivacija i obrazloženje istraživanja.....	3
1.3. Hipoteze i cilj istraživanja.....	5
1.4. Plan istraživanja i znanstveni doprinos	6
2. PREGLED DOSADAŠNJIH ISTRAŽIVANJA I SAZNANJA	8
2.1. Aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom.....	8
2.1.1. Oprema za aditivnu proizvodnju električnim lukom i žicom.....	12
2.1.2. Specifičnosti toplinskog ciklusa.....	14
2.1.3. Tipične greške i kontrola kvalitete	15
2.2. Dupleks nehrđajući čelici	19
2.2.1. Mikrostruktura dupleks nehrđajućih čelika.....	20
2.2.1.1. α' faza	22
2.2.1.2. σ faza	23
2.2.1.3. χ faza	24
2.2.1.4. Ostale sekundarne faze	25
2.2.2. Fizička i mehanička svojstva dupleks nehrđajućih čelika.....	28
2.3. Dupleks nehrđajući čelici u aditivnoj proizvodnji	30
2.3.1. Specifičnosti mikrostrukture	30
2.3.2. Poroznost.....	31
2.3.3. Karakteristike površine izratka.....	32
2.3.4. Deformacije i zaostala naprezanja.....	33
2.3.5. Specifičnosti kemijskog sastava	34

2.3.6.	Specifičnosti korozijskih svojstava	35
2.3.7.	Specifičnosti mehaničkih svojstava	36
2.4.	Aktivno hlađenje kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom	41
2.4.1.	Metoda aktivnog hlađenja uranjanjem	43
2.4.2.	Druge metode upravljanja toplinskim ciklusom	45
3.	MATERIJALI, METODE I OPREMA	48
3.1.	Predeksperiment	48
3.2.	Eksperimentalni postav	54
3.3.	Izrada uzoraka	60
3.4.	Priprema za ispitivanje	66
3.5.	Analiza mikrostrukture	70
3.6.	Mjerenje tvrdoće	72
3.7.	Ispitivanje čvrstoće	73
3.8.	Ispitivanje žilavosti	73
4.	REZULTATI ISPITIVANJA I ANALIZA	75
4.1.	Rezultati i analiza toplinskog ciklusa	75
4.2.	Analiza stabilnosti procesa i geometrijskih značajki izratka	80
4.2.1.	Rezultati i analiza dinamičke karakteristike električnog luka	81
4.2.2.	Rezultati i analiza teksture površine izratka	85
4.2.3.	Rezultati i analiza homogenosti izratka	88
4.3.	Analiza mikrostrukture	92
4.3.1.	Rezultati i analiza izmjerenih vrijednosti udjela ferita	92
4.3.2.	Rezultati i analiza mikrostrukture optičkim mikroskopom	97
4.4.	Analiza mehaničkih svojstva	105
4.4.1.	Rezultati i analiza izmjerenih vrijednosti mikrotvrdoće	105
4.4.2.	Rezultati i analiza izmjerenih vrijednosti udarnog rada loma	120
5.	INTEGRALNA ANALIZA REZULTATA	124
5.1.	Analiza primjenjivosti metode aktivnog hlađenja uranjanjem (H1)	124
5.2.	Analiza utjecaja aktivnog hlađenja na mikrostrukturu (H2)	129
5.3.	Analiza utjecaja aktivnog hlađenja na mehanička svojstva (H3)	132
6.	ZAKLJUČNA RAZMATRANJA	136
6.1.	Evaluacija izvornog znanstvenog doprinosa	139
6.2.	Prijedlog budućih istraživanja	142

LITERATURA.....	143
PRILOG 1	XVII
PRILOG 2	XXX

POPIS SLIKA

Slika 1.	Most izrađen aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom [37].....	9
Slika 2.	Primjer nepravilnosti uslijed neadekvatne putanje polaganja slojeva [43]	10
Slika 3.	Shematski prikaz iskoristivosti materijala kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom [2]	11
Slika 4.	Usporedba toplinskog ciklusa materijala tijekom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom uz dvije razine unosa topline; LH – niži unos topline; HH – viši unos topline [56]	15
Slika 5.	Površinska poroznost kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom [18]	16
Slika 6.	Pojavni oblici austenita (AA – alotriomorfni austenit, IA – interkristalni austenit, WA – Widmanstättenov austenit) [68]	21
Slika 7.	Redoslijed precipitacije različitih pojava oblika austenita (AA – alotriomorfni austenit, IA – interkristalni austenit, WA – Widmanstättenov austenit) [65]	21
Slika 8.	σ faza izlučena nakon toplinske obrade na 950 °C u trajanju od 10 min [78].....	24
Slika 9.	χ i σ faza snimljene pretražnim elektronskim mikroskopom [73]	25
Slika 10.	TTT dijagram za dupleks nehrđajući čelik X2CrNiMoN22-5-3 (2205) [75].....	26
Slika 11.	Mehanička svojstva dupleks nehrđajućeg čelika X2CrNiMoCuN 25-6-3 (AISI 2507) u ovisnosti o volumnom udjelu intermetalnih spojeva (A , – istezljivost %, KV – udarni rad loma, J/cm^2 , $HV5$ – tvrdoća po Vickersu) [62]	29
Slika 12.	Pseudobinarni dijagram Fe-Cr-Ni [65]	30
Slika 13.	Radiografski prikaz utjecaja međuprolazne temperature na poroznost [65]	32
Slika 14.	Raspodjela kroma, molibdena i nikla po mikrostrukturnim fazama dupleks nehrđajućeg čelika [99]	35

Slika 15.	A – prikaz otiska indentora pri mjerenju mikrotvrdoće HV0,3 u područjima različitih mikrostrukturnih faza; B – mikrotvrdoća pojedinih faza u ovisnosti o temperaturi toplinske obrade dupleks nehrđajućeg čelika [99]	37
Slika 16.	Karakteristična prijelomna površina nakon statičkoga vlačnog ispitivanja za dupleks nehrđajući čelik proizveden aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom; A – ispitivanje provedeno okomito na smjer proizvodnje; B – ispitivanje provedeno paralelno sa smjerom proizvodnje [104]	39
Slika 17.	Uobičajeni izgled presjeka aditivno proizvedene stijenke s vidljivim utjecajem akumulacije topline na geometriju izratka; A – s aktivnim hlađenjem; B – bez aktivnog hlađenja [111]	42
Slika 18.	Shematski prikazi različitih metoda aktivnog hlađenja; A – hlađenje uranjanjem; B – hlađenje strujom stlačenog zraka ili plina; C – hlađenje aerosolom [110] ...	42
Slika 19.	Oprema za aktivno hlađenje uranjanjem pri aditivnoj proizvodnji električnim lukom i žicom; 1 – spremnik rashladnog sredstva, 2 – tlačni spremnik, 3 – robot, 4 – oprema za zavarivanje, 5 – termovizijska kamera, 6 – oprema za prikupljanje i analizu podataka [27]	44
Slika 20.	Relativne standardne devijacije jakosti struje i napona praćenih tijekom najmanje 100 sekundi neprekinutog električnog luka	50
Slika 21.	Makroizbrusci uzoraka iz predeksperimenta na kojima je izvršena analiza geometrijskih značajki slojeva.....	51
Slika 22.	Radiogrami aditivno proizvedenih uzoraka uz primjenu aktivnog hlađenja uranjanjem (pC1 i pC2) i bez nje (pD1 i pD2)	52
Slika 23.	Izvor struje WB-P500L i natpisna pločica sa specifikacijama	54
Slika 24.	Robotska ruka OTC Daihen Almaga AX-V6 korištena za izradu uzoraka	55
Slika 25.	Privjesak za učenje s prikazom dijela robotskog programa	56
Slika 26.	Podložna konstrukcija u spremniku rashladnog sredstva spremna za početak izrade uzorka.....	57

Slika 27.	Termometar Optris CTlaser 3MH2-CF4	58
Slika 28.	Strujna kliješta LEM HEME PR1030 za mjerenje jakosti struje i frekvencijski RC filter za filtriranje signala napona.....	59
Slika 29.	Certifikat materijala žice EN ISO 14343-A: G 22 9 3 NL	61
Slika 30.	Trodimenzijski model geometrijskog oblika uzoraka	62
Slika 31.	Vrijeme hlađenja do međuprolazne temperature kod uzorka 1	64
Slika 32.	Onečišćenje plinske sapnice nalijepljenim kapljicama metala.....	65
Slika 33.	Izrađeni uzorci nakon odvajanja od podložne konstrukcije	66
Slika 34.	Proces trodimenzionalnog skeniranja uzoraka	67
Slika 35.	Ravni dijelovi uzoraka pripremljeni za radiografsko snimanje.....	67
Slika 36.	Plan rezanja uzoraka	68
Slika 37.	Segmenti uzoraka pripremljeni u kalupe prije zalijevanja epoksi-smolom.....	70
Slika 38.	Struers LaboForce 100 s rotirajućom glavom LaboPol 30.....	71
Slika 39.	Tvrdomjer ZwickRoell Indentec ZHV μ -ST	72
Slika 40.	Tehnički crtež epruveta za statičko vlačno ispitivanje.....	73
Slika 41.	Charpijev bat AVK UT30.....	74
Slika 42.	Temperaturna povijest materijala za uzorak 1	75
Slika 43.	Temperaturna povijest materijala za uzorak 2.....	76
Slika 44.	Temperaturna povijest materijala za uzorak 3	77
Slika 45.	Temperaturna povijest materijala za uzorak 4.....	77
Slika 46.	Usporedba vremena hlađenja $t_{8/5}$ za uzorke 1, 2, 3 i 4.....	78

Slika 47.	Ukupno vrijeme držanja materijala na temperaturi iznad 475 °C odnosno 800 °C	79
Slika 48.	Prikaz ekvivalentnih temperaturno-vremenskih krivulja uzoraka na TTT dijagramu	80
Slika 49.	Uobičajena dinamička karakteristika impulsnog luka	81
Slika 50.	Primjer izraženih nestabilnosti impulsnog luka	82
Slika 51.	Dinamička karakteristika uzorka 1	83
Slika 52.	Dinamička karakteristika uzorka 2	83
Slika 53.	Dinamička karakteristika uzorka 3	84
Slika 54.	Dinamička karakteristika uzorka 4	84
Slika 55.	Trodimenzijski skenirana površina uzoraka 1, 2, 3 i 4	86
Slika 56.	Parametri teksture površine S_a i S_q za uzorke 1, 2, 3 i 4	87
Slika 57.	Parametar teksture površine S_z za uzorke 1, 2, 3 i 4	88
Slika 58.	Radiogrami uzoraka	89
Slika 59.	Broj vidljivih indikacija na reprezentativnom dijelu radiograma	90
Slika 60.	Projicirana površina indikacija na reprezentativnom dijelu radiograma	91
Slika 61.	Prikaz srednjih vrijednosti feritnog broja po segmentima za uzorak 1	93
Slika 62.	Prikaz srednjih vrijednosti feritnog broja po segmentima za uzorak 3	94
Slika 63.	Prikaz srednjih vrijednosti feritnog broja po segmentima za uzorak 2	95
Slika 64.	Prikaz srednjih vrijednosti feritnog broja po segmentima za uzorak 4	96
Slika 65.	Prikaz srednjih vrijednosti feritnog broja za uzorke 1, 2, 3 i 4	97
Slika 66.	Mikrostruktura uzorka 1, sitnozrnata i krupnozrnata područja, povećanje 50× ..	98

Slika 67.	Mikrostruktura uzorka 1, morfološki oblici austenitnih zrna, povećanje 500×... 98
Slika 68.	Mikrostruktura uzorka 2, pretežiti udio austenita, povećanje 200× 99
Slika 69.	Karakteristična mikrostruktura za uzorak 1, povećanje 200× 100
Slika 70.	Karakteristična mikrostruktura za uzorak 3, povećanje 200× 100
Slika 71.	Karakteristična mikrostruktura za uzorak 2, povećanje 200× 101
Slika 72.	Karakteristična mikrostruktura za uzorak 4, povećanje 200× 101
Slika 73.	Primjer određivanja duljina presjeka granica zrna..... 103
Slika 74.	Usporedni prikaz srednje duljine presjeka granica kristalnih zrna za uzorke 1, 2, 3 i 4 104
Slika 75.	Usporedba tvrdoće HV2 između B, C i D segmenta uzorka 1 107
Slika 76.	Usporedba mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 1 108
Slika 77.	Tvrdoća HV2 mjerena po središnjoj liniji vršnog segmenta 1E..... 108
Slika 78.	Usporedba tvrdoće HV2 između B, C i D segmenta uzorka 2 110
Slika 79.	Usporedba mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 2 111
Slika 80.	Tvrdoća HV2 mjerena po središnjoj liniji vršnog segmenta 2E..... 111
Slika 81.	Usporedba tvrdoće HV2 između B, C i D segmenta uzorka 3 113
Slika 82.	Usporedba mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 3 114
Slika 83.	Tvrdoća HV2 mjerena po središnjoj liniji vršnog segmenta 3E..... 114
Slika 84.	Usporedba tvrdoće HV2 između B, C i D segmenta uzorka 4 116
Slika 85.	Usporedba mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 4 117
Slika 86.	Tvrdoća HV2 mjerena po središnjoj liniji vršnog segmenta 4E..... 117

Slika 87.	Mikrotvrdoće HV0,01 za uzorke 1, 2, 3 i 4.....	118
Slika 88.	Mikrotvrdoće HV0,1 za uzorke 1, 2, 3 i 4.....	118
Slika 89.	Tvrdoće HV2 za uzorke 1, 2, 3 i 4.....	119
Slika 90.	Prikaz srednjih vrijednosti udarnog rada loma za transversalno orijentirane epruvete uzoraka 1, 2, 3 i 4.....	123
Slika 91.	Prikaz srednjih vrijednosti udarnog rada loma za longitudinalno orijentirane epruvete uzoraka 1, 2, 3 i 4.....	123
Slika 92.	Ovisnost parametra S_a o vremenu inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$	125
Slika 93.	Ovisnost parametra S_z o vremenu inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$	125
Slika 94.	Ovisnost broja pora N_p o vremenu inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$	126
Slika 95.	Ovisnost proicirane površine pora A_p o vremenu inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$	127
Slika 96.	Ovisnost proicirane površine pora A_p o udaljenosti vode od električnog luka d	128
Slika 97.	Ovisnost feritnog broja o ukupnom vremenu zadržavanja iznad 475 °C	129
Slika 98.	Ovisnost srednje duljine presjeka granica zrna L_{sred} o ukupnom vremenu iznad 475 °C t_{475}	131
Slika 99.	Ovisnost udarnog rada loma KV_{trans} i vremena t_{475}	132
Slika 100.	Ovisnost udarnog rada loma KV_{long} i vremena t_{475}	133
Slika 101.	Ovisnost udarnog rada loma KV_{trans} o feritnom broju FN	134
Slika 102.	Ovisnost udarnog rada loma KV_{long} o feritnom broju FN	135

POPIS TABLICA

Tablica 1.	Pregled sekundarnih faza u dupleks nehrđajućim čelicima [75]	27
Tablica 2.	Parametri aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom korišteni u predeksperimentu.....	49
Tablica 3.	Iskoristivost materijala uzoraka iz predeksperimenta.....	51
Tablica 4.	Tvrdoća HV10 za aditivno proizvedene uzorke uz primjenu aktivnog hlađenja uranjanjem (pC) i bez nje (pD).....	53
Tablica 5.	Kemijski sastav žice EN ISO 14343-A: G 22 9 3 NL	60
Tablica 6.	Mehanička svojstva materijala žice EN ISO 14343-A: G 22 9 3 NL.....	60
Tablica 7.	Parametri aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom korišteni tijekom izrade uzoraka 1, 2, 3 i 4.....	63
Tablica 8.	Specifikacija opreme i parametri radiografskog ispitivanja	68
Tablica 9.	Parametri teksture površine za uzorke 1, 2, 3 i 4.....	87
Tablica 10.	Izmjerene vrijednosti feritog broja po segmentima uzorka 1	92
Tablica 11.	Izmjerene vrijednosti feritog broja po segmentima uzorka 3	93
Tablica 12.	Izmjerene vrijednosti feritog broja po segmentima uzorka 2	94
Tablica 13.	Izmjerene vrijednosti feritog broja po segmentima uzorka 4	95
Tablica 14.	Srednje vrijednosti i standardne devijacije feritnog broja za uzorke 1, 2, 3 i 4... ..	96
Tablica 15.	Srednja duljina presjeka granice zrna za uzorke 1, 2, 3 i 4	103
Tablica 16.	Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 1	106
Tablica 17.	Sumarni prikaz izmjerenih vrijednosti za uzorak 1	108

Tablica 18. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 2	109
Tablica 19. Sumarni prikaz izmjerenih vrijednosti za uzorak 2	110
Tablica 20. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 3	112
Tablica 21. Sumarni prikaz izmjerenih vrijednosti za uzorak 3	113
Tablica 22. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 4	115
Tablica 23. Sumarni prikaz izmjerenih vrijednosti za uzorak 4	116
Tablica 24. Dimenzije epruveta i vrijednosti udarnog rada loma za transversalno orijentirane epruvete uzoraka 1, 2, 3 i 4.....	121
Tablica 25. Dimenzije epruveta i vrijednosti udarnog rada loma za longitudinalno orijentirane epruvete uzoraka 1, 2, 3 i 4	121
Tablica 26. Sumarni prikaz srednjih vrijednosti i standardnih devijacija udarnog rada loma za uzorke 1, 2, 3 i 4	122

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
A	%	istezljivost materijala
A_p	%	površinski (projicirani) udio pora na radiogramu
Cr_{eq}	%	ekvivalent kroma
d	mm	udaljenost rashladnog sredstva (vode) od električnog luka
FN	—	feritni broj (engl. Ferrite Number)
HV	—	tvrdoća po Vickersu (HV0,01; HV0,1; HV0,3; HV2; HV5; HV10 prema opterećenju)
KV	J	udarni rad loma
KV_{long}	J	udarni rad loma, longitudinalno orijentirane epruvete
KV_{trans}	J	udarni rad loma, transverzalno orijentirane epruvete
L_{sred}	μm	srednja duljina presjeka granica zrna
Ni_{eq}	%	ekvivalent nikla
N_p	—	broj pora na radiogramu
R^2	—	koeficijent determinacije
R_m	MPa	vlačna čvrstoća
$R_{p0,2}$	MPa	konvencionalna granica razvlačenja (pri 0,2 % plastične deformacije)
S_a	mm	aritmetička sredina visina profila površine
S_{ku}	—	koeficijent zaravnatosti (kurtosis) visina površine
S_p	mm	najveća visina vrha površine
S_q	mm	korijen srednjeg kvadrata visina površine
S_{sk}	—	koeficijent asimetrije (skewness) visina površine
S_v	mm	najveća dubina udubljenja površine
S_z	mm	najveća visina površine (od vrha do dna)

Oznaka	Jedinica	Opis
$t_{12/8}$	s	vrijeme inicijalnog hlađenja od 1200 °C do 800 °C (prvi ciklus)
t_{475}	s	ukupno vrijeme zadržavanja materijala iznad 475 °C
$t_{8/5}$	s	vrijeme inicijalnog hlađenja od 800 °C do 500 °C (prvi ciklus)
t_{800}	s	ukupno vrijeme zadržavanja materijala iznad 800 °C

Grčke oznake

Oznaka	Jedinica	Opis
α	—	ferit (feritna faza)
α'	—	alfa-prim faza (precipitat bogat kromom; pojava 475 °C krhkosti)
γ	—	austenit (austenitna faza)
σ	—	sigma faza (intermetalni precipitat)
χ	—	chi (hi) faza (intermetalni precipitat)

POPIS KORIŠTENIH KRATICA

Kratika	Naziv i objašnjenje
AA	alotriomorfni austenit (engl. Allotriomorphic Austenite)
AC	izmjenična struja (engl. Alternating Current)
AC MIG	MIG zavarivanje izmjeničnom strujom (engl. Alternating Current Metal Inert Gas)
ASTM	Američko društvo za ispitivanje materijala (engl. American Society for Testing and Materials)
AWS	Američko društvo za zavarivanje (engl. American Welding Society)
BTF	Iskoristivost materijala (engl. Buy-to-Fly)
CMT	postupak hladnog prijenosa metala (engl. Cold Metal Transfer)
DSS	dupleks nehrđajući čelik (engl. Duplex Stainless Steel)
EDS	energetska disperzivna rendgenska spektroskopija (engl. Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)
EN	europska norma (njem. Europäische Norm)
GMAW	elektrolučno zavarivanje taljivom elektrodom u zaštiti plina (engl. Gas Metal Arc Welding)
HRN	hrvatska norma
IA	interkristalni austenit (engl. Intragranular Austenite)
ISO	Međunarodna organizacija za normizaciju (engl. International Organization for Standardization)
IWAAM	inteligentna aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom (engl. Intelligent Wire and Arc Additive Manufacturing)
LEWD	udaljenost razine rashladnog sredstva od ruba posljednjeg sloja (engl. Layer Edge to Water Distance)
MAG	elektrolučno zavarivanje taljivom elektrodom u zaštiti aktivnog plina (engl. Metal Active Gas)

Kratica	Naziv i objašnjenje
MIG	elektrolučno zavarivanje taljivom elektrodom u zaštiti inertnog plina (engl. Metal Inert Gas)
NIAC	aktivno hlađenje uranjanjem (engl. Near Immersion Active Cooling)
RC	otporničko-kapacitivni (filter) (engl. Resistor-Capacitor)
SEM	pretražni (skenirajući) elektronski mikroskop (engl. Scanning Electron Microscope)
TGM	mehanizam temperaturnog gradijenta (engl. Temperature Gradient Mechanism)
TIG	elektrolučno zavarivanje netaljivom volframovom elektrodom u zaštiti inertnog plina (engl. Tungsten Inert Gas)
TTT	dijagram vrijeme-temperatura-pretvorba (engl. Time-Temperature-Transformation)
WA	Widmanstättenov austenit (engl. Widmanstätten Austenite)
WAAM	aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom (engl. Wire and Arc Additive Manufacturing)

SAŽETAK

Aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom postupak je izrade metalnih dijelova nanošenjem dodatnog materijala sloj po sloj uz električni luk kao izvor topline. Iako omogućuje znatne uštede materijala te izradu složenih geometrija, ograničena je nedovoljno poznatim utjecajem složenoga toplinskog ciklusa na svojstva izratka. Taj je utjecaj osobito izražen kod dupleks nehrđajućeg čelika, čija dvofazna feritno-austenitna mikrostruktura, omjer faza i sklonost izlučivanju sekundarnih faza izravno ovise o toplinskoj povijesti materijala tijekom izrade.

Cilj ovoga rada bila je evaluacija utjecaja toplinskog ciklusa na svojstva dupleks nehrđajućeg čelika izrađenoga postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom uz primjenu aktivnog hlađenja uranjanjem pri kojem se kao rashladno sredstvo koristi voda. Postavljene su tri hipoteze: o primjenjivosti metode aktivnog hlađenja (H1), o njezinoj mogućnosti utjecaja na udio pojedinih mikrostrukturnih faza (H2) te o mogućnosti utjecaja na mehanička svojstva (H3).

Predeksperimentom je utvrđen povoljan procesni okvir, pri čemu se impulsni način prijenosa metala pokazao najstabilnijim te je odabran za izradu uzoraka u glavnom eksperimentu. Izrađena su četiri uzorka od pune žice EN ISO 14343-A: G 22 9 3 NL (AWS ER2209) uz zaštitnu atmosferu Ar + 2,5 % N₂. Jedan je uzorak izrađen bez aktivnog hlađenja (uz međuprolaznu temperaturu 200 °C), a preostala tri uz aktivno hlađenje uranjanjem pri udaljenosti vode od električnog luka od 30, 20 i 10 mm. Udaljenost vode pokazala se najutjecajnijim parametrom toplinskog ciklusa. Toplinski je ciklus kontinuirano mjeren te opisan vremenom inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$ i kumulativnim vremenima zadržavanja iznad 475 °C (t_{475}) i 800 °C (t_{800}). Provedena su ispitivanja stabilnosti procesa, teksture površine, homogenosti (radiografija), udjela ferita (feritmetar), mikrostrukture (optička i pretražna elektronska mikroskopija) te mehaničkih svojstava (tvrdoća, statičko vlačno ispitivanje i udarni rad loma).

Prva je hipoteza potvrđena: proces je bio stabilan u rasponu udaljenosti vode od 10 do 30 mm, pri čemu udaljenost od 10 mm predstavlja donju granicu primjenjivosti uz šesterostruki porast proicirane površine pora. Druga je hipoteza također potvrđena. Feritni broj raste sa

skraćivanjem toplinskog ciklusa, od 28 FN kod prirodno hlađenog do 37 FN kod najintenzivnije hlađenog uzorka, uz vrlo snažnu linearnu ovisnost o vremenu t_{475} . Brže hlađenje potiskuje difuzijsku pretvorbu ferita u austenit te pogoduje grubljem Widmanstättenovom i alotriomorfnom austenitu. Štetne sekundarne faze (α' , σ , χ) nisu utvrđene ni u jednom uzorku. Treća je hipoteza djelomično potvrđena. Dok mikrotvrdoća nije pokazala značajnu ovisnost o toplinskom ciklusu, udarni rad loma jasno opada sa skraćivanjem vremena hlađenja, uz izraženu anizotropnost između transverzalno i longitudinalno orijentiranih epruveta.

Izvorni znanstveni doprinos rada čine primjena i validacija metode aktivnog hlađenja uranjanjem za dupleks nehrđajući čelik, kvantifikacija optimalnog raspona parametara te uspostava empirijskih regresijskih modela koji povezuju toplinski ciklus s mikrostrukturom i mehaničkim svojstvima izratka. Dodatno je uveden koncept kumulativnih vremena zadržavanja t_{475} i t_{800} te ekvivalentnih temperaturno-vremenskih krivulja na TTT dijagramu kao prikladnih za opis složene višecikličke toplinske povijesti materijala kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom.

Ključne riječi: *aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom; dupleks nehrđajući čelik; toplinski ciklus; aktivno hlađenje uranjanjem*

EXTENDED SUMMARY

Wire and arc additive manufacturing (WAAM) builds metal components by depositing weld metal layer upon layer, using an electric arc as the heat source. The process offers substantial material and energy savings, shorter lead times and the freedom to produce complex geometries, which makes it especially attractive for expensive alloys. Its main limitation is the still incompletely understood relationship between the complex thermal cycle imposed on the material during deposition and the resulting microstructure and mechanical properties of the part. This limitation is particularly pronounced for duplex stainless steel, whose two-phase ferrite-austenite microstructure, phase balance and susceptibility to the precipitation of secondary phases depend directly on the thermal history experienced during fabrication.

The objective of this work was to evaluate the influence of the thermal cycle on the properties of duplex stainless steel produced by WAAM, using a near-immersion active cooling technique in which water serves as the cooling medium. Three hypotheses were formulated: (H1) that near-immersion active immersion cooling, with optimal parameters, is applicable to the fabrication of duplex stainless steel by WAAM; (H2) that varying the active-cooling parameters allows control of the proportion of individual microstructural phases; and (H3) that varying the active-cooling parameters allows control of the mechanical properties.

A pre-experiment was first carried out to establish a feasible process window for the gas metal arc welding process and a suitable range of active-cooling parameters. Pulsed metal transfer proved stable and was therefore selected. Four wall-shaped specimens with a stadium (hippodrome) geometry and a single-layer length of 671 mm were then produced from a 1.2 mm solid duplex wire EN ISO 14343-A: G 22 9 3 NL (AWS ER2209) under an Ar + 2.5 % N₂ shielding atmosphere. One specimen was built without active cooling, with the interpass temperature limited to 200 °C, while the remaining three were built with active immersion cooling at water-to-arc distances of 30 mm, 20 mm and 10 mm. The distance between the water surface and the topmost deposited layer was identified as the single most influential thermal-cycle parameter and was therefore adopted as the controlled factor of the main experiment.

The thermal cycle was measured continuously at a representative point of each specimen with a calibrated infrared thermometer. Besides the conventional first-cycle cooling time $t_{8/5}$ (from

800 °C to 500 °C), the cycle was additionally described by two cumulative descriptors introduced in this work: the total time spent above 475 °C (t_{475}) and above 800 °C (t_{800}), these two temperatures being critical for α' and σ formation in duplex steel. Decreasing the water distance shortened $t_{8/5}$ from 23 s (no cooling) to 7 s (10 mm) and reduced t_{475} accordingly. Testing comprised arc stability analysis (dynamic characteristic), 3D surface-texture measurement to ISO 25178-2, radiographic assessment of homogeneity and porosity, ferrite-number measurement with a feritscope, microstructural characterisation by optical and scanning electron microscopy, and mechanical testing (Vickers hardness at several loads, tensile testing and Charpy impact testing on transverse and longitudinal specimens).

H1 was confirmed. The arc remained stable across the 10-30 mm range; only the 10 mm specimen showed occasional instabilities. Surface-texture parameters S_a and S_z increased linearly with shorter $t_{8/5}$ ($R^2 = 0.79$ and 0.98), and both the number of pores and their projected area fraction on the radiograph rose as cooling intensified ($R^2 = 0.90$ and 0.91). The porosity area fraction as a function of water distance d was best described by a physically grounded exponential model, $A_p = 0.007 + 6.13 \cdot e^{-0.169 \cdot d}$ ($R^2 = 0.99$). The roughly six-fold increase in porosity from 20 mm to 10 mm marks 10 mm as the practical lower limit of applicability, although even there the integrity of the part was preserved.

H2 was confirmed. With the start and end layers excluded, ferrite was homogeneously distributed within each wall, while the mean ferrite number varied strongly between specimens, rising from 28 FN (natural cooling) to 37 FN at the shortest thermal cycle. The dependence on t_{475} was essentially linear, $FN = -0.02 \cdot t_{475} + 39.2$ ($R^2 = 0.98$): faster cooling suppresses the diffusional ferrite-to-austenite transformation and retains more ferrite. Ferrite formed a continuous matrix in all specimens, with austenite precipitating in allotriomorphic, intragranular and Widmanstätten morphologies. As the cycle shortened, the morphology shifted from predominantly fine intragranular austenite towards coarse Widmanstätten and allotriomorphic austenite. Counter-intuitively, the mean austenite grain size increased with faster cooling (mean grain-boundary intercept $5.3 \rightarrow 6.1 \mu\text{m}$; equivalent austenite diameter $8.6 \rightarrow 10.8 \mu\text{m}$), consistent with the growth of coarse Widmanstätten austenite, and both measures correlated strongly with t_{475} ($R^2 = 0.95$ and 0.94). No detrimental secondary phases (α' , σ , χ) were detected in any specimen, in agreement with an estimate based on equivalent time-temperature curves plotted on the TTT diagram.

H3 was only partially confirmed. Vickers microhardness showed no significant dependence on the thermal cycle: the differences between specimens were negligible relative to the measurement scatter, indirectly confirming the absence of hard secondary phases. Impact energy, by contrast, decreased clearly as the cooling time shortened, from about 53 J to 38 J for transverse specimens ($R^2 = 0.81$) and from about 45 J to 40 J for longitudinal specimens ($R^2 = 0.92$), and correlated strongly with the ferrite number ($KV_{\text{trans}} = -1.583 \cdot \text{FN} + 98.26$, $R^2 = 0.85$). A pronounced toughness anisotropy was found, transverse specimens generally outperforming longitudinal ones by 13-20 %, with the exception of the most rapidly cooled specimen.

The original scientific contribution of the thesis comprises three elements: the first systematic application and validation of near-immersion active cooling specifically for WAAM-produced duplex stainless steel; the quantification of an optimal water-to-arc distance range (10-30 mm) on the basis of process stability, geometric features and homogeneity of the part; and the establishment of empirical regression models linking thermal-cycle parameters to ferrite content, grain morphology and mechanical properties. As a further contribution, the cumulative descriptors t_{475} and t_{800} and the equivalent time-temperature curves on the TTT diagram were introduced as a convenient way of representing the inherently multi-cyclic WAAM thermal cycle.

Keywords: *wire and arc additive manufacturing; duplex stainless steel; thermal cycle; active immersion cooling*

PREDGOVOR

Konvencionalni proizvodni postupci nisu u potpunosti sposobni odgovoriti na novonastale tržišne zahtjeve. Njihova se robusnost teško može nositi s fleksibilnošću koju proizvodnja u malim serijama postavlja kao imperativ. Kontinuirano inzistiranje na skraćanju vremena od nastanka ideje do gotovog proizvoda uz smanjenje proizvodnih troškova i povećanje kompleksnosti proizvoda dovelo je do razvoja potpuno novog proizvodnog koncepta nazvanog aditivna proizvodnja. Takav način proizvodnje omogućuje izradu komponenti vrlo složene geometrije koje bi konvencionalnim postupcima bilo vrlo teško ili nemoguće izraditi [1], [2]. Aditivni postupci u automobilske i zrakoplovne industriji omogućuju izradu lakših dijelova i dobivanje boljih karakteristika, što izravno utječe na manju potrošnju goriva i manje troškove. Također omogućuju izradu sklopova iz jednog dijela smanjujući time broj pojedinačnih dijelova. Vrijeme proizvodnje značajno se skraćuje uslijed eliminacije pripremno-završnih vremena i vremena za manipulaciju pri izradi proizvoda spajanjem više dijelova. Također, u odnosu na konvencionalne postupke obrade odvajanjem čestica, ostvarive su značajne uštede materijala jer se konačni proizvod može izraditi uz malu ili nikakvu količinu otpadnog materijala [3].

Aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom (engl. *Wire and Arc Additive Manufacturing, WAAM*), kao jedan od aditivnih postupaka, sve je zastupljeniji postupak pri izradi metalnih proizvoda. Postupak se temelji na taloženju kapljica rastaljenog metala u slojevima koji tvore stijenku izratka. Načelno sličan procesu zavarivanja, postupak aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom kao izvor energije koristi električni luk te, obično, robotsku ruku koja omogućuje automatizirano gibanje pištolja za zavarivanje [4]. Budući da aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom koristi električni luk za taljenje dodatnog materijala, moguće je primijeniti niz različitih elektrolučnih postupaka zavarivanja. Zbog mogućnosti automatizacije te kontinuiranosti procesa, uglavnom se koriste TIG postupak [5], zavarivanje plazmom [6], [7], a osobito MIG/MAG [8] postupak. Naime, kod MIG/MAG postupka žica dodatnog materijala istovremeno je i elektroda, a njezina koaksijalnost s pištoljem za zavarivanje olakšava određivanje putanje alata. Osim toga, MIG/MAG postupkom moguće je ostvariti višestruko veći depozit u odnosu na TIG i plazma postupak te je stoga najčešći odabir za aditivnu proizvodnju električnim lukom i žicom [9].

Postupak aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom posebno dolazi do izražaja kada se radi o relativno skupim materijalima. Tako su istraživanja pretežito usmjerena na legure titana [10], nikla [11], [12] i aluminija [13]. Primjena nehrđajućih čelika za aditivnu proizvodnju električnim lukom i žicom također se istražuje, no u znatno manjem opsegu. Chen X. i suradnici [14] ispitali su mehanička svojstva i mikrostrukturu austenitnog čelika 316L. Primjenjivost legura dupleks nehrđajućih čelika istražena je za neke postupke aditivne proizvodnje [15]. Neka istraživanja [16], [17], [18] bave se proizvodnjom elemenata od dupleks čelika postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom, ali u njima nije razmatran utjecaj toplinskog ciklusa.

Kao i drugi postupci proizvodnje, aditivna proizvodnja također ima određena ograničenja u svojoj primjeni. Jedan od nedostataka je kvaliteta površine koja utječe na dimenzije i kvalitetu proizvedenog dijela [19], [20]. Bitno ograničenje pri eksploataciji elemenata proizvedenih aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom svakako je i relativno visoka razina zaostalih naprezanja u materijalu [21], [22]. Ipak, najznačajnije ograničenje je nedovoljno dobro poznavanje uzročno-posljedičnih veza između toplinskog ciklusa kojem je materijal podvrgnut tijekom aditivne proizvodnje te mikrostrukture, mehaničkih i drugih svojstava proizvedenog elementa, posebice u slučaju dupleks čelika [23], [24], [25].

Upravljanje toplinskim ciklusom ključni je čimbenik postupka aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom kojim se može ublažiti akumulacija topline te tako utjecati na geometrijske značajke površine, mikrostrukturu i mehanička svojstva proizvedenog elementa. Dodatne mogućnosti upravljanja toplinskim ciklusom otvara primjena aktivnog hlađenja koja je u dosadašnjim istraživanjima primijenjena za aluminijeve legure [26]. Naime, tijekom polaganja slojeva metala, toplina električnog luka zagrijava dodatni materijal i dovodi ga u kapljevito stanje. Električni luk, osim dodatnog materijala koji u tom trenutku predstavlja novi sloj, zagrijava i prethodno nanese sloj, odnosno podlogu. Ako je već nekoliko slojeva izrađeno, unesena toplina pri svakom novom sloju kondukcijom će se širiti prema prethodnim slojevima. To rezultira vrlo kompleksnim toplinskim ciklusom kojem je materijal podvrgnut tijekom proizvodnje. Iz prethodno navedenog može se zaključiti da toplinski ciklus ovisi o energiji električnog luka i brzini njegova gibanja, intenzitetu odvođenja topline iz proizvedenog elementa (npr. hlađenje komprimiranim zrakom ili vodom), međuprolaznoj temperaturi te toplinskoj provodljivosti materijala. Razina unosa topline i brzina gibanja izvora topline tehnološki su parametri analogni onima kod tehnologije zavarivanja. Slično se može reći i za

međuprolaznu temperaturu koja se definira kao temperatura prethodnog sloja u trenutku kada ga električni luk ponovno počne zagrijavati kako bi rastalio dodatni materijal (i dio prethodnog sloja) te sačinio novi sloj. Aktivno hlađenje omogućuje precizno upravljanje intenzitetom odvođenja topline te tako omogućuje postizanje različitih profila toplinskog ciklusa kojim je materijal podvrgnut tijekom proizvodnje [27].

Ovo je istraživanje, stoga, usmjereno na implementaciju aktivnog hlađenja uranjanjem pri proizvodnji dupleks čelika postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom te na analizu utjecaja parametara spomenute metode na mikrostrukturu i mehanička svojstva izrađenog elementa.

1. UVOD

1.1. Uvodna razmatranja

Aditivna proizvodnja u svojim počecima industrijske primjene koristila se prvenstveno za izradu prototipova. Osnovni razlog usmjerenosti na prototipove, a ne gotove proizvode bila su relativno loša i teško kontrolabilna svojstva dobivenog materijala, osobito kada se radilo o metalima. Mehanička je svojstva, u pravilu, odlikovala izražena anizotropnost, korozijska svojstva ovisila su o stanju i geometriji površine koji također nisu bili na zavidnoj razini, nestabilnost procesa uzrokovala je veliki broj nepravilnosti, uključaka, poroznosti i slično.

Unatoč brojnim neizliječenim dječjim bolestima, aditivna proizvodnja pronalazila je put do industrijske aplikacije. Prototipovi, pa makar bili samo djelomično funkcionalni, ipak su mogli biti značajno brže izrađeni, no što je to bio slučaj kod konvencionalne proizvodnje. Iznimna fleksibilnost opreme za aditivnu proizvodnju učinila je oslanjanje na kompleksne i, kako se u zadnje vrijeme pokazalo, vrlo krhke i osjetljive opskrbne lance znatno manje potrebnim u ranim fazama razvoja proizvoda. Vrlo brzo je postalo jasno da je aditivna proizvodnja obećavajuća tehnologija vrijedna dubljeg istraživanja i proučavanja. Tako su se u zadnjih nekoliko desetljeća razvili brojni postupci za aditivnu proizvodnju polimera, metala, keramike, pa čak i betona te kompozita [28].

Metalni komadi se postupcima aditivne proizvodnje mogu izraditi od praha, žice, folije ili metala u kapljevitom stanju. Sukladno tome, razvijen je veći broj postupaka koji kao osnovu za izradu slojeva koriste električni luk, laser, elektronski mlaz, ultrazvuk ili se gotovi komad izrađuje postupkom koji se oslanja na zagrijavanje i sinteriranje prethodno položenih slojeva metalnog praha i vezivnog materijala [28]. Ovisno o pojedinom postupku, njihove različite prednosti dolaze do izražaja, a shodno tome i različite primjene. Ipak, svim postupcima zajedničke su osnovne karakteristike aditivne proizvodnje: značajna ušteda materijala i energije, ubrzanje proizvodnje, mogućnost izrade kompleksnih geometrija itd.

U doba kada održivost u najširem smislu postaje imperativ, a iznimna kompetitivnost u poslovnom svijetu već tradicionalno zauzima visoke razine te još dodatno raste, navedene karakteristike čine se izuzetno poželjnim za industrijsku proizvodnju. Drugim riječima,

industrijskoj proizvodnji ne preostaje drugo doli intenzivnim fokusom na inovativne proizvodne tehnologije pokušati opstati na tržištu.

Tako su, na primjer, suvremeni postupci aditivne proizvodnje metala uspješno korišteni za izradu medicinskih implantata od titanija [29]. U zrakoplovnoj industriji izmjenjivač topline za motor *GE9X* za *Boeing 777x* koji se ranije proizvodio od 300 dijelova, sveden je na jednu komponentu čija je masa još pritom 40 % manja te je proizvodnja izmjenjivača 25 % jeftinija [30]. *SpaceX* je također reducirao vrijeme proizvodnje *Super Draco* motora kao i masu motora *Raptor* za 40 % dok NASA planira uskoro zamijeniti dijelove glavnog motora za *Space Shuttle* kako bi umanjili masu i trajanje proizvodnje [31].

Kao rezultat studija slučaja poput navedenih, spektar postupaka aditivne proizvodnje metala dramatično se povećao što je rezultiralo većim naglaskom na njihovoj sposobnosti da se pomoću njih proizvedu komadi s pouzdanim i ponovljivim mehaničkim i inim svojstvima.

1.2. Motivacija i obrazloženje istraživanja

Prema dugo poznatim saznanjima iz područja toplinske obrade metala jasno je da se svojstva metala mogu izmijeniti kada se metal podvrgne ciklusu zagrijavanja na određenu temperaturu te, potom, hlađenja. Temperatura na koju se metal zagrijava, vrijeme držanja na istoj te brzina zagrijavanja i hlađenja, tri su osnovna parametra koja određuju konačna postignuta svojstva metala. Kod konvencionalne toplinske obrade broj ciklusa ugrijavanja i hlađenja uglavnom je bio relativno malen – jedan, dva, eventualno tri ciklusa. Specifičnost aditivne proizvodnje značajno je veći broj, često nejednolikih, ciklusa ugrijavanja, s tim da različiti dijelovi gotovog komada ne prolaze isti temperaturni ciklus. Završni slojevi podvrgnuti su manjem broju ciklusa od početnih slojeva. Iz perspektive konvencionalne toplinske obrade, utjecaj višestrukih temperaturnih ciklusa na svojstva materijala potpuno je neistraženo područje.

S druge pak strane, postupci aditivne proizvodnje koji kao izvor topline koriste električni luk načelno su slični elektrolučnim procesima zavarivanja. Metalurgija zavarivanja dobrim je dijelom istražena za mnoge materijale, postupke i oblike komada koji se zavaruju. Ipak, zavarivanje, samo po sebi, izuzetno je kompleksna tehnologija koja uključuje veliki broj utjecajnih parametara. Ako se zavarivanje promatra kao lijevanje u malom, a to u neku ruku zaista i jest, te ako se tome pridoda višeciklička nejednolika toplinska obrada, onda je jasno da je aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom, kao proizvodna tehnologija, na značajno većem stupnju kompleksnosti.

Jedna od najvećih prednosti aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom svakako je ušteda na masi utrošenog materijala prilikom proizvodnje. Ušteda na materijalu u financijskom smislu to je izraženija, što je cijena materijala viša. Jasno je, stoga, da je osobita motivacija primjene aditivne proizvodnje usmjerena ka skupljim metalima. Jedan od metala koji se relativno često primjenjuje u industriji, a teško se može svrstati u kategoriju jeftinih, jest dupleks nehrđajući čelik. Ovaj materijal, kako mu i samo ime sugerira, dvojne je mikrostrukture sastavljene od austenita i ferita s precizno definiranim udjelima. Jasno, takva mikrostruktura odnosi se na uobičajeno isporučeno stanje materijala. Različitim režimima toplinske obrade kod dupleks nehrđajućeg čelika moguće je postići širok spektar različitih mikrostrukturnih faza. Prema tom kriteriju, ovaj čelik može se svrstati u kategoriju metala vrlo kompleksne mikrostrukture.

Ako se kompleksnost aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom (tehnologije srodne zavarivanju, uz naknadnu višecikličku toplinsku obradu) kombinira s kompleksnošću

mikrostrukture dupleks nehrđajućeg čelika, postaje očigledno da je upravljanje svojstvima proizvedenog komada vrlo velik izazov. Naravno, osnovna predispozicija za motivaciju za istraživanjem jest neistraženost određenog područja. Sukladno detaljnoj analizi predmetne literature, svojstva dupleks čelika izrađenoga postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom, a napose utjecaj složenog toplinskog ciklusa na ista, neistraženo je i vrlo izazovno područje vrijedno detaljne analize prema kojoj je ovo istraživanje i usmjereno.

1.3. Hipoteze i cilj istraživanja

Imajući na umu spomenutu složenost kombinacije aditivne proizvodnje s dupleks nehrđajućim čelikom, utemeljena je pretpostavka da se promjenom toplinskog ciklusa tijekom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom može utjecati na mikrostrukturu izrađenog komada od dupleks nehrđajućeg čelika, a time i na njegova mehanička svojstva. Precizna regulacija toplinskog ciklusa, sukladno prethodnim istraživanjima, olakšana je primjenom aktivnog hlađenja uranjanjem prilikom aditivne proizvodnje. Aktivno hlađenje uranjanjem kao rashladni medij koristi vodu. Pretpostavlja se da se optimizacijom parametara aktivnog hlađenja može umanjiti ili, u idealnom slučaju, potpuno izbjeći negativan utjecaj prisutnosti vode na proces taljenja i polaganja slojeva metala.

Dakle, cilj ovog istraživanja je evaluacija utjecaja toplinskog ciklusa na svojstva dupleks nehrđajućeg čelika izrađenog postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom.

Hipoteze istraživanja su kako slijedi:

1. Metoda aktivnog hlađenja uranjanjem, uz optimalne parametre, primjenjiva je za izradu elemenata od dupleks nehrđajućeg čelika postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom.
2. Promjenom parametara aktivnog hlađenja uranjanjem pri aditivnoj proizvodnji električnim lukom i žicom moguće je utjecati na udio pojedinih mikrostrukturnih faza dupleks nehrđajućeg čelika.
3. Promjenom parametara aktivnog hlađenja uranjanjem pri aditivnoj proizvodnji električnim lukom i žicom moguće je utjecati na mehanička svojstva dupleks nehrđajućeg čelika.

1.4. Plan istraživanja i znanstveni doprinos

Prva faza istraživanja bio je predeksperiment čiji je cilj bio utvrditi primjenjivi procesni okvir postupka aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom odnosno robotiziranog zavarivanja i pripadajuće mu parametre koji osiguravaju stabilnost procesa (jakost struje, napon, zaštitni plin, slobodni kraj žice itd.). Prema preliminarnim rezultatima provedenog dijela predeksperimenta, osnovni parametri metode aktivnog hlađenja uranjanjem koji utječu na toplinski ciklus su udaljenost rashladnog sredstva od električnog luka, temperatura rashladnog sredstva, protok rashladnog sredstva i međuprolazna temperatura materijala. Daljnjim istraživanjem udaljenost rashladnog sredstva od električnog luka utvrđena je kao najutjecajniji parametar te je ista odabrana kao utjecajni faktor u postavi glavnog eksperimenta.

Prva hipoteza testirana je ocjenom primjenjivosti aktivnog hlađenja uranjanjem za aditivnu proizvodnju dupleks nehrđajućeg čelika. Osmišljen je i izrađen eksperimentalni postav za izradu uzoraka sa i bez primjene aktivnog hlađenja uranjanjem. Primjenjivost aktivnog hlađenja uranjanjem evaluirana je na temelju stabilnosti procesa i homogenosti izratka. Stabilnost električnog luka ocijenjena je na temelju vizualnih i zvučnih karakteristika te analizom dinamičke karakteristike. Praćena je postojanost oblika elementa u izradi, odnosno praćena je viskoznost i oblik taline. Pored toga, izrađeni uzorci podvrgnuti su ispitivanju homogenosti kako bi se utvrdilo eventualno postojanje uključaka u materijalu. Količina uključaka koja onemogućuje izradu epruveta iz izratka ili narušava njegov integritet smatrana je nezadovoljavajućom, a primijenjeni parametri metode aktivnog hlađenja uranjanjem u tom su slučaju označeni kao nepovoljni.

Unutar utvrđenog optimalnog područja parametara, utjecaj aktivnog hlađenja uranjanjem kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom na udio pojedinih mikrostrukturnih faza kod dupleks nehrđajućeg čelika utvrđen je ispitivanjem udjela mikrostrukturnih faza te omjera austenit/ferit. Uzorci su izrađeni uz primjenu različitih režima aktivnog hlađenja te, posljedično, uz različite toplinske cikluse. Udio pojedinih mikrostrukturnih faza određen je analizom slike mikrostrukture s optičkog mikroskopa, a potvrđen pretražnim elektronskim mikroskopom i analizom kemijskog sastava pomoću energetske disperzivne rendgenske spektroskopije. Udio ferita dodatno je utvrđen feritmetrom. Posebna pozornost posvećena je utvrđivanju prisutnosti sekundarnih mikrostrukturnih faza.

Treća hipoteza testirana je ispitivanjem mehaničkih svojstava (tvrdoća, čvrstoća i žilavost) na uzorcima izrađenim postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom uz primjenu različitih parametara aktivnog hlađenja te, posljedično, različitih toplinskih ciklusa. Mjerenje tvrdoće provedeno je Vickersovom metodom uz primjenu različitih opterećenja. Usporedbom izmjerenih vrijednosti tvrdoće utvrđen je utjecaj aktivnog hlađenja. Analiza rasipanja vrijednosti tvrdoće izmjerenim pri različitim opterećenjima poslužila je kao indikacija prisutnosti tvrdih sekundarnih mikrostrukturnih faza karakterističnih za dupleks nehrđajuće čelike.

Vlačna čvrstoća i granica razvlačenja ispitane su statičkim vlačnim testom na standardnim epruvetama izrezanim iz izratka. Analiza rezultata pokazala je utjecaj aktivnog hlađenja na čvrstoću proizvedenog materijala. Budući da su epruvete izrađene longitudinalno i transversalno u odnosu na slojeve izratka, utvrđena je i izotropnost čvrstoće.

Žilavost je ispitana određivanjem vrijednosti udarnog rada loma na standardnim epruvetama izrezanim iz izratka također u smjeru (longitudinalno) i okomito na smjer (transverzalno) slojeva materijala. Analizom rezultata utvrđen je utjecaj različitih toplinskih ciklusa na opću razinu žilavosti materijala, ali i njenu izotropnost.

Izvorni znanstveni doprinos ovog istraživanja je kako slijedi:

1. Primjena i validacija metode aktivnog hlađenja uranjanjem za izratke od dupleks nehrđajućeg čelika izrađene postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom.
2. Kvantifikacija optimalnih vrijednosti parametara metode aktivnog hlađenja uranjanjem i aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom na temelju procjene stabilnosti procesa te geometrijskih značajki i homogenosti izratka od dupleks nehrđajućeg čelika.
3. Definicija interakcije parametara metode aktivnog hlađenja uranjanjem i udjela mikrostrukturnih faza te mehaničkih svojstava (tvrdoća, čvrstoća i žilavost) izratka od dupleks čelika izrađenog postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom.

2. PREGLED DOSADAŠNJIH ISTRAŽIVANJA I SAZNANJA

2.1. Aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom

Iako prvi patent potječe još iz 1925. godine, postupak aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom detaljnije se počeo proučavati te pridobivati interes znanosti i industrije tek u zadnjih dvadesetak godina [32], [33].

Uporaba aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom omogućava neke prednosti koje konvencionalne proizvodne tehnologije nemaju: uštedu materijala, veću slobodu prilikom konstruiranja proizvoda, manju količinu otpada, ubrzanje procesa izrade proizvoda od ideje do gotovog dijela itd. Također, uz navedene prednosti, spomenuta tehnologija ima i ograničenja kao što su poteškoće vezane uz generiranje putanje gibanja alata, teško kontrolirana razina zaostalih naprezanja u konačnom proizvodu, nemogućnost dobivanja hrapavosti površine usporedive s onom kod konvencionalne strojne obrade te, ograničenje koje je u fokusu ovoga rada, utjecaj parametara procesa na svojstva materijala izrađenog aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom [34].

U usporedbi s drugim postupcima aditivne proizvodnje metala, aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom može postići značajno veći depozit materijala te, praktički, neograničenu veličinu proizvoda, a sve uz relativno nisku cijenu, prvenstveno zbog izostanka potrebe za velikim ulaganjima u opremu [35], [36].

Recentna istraživanja pokazuju da, u prosjeku, gotovo polovica (preciznije 48 %) čelika ugrađenog u konstrukcije ne sudjeluje u preuzimanju projektiranog opterećenja zbog ograničene i suviše pojednostavljene geometrije elemenata koji se uglavnom svode na limove, šipke i profile [36]. Imajući tu činjenicu na umu, aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom svojom mogućnošću izrade dijelova gotovo neograničene geometrije otvara mogućnost značajne uštede materijala. Osim toga, ušteda se ogleda i u smanjenoj potrebi za naknadnim proizvodnim i montažnim postupcima zbog proizvoda koji su oblikom prikladniji za konačnu konstrukciju [36]. Manja masa konstrukcije, osim financijske uštede materijala, implicira i brojne posredne uštede čineći konstrukciju vitkijom, a njezinu proizvodnju i montažu bržom i jednostavnijom. Most izrađen postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom

prikazan na slici 1., primjer je optimizacije oblika konstrukcije s obzirom na očekivana opterećenja uz značajnu uštedu utrošenog materijala.



Slika 1. Most izrađen aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom [37]

S obzirom na činjenicu da se postupak aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom mahom koristi za izradu dinamički opterećenih konstrukcija, razina zaostalih naprezanja značajno utječe na svojstva konačnog proizvoda, osobito kada je u pitanju otpornost na umor materijala. Stoga su brojna istraživanja usmjerena na ublažavanje ovoga ograničenja. Dio tih istraživanja fokusiran je na eksperimentiranje s različitim režimima naknadne toplinske obrade cjelovitog proizvoda [38].

Zanimljiv pristup kojim se pokušava doskočiti navedenom problemu jest i istraživanje utjecaja miješanja različitih dodatnih materijala prilikom procesa aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom gdje se, s određenim uspjehom, postiglo umanjenje razine zaostalih naprezanja kombinirajući dvije žice od nehrđajućih čelika (austenitni AISI 304L i feritni AISI 430) s različitim koeficijentima toplinskog širenja [39].

Uvjerljivo najjednostavniji način redukcije zaostalih naprezanja jest primjena odgovarajućih parametara procesa, prvenstveno optimizacija unosa topline, ali i uporaba odgovarajućih zaštitnih plinova [40], [41].

Ne osobito praktičan za industrijsku primjenu, ali vrlo efikasan u eliminiranju dijela zaostalih naprezanja pokazao se postupak međuprolaznog valjanja, u pravilu neposredno nakon skrućivanja taline. Međuprolazno valjanje može se primijeniti tako da je sila valjanja paralelna ili okomita u odnosu na smjer izrade proizvoda [42].

Aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom načelno je moguće proizvesti bilo koju geometriju, no glavni izazov pri tome je kontrola taline u različitim položajima polaganja slojeva te, posljedično, dimenzijska točnost gotovog komada, ali i eventualna prisutnost nepravilnosti kao što su poroznost, naljepljivanje, ugorine, pukotine i slično. Navedena problematika dolazi do izražaja kod, u realnoj proizvodnji, prilično čestih situacija – „T“ i „X“ sjecišta dviju ploha kao što je prikazano na slici 2. [43]. Naravno, kod kompleksnih oblika problem je još izraženiji te su stoga neka istraživanja usmjerena ka različitim metodama precizne kontrole taline, od primjene tehnike njihanja, do uporabe vanjskog magnetskog polja [44], [45], [46].



Slika 2. Primjer nepravilnosti uslijed neadekvatne putanje polaganja slojeva [43]

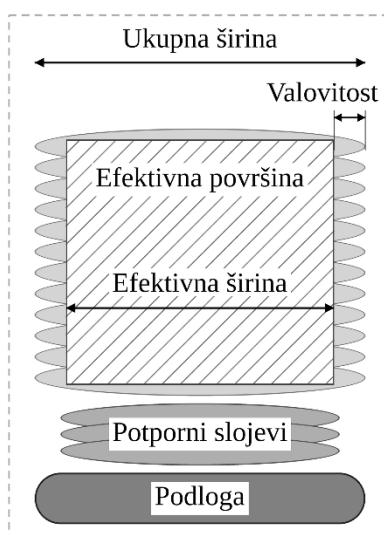
Gruba tekstura površine i unutarnje nepravilnosti poput naljepljivanja i poroznosti izravna su posljedica nestabilnosti procesa ili nepovoljnih parametara. Odabir optimalnog načina prijenosa metala prilikom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom od presudne je važnosti za stabilnost procesa, pa je odabir postupaka s kontroliranim načinom prijenosa metala poput CMT

postupka (engl. *Cold Metal Transfer*) vrlo učestao, osobito u slučaju proizvodnje izradaka od aluminija i aluminijevih legura [47].

Parametri procesa (jakost struje, napon, brzina, unos topline...) također su vrlo značajni za stabilnost procesa, a napose zaštitni plin koji, determinirajući kemijske reakcije u talini i oko taline, osim na stabilnost, utječe i na svojstva dobivenog materijala [48], [49].

Često spominjanu uštedu materijala moguće je kvantificirati pomoću omjera mase utrošenog materijala (kod konvencionalne obrade to se odnosi na sirovac) i mase konačnog proizvoda. Taj se omjer označava kao iskoristivost materijala (engl. *Buy to Fly – BTF*) [32]. Naime, visina pojedinog sloja kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom obično se kreće u rasponu od 1 mm do 2 mm uz prateću valovitost površine od otprilike 0,5 mm [32]. Posljedično, ovom tehnologijom u većini slučajeva nije moguće izraditi proizvod konačnog oblika, nego proizvod koji je oblikom blizak konačnom. Dakle, u određenim slučajevima, potrebna je naknadna strojna obrada komada kako bi poprimili konačan oblik.

Ipak, imajući na umu da je iskoristivost materijala kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom uglavnom manja od 1,5, naknadna strojna obrada svejedno predstavlja značajnu uštedu u usporedbi s konvencionalnom obradom odvajanjem iz sirovca [32]. Shematski prikaz iskoristivosti materijala kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom prikazan je na slici 3.



Slika 3. Shematski prikaz iskoristivosti materijala kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom [2]

Također valja napomenuti da strojna obrada komada izrađenih aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom često predstavlja nemali izazov. Naime, aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom podrazumijeva taljenje materijala prilikom proizvodnje. Kao što je to uobičajeno kod klasičnog zavarivanja, talina je pod neposrednom zaštitom pomno kontrolirane plinske atmosfere kako bi se nepoželjni kemijski procesi s okolinom sveli na minimum, no ta zaštita, osim u iznimnim situacijama, nije potpuna. Mali dio taline obično ipak dođe u kontakt s okolnom atmosferom i tada nastupa oksidacija i drugi slični procesi. Dio solidificiranog, ali još uvijek zagrijanog metala na temperaturu blisku solidusu također je reaktivan. Izrada, na primjer, visokog ravnog zida otegotna je okolnost kod formiranja zaštitne atmosfere prilikom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom jer visoki ravni zid svojim oblikom ne pruža nikakav, barem djelomično zatvoren prostor, koji bi olakšao zadržavanje zaštitnog plina u okolini taline i netom skrućenog metala. Klasične sapnice kod, recimo, MAG postupka ne mogu osigurati zadovoljavajuću plinsku zaštitu te na taj način spriječiti nastajanje različitih spojeva na površini metala – oksida, nitrida, sulfida i slično. S druge strane, troska kod konvencionalnog zavarivanja uglavnom ispliva iz taline. To je također slučaj i kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom uz razliku da troska, uslijed velikog broja slojeva, najčešće završi na površini izrađenog komada ili, kao uključak, između slojeva materijala.

Gore navedeno čini površinu komada koju treba strojno obraditi nepravilnom i, kemijskim sastavom i svojstvima, iznimno heterogenom. Tako se tu mogu naći neke vrlo tvrde strukture ili neke potpuno meke i duktilne, a najčešći je slučaj kombinacija obiju. Stoga odabir odgovarajućeg alata za strojnu obradu zaista postaje izazov.

Postojeća kompleksnost dodatno se komplicira ako je u pitanju proizvodnja komada od niklovihih legura koje tijekom aditivne proizvodnje teže formiranju vrlo tvrdih precipitata raspoređenih u duktilnoj matrici [50], [51].

2.1.1. Oprema za aditivnu proizvodnju električnim lukom i žicom

S obzirom na činjenicu da se postupak aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom može izvesti koristeći, u svojoj osnovi, različite postupke zavarivanja, dijelovi opreme se razlikuju od slučaja do slučaja. Ipak, osnovne komponente sustava načelno su iste. Kako se uobičajeno radi o automatiziranom sustavu, komponenta odgovorna za kontrolu gibanja električnog luka najčešće je robotski sustav. U slučaju potrebe za većom krutošću, brzinom ili preciznošću

koristi se portalna izvedba uređaja za kontrolu gibanja. Različite vrste translacijski ili rotacijski pomičnih stolova učestali su osobito kod izrade osnosimetričnih komada. Gotovo svaki troosni manipulator ili robotski sustav može poslužiti kao rudimentarni uređaj za upravljanje putanjom električnog luka.

Slično, mnogo je vrsta dostupnih izvora struje koji mogu poslužiti za generiranje električnog luka, a konačni izbor pretežno će definirati materijal žice. Primjerice, titanijeve legure uglavnom se izrađuju koristeći stabilni električni luk TIG ili plazma postupka, dok se za većinu ostalih materijala koristi oprema za MIG/MAG. Sve veća brojnost inačica MIG/MAG postupka s niskim unosom topline čini ga osobito pogodnim za aditivnu proizvodnju električnim lukom i žicom.

Postupak aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom, za razliku od njemu srodnog zavarivanja, obično je dugotrajan proces koji nerijetko zahtijeva višesatnu kontinuiranu izradu komada. U takvim okolnostima stabilnost procesa, odnosno električnog luka, od iznimne je važnosti. Tome dodatno pridonosi slojeviti način proizvodnje zbog potencijalnog povećanja i multiplikacije grešaka u narednim slojevima. Suvremeni uređaji za MIG/MAG zavarivanje s mikroprocesorskim upravljanjem i visokim frekvencijama odziva na informacije iz povratne veze omogućuju održavanje električnog luka stabilnim unatoč izrazito stohastičkim zbivanjima u talini i oko nje.

Suvremena oprema za aditivnu proizvodnju električnim lukom i žicom ključna je za osiguravanje stabilnosti i preciznosti procesa, posebice kod izrade složenih struktura s velikim brojem uspostava i završetaka električnog luka gdje specifična putanja gibanja i kompenzacija geometrijskih značajki imaju presudnu ulogu.

Yuan i suradnici [52] istraživali su napredne sustave poput robotiziranog CMT postupka koji omogućuje dinamičko upravljanje parametrima kao što su brzina dodavanja žice, brzina kretanja pištolja te slobodni kraj žice, čime se postiže stabilan prijenos metala i smanjuje rasprskavanje, što je presudno kod višestrukih ciklusa uspostave i završetka električnog luka. Precizna kontrola putanje gibanja robota, koordinirana putem softvera kao što je RobotStudio, osigurava točno pozicioniranje slojeva prilagođavajući se složenim geometrijama s prevjesima bez potrebe za dodatnim potpornim strukturama. Oprema dodatno omogućuje kompenzaciju geometrijskih nepravilnosti nanesenog sloja putem prilagodbe kuta pištolja i optimizacije procesnih parametara čime se održava konzistentnost na početku i kraju svakog sloja.

Ove značajke ne samo da povećavaju stabilnost procesa, već i pospješuju ponovljivost, što je od osobitog značaja za efikasnu proizvodnju složenih metalnih dijelova uz minimalni udio škarta.

Softversko upravljanje putanjom gibanja kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom donosi osobite prednosti kod preciznosti i stabilnosti procesa, posebice ako se izrađuju komponente s brojnim geometrijskim specifičnostima. Napredni softverski sustavi omogućavaju automatizirano generiranje i simulaciju trajektorije te tako osiguravaju precizno pozicioniranje zavarivačkog pištolja tijekom izrade uzimajući u obzir ponašanje taline.

Primjena strojnog učenja unapređuje ovaj proces korištenjem algoritama za predikciju optimalnih parametara procesa temeljenih na povijesnim podacima pohranjenim u bazama podataka. Tako se broj iteracija u eksperimentima može značajno reducirati [53].

Umjetna inteligencija, posebice kroz koncept inteligentne aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom (engl. *Intelligent Wire and Arc Additive Manufacturing – IWAAM*), omogućuje dinamičko prilagođavanje putanje u stvarnom vremenu koristeći duboke neuronske mreže za analizu geometrijskih značajki te kompenzaciju odstupanja tijekom višeslojne izrade, npr. predviđanjem deformacija kod prevjesnih struktura. Takav pristup dodatno povećava točnost polaganja slojeva, minimizira greške i omogućava izradu bez potpornih struktura. Time se značajno unapređuje učinkovitost i ponovljivost procesa aditivne proizvodnje [54].

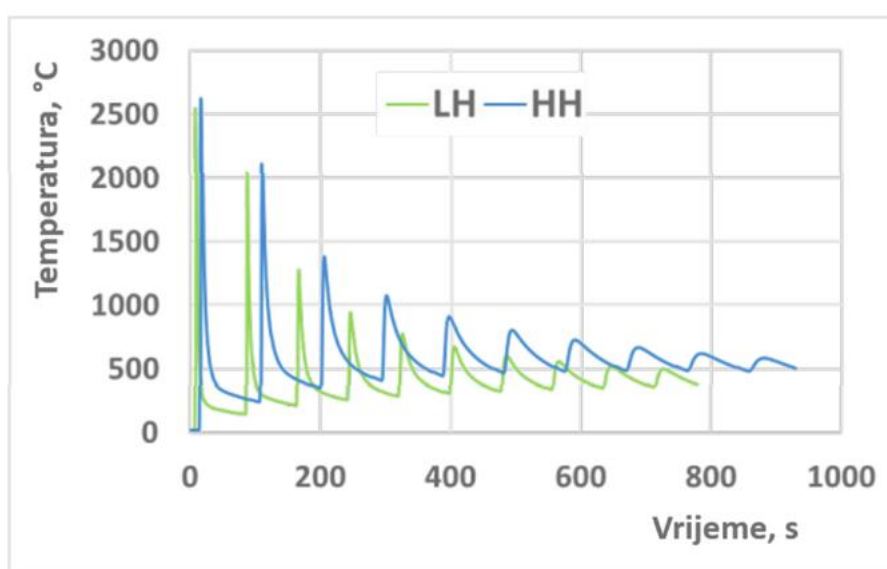
2.1.2. Specifičnosti toplinskog ciklusa

Aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom, zbog svoje izuzetno kompleksne temperaturne povijesti materijala, zahtijeva pažljivo upravljanje procesnim parametrima. Upravljanje toplinom, odnosno temperaturnim poljima, ključno je za održavanje stabilnosti procesa i sprečavanje prekomjernog zagrijavanja koje može dovesti do povećanih deformacija [55].

Utjecaj na toplinska naprezanja determiniran je temperaturom komada koja se izravno povezuje s unosom topline te utječe na veličinu i dubinu taline, kao i na temperaturnu povijest materijala [56]. Također, s temperaturom je povezana i viskoznost taline koja određuje tečenje kapljevitoz metala i njegovu sposobnost da poprimi željenu geometriju. Preniska viskoznost olakšava širenje taline, ali može dovesti do formiranja grešaka poput pojave brežuljaka (engl. *humping*)

ako nije pravilno kontrolirana [55]. Nestacionarnost temperaturnog gradijenta tijekom procesa može utjecati na formiranje poroznosti i anizotropnost mehaničkih svojstava izradaka [56].

Optimizacija osnovnih parametara, uključujući struju, napon i brzinu dovođenja žice, ključna je za kontrolu oblika taline i brzine hlađenja, čime se minimiziraju greške poput naljepljivanja slojeva. Unos topline, kao temeljni procesni parametar, ima presudni utjecaj na akumulaciju topline u komadu. Na slici 4. prikazana je razlika u toplinskom ciklusu materijala u slučaju primjene više (HH) i niže (LH) razine unosa topline [56]. Trajektorija polaganja slojeva također je presudna za toplinska naprezanja i akumulaciju topline, napose kod složenih geometrija kod kojih se temperaturna polja brzo mijenjaju.

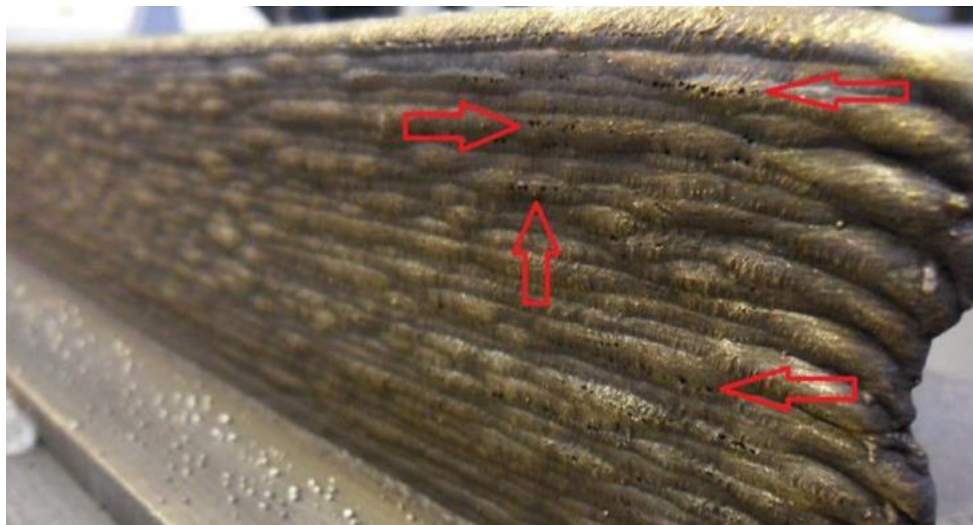


Slika 4. Usporedba toplinskog ciklusa materijala tijekom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom uz dvije razine unosa topline; LH – niži unos topline; HH – viši unos topline [56]

2.1.3. Tipične greške i kontrola kvalitete

Kao i drugi proizvodni postupci, aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom suočava se s nizom tipičnih grešaka koje mogu utjecati na kvalitetu proizvedenih dijelova. Identifikacija i kontrola tih grešaka ključna je za osiguranje kvalitete, ponovljivosti i funkcionalnosti gotovih proizvoda.

Poroznost obično nastaje uslijed neadekvatnog taljenja odnosno skrućivanja metala što rezultira nepotpunim izbacivanjem plinova iz taline. Ovaj fenomen često se javlja u slojevima koji su prebrzo ohlađeni, a može biti izazvan i neoptimalnim procesnim parametrima, poput jakosti struje i napona luka. Utvrđeno je da se poroznost često pojavljuje kod osobito velikih brzina dodavanja žice i visokih razina unosa topline uz relativno niske međuprolazne temperature što rezultira izraženim temperaturnim gradijentom [57]. Na slici 5. prikazan je primjer površinske poroznosti uslijed neadekvatne plinske zaštite taline.



Slika 5. Površinska poroznost kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom [18]

Pukotine u proizvodima izrađenim aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom nastaju uslijed toplinskih naprezanja koja proizlaze iz izraženih temperaturnih promjena tijekom procesa. Velike temperaturne razlike uzrokuju nejednoliku dilataciju materijala što dovodi do povećanih naprezanja u materijalu te, posljedično, pukotina [58]. Ova pojava posebno je izražena kod materijala s relativno visokim koeficijentom toplinskog širenja. Također, neadekvatna zaštitna atmosfera tijekom izrade može pogoršati situaciju izazivajući nisku adheziju između slojeva i degradaciju njihovih mehaničkih svojstava.

Uz pretpostavku da nisu uzrokovani neprikladnom trajektorijom zavarivačkog pištolja, nepravilnosti u geometriji slojeva često su rezultat nejednolikog slobodnog kraja žice tijekom polaganja slojeva te naglih promjena brzine taljenja. Visina luka i brzina dodavanja žice ključni su faktori koji mogu izazvati nestacionarnosti u širini i visini nanesenih slojeva, čime se smanjuje dimenzijska preciznost konačnog dijela i narušava kvaliteta površine [59]. Kako bi se

osigurala pravilna i ujednačena geometrija slojeva, važno je održavati stabilnost procesa kroz nadzor i kontrolu procesnih parametara.

Oksidacija na površini može se dogoditi zbog nedovoljnog protoka zaštitnog plina, što rezultira smanjenjem mehaničkih svojstava te, eventualno, greškom naljepljivanja ili čak pukotinama. Isti problem javlja se i u slučaju nepravilne geometrije sapnice koja uzrokuje turbulencije zaštitnog plina te tako dovodi kisik iz okolne atmosfere u kontakt s talinom. Problem površinske oksidacije posebno je izražen kod materijala poput bakrovih i niklovih legura gdje slaba plinska zaštita tijekom taljenja može dovesti do ozbiljnih problema u završnoj obradi, smanjujući ukupnu kvalitetu komponente [60].

Kontrola kvalitete u proizvodnom procesu zahtijeva kontinuiranu analizu i praćenje različitih parametara koji utječu na kvalitetu konačnih proizvoda. Osnovne metode kontrole uključuju praćenje jakosti struje, napona, temperature i geometrije slojeva, dok napredni pristupi koriste algoritme za detekciju anomalija u stvarnom vremenu.

Jedan od najvažnijih pristupa u kontroli kvalitete kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom je praćenje električnih signala izvora struje tijekom polaganja slojeva [61]. Promjene u tim signalima mogu ukazivati na nestacionarnost procesa koja pak može dovesti do nekih od prethodno navedenih grešaka. Suvremeni izvori struje s mikroprocesorskim upravljanjem mogu izbjeći ili ublažiti pojavu grešaka prikladnom i pravovremenom reakcijom odnosno korekcijom procesnih parametara.

Nadzor geometrije slojeva krucijalan je za sprječavanje nepravilnosti u dimenzijama proizvoda. Različite metode poput akustičkog nadzora, optičkih senzora i termalnih kamera koriste se za praćenje visine sloja i širine električnog luka [61]. Integracija ovih tehnologija omogućava preciznu kontrolu slojeva u stvarnom vremenu i sprječava akumulaciju grešaka kroz više slojeva.

S obzirom na složenost procesa aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom, duboko učenje postaje ključni alat za detekciju nepravilnosti u stvarnom vremenu. Različiti modeli, uključujući neuronske mreže i algoritme za prepoznavanje uzoraka, omogućuju analizu podataka sakupljenih tijekom procesa i predviđanje nastanka nepravilnosti [57]. Ovi pristupi omogućuju pravovremenu adaptaciju procesa i optimizaciju procesnih parametara, čime se povećava kvaliteta konačnih proizvoda.

Konvencionalne metode nerazornih ispitivanja omogućuju relativno brzo i sigurno otkrivanje nepravilnosti bez potrebe za razaranjem dijelova. Metode poput ultrazvučnog i rendgenskog ispitivanja te termografije mogu učinkovito otkriti površinske i unutarnje nepravilnosti, uključujući poroznost, pukotine i nedostatke u spajanju slojeva. Ipak, valja napomenuti da uobičajena nepravilna geometrija površine komada izrađenog aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom predstavlja bitno ograničenje u primjeni ovih metoda. Zbog toga šira primjena nerazornih ispitivanja simultano s proizvodnim procesom zahtijeva detaljnija istraživanja i optimizaciju opreme [59].

2.2. Dupleks nehrđajući čelici

Dupleks nehrđajući čelici (engl. *Duplex Stainless Steels – DSS*) predstavljaju posebnu skupinu nehrđajućih čelika s feritnom i austenitnom mikrostrukturom u približno jednakim udjelima, što rezultira jedinstvenom sinergijom između mehaničkih i korozijskih svojstava. Dobra korozijska svojstva posljedica su tankog oksidnog sloja bogatog kromom koji se formira na površini materijala. Ako je u neposrednoj okolini dostupna dovoljna koncentracija kisika, površinski oksidni sloj ima mogućnost samoobnavljanja u slučaju oštećenja. Za dobru korozijsku postojanost ovih čelika važna je i činjenica da je razlika potencijala između ferita i austenita vrlo niska ako su njihovi udjeli podjednaki. Tako dupleks nehrđajući čelik, iako nije monofazan, odlikuje iznimna korozijska postojanost u brojnim vodljivim medijima.

Mikrostruktura dupleks čelika rezultat je kontroliranog kemijskog sastava u kojem su uravnoteženi alfa i gama fazi legirani elementi. Novije vrste dupleks čelika sadrže 18 – 28 % kroma, 4 – 8 % nikla te manje dodatke molibdena, dušika, mangana i drugih elemenata koji stabiliziraju željenu dvofaznu strukturu [62]. Relativno nizak sadržaj nikla čini cijenu ovih materijala konkurentnom [63].

Feritna faza u dupleks čelicima prvenstveno osigurava visoku čvrstoću i otpornost na napetosnu koroziju, dok austenitna faza poboljšava duktilnost, žilavost i otpornost na lokalizirane oblike korozije kao što su rupičasta i interkristalna korozija [62].

Razvoj dupleks čelika započeo je ranih 1930-ih, pri čemu se prva komercijalna proizvodnja odvijala paralelno u Švedskoj i Francuskoj. Početne formulacije bile su siromašne niklom, što je pogodovalo feritnoj stabilnosti, ali ograničavalo otpornost na interkristalnu koroziju. Značajniji napredak postignut je tek 1970-ih kada je dostupnost visokokvalitetnih rafinacijskih tehnika omogućila precizniju kontrolu kemijskog sastava i smanjenje količine štetnih intermetalnih faza [62]. Time su razvijene moderne generacije dupleks čelika s uravnoteženim sadržajem ferita i austenita, što je rezultiralo znatnim poboljšanjem otpornosti na napetosnu koroziju u kloridnim medijima, kao i na opću te interkristalnu koroziju [64].

Zahvaljujući ovim svojstvima, dupleks čelici primjenjuju se u brojnim industrijskim sektorima: u brodogradnji, gdje se koriste za izradu propelera, osovina i kućišta pumpi; u kemijskoj i petrokemijskoj industriji, gdje se koriste za cjevovode, izmjenjivače topline i tlačne posude; u desalinizacijskim postrojenjima i industriji proizvodnje papira i celuloze te u brojnim drugim

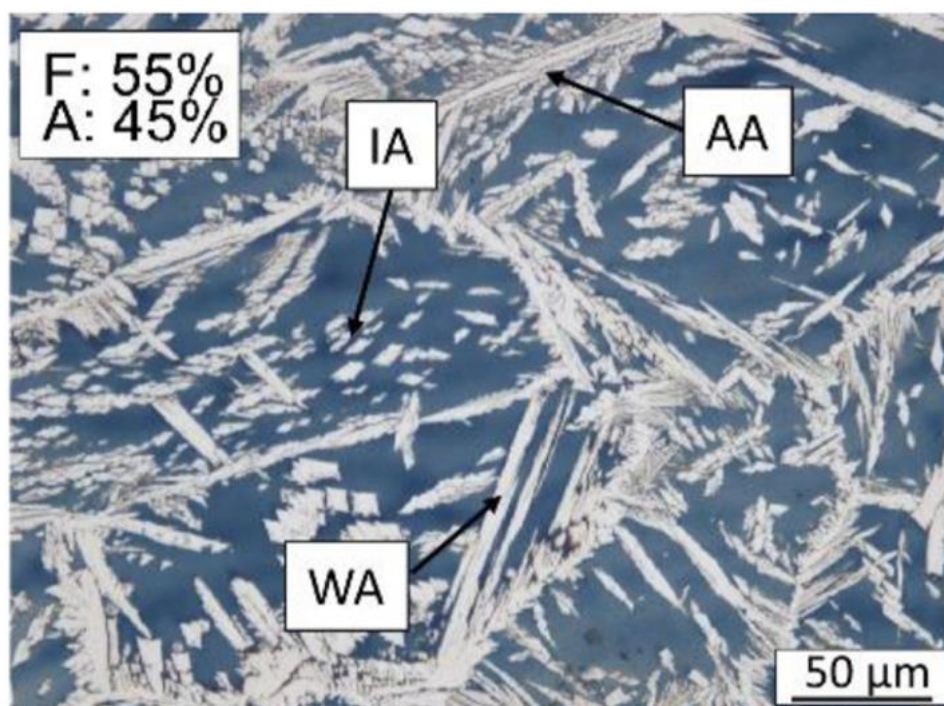
granama industrije koje istodobno postavljaju visoke zahtjeve za mehanička i korozijska svojstva materijala. S obzirom na značajno višu čvrstoću u odnosu na austenitne čelike, dupleks čelici često omogućuju smanjenje debljine stijenki komponenata, čime se ostvaruju značajne ekonomske i tehničke prednosti prilikom projektiranja konstrukcija [62].

2.2.1. Mikrostruktura dupleks nehrđajućih čelika

Kao što je već navedeno, mikrostruktura dupleks čelika sastoji se, u idealnom slučaju, od jednakih udjela austenitne (γ) i feritne (α) faze, bez bilo kakvih drugih mikrostrukturnih faza. Feritnu fazu karakterizira prostorno centrirana kubična kristalna rešetka (engl. *Body Centered Cubic* – *BCC*).

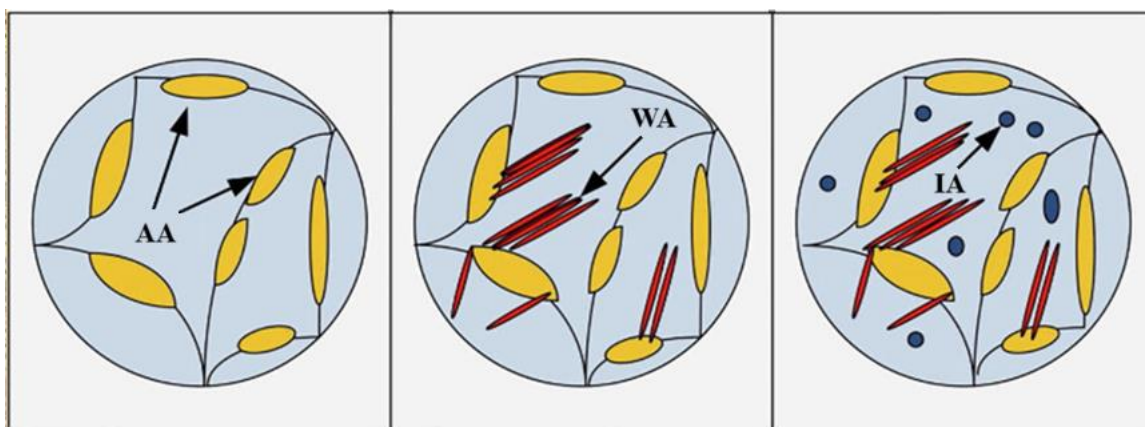
Tijekom hlađenja taline, pri još visokim temperaturama, najprije se formira ferit. Padom temperature ispod feritne solvus linije, dio kristala ferita se transformira te nastaju prvi nukleusi austenita kojeg, pak, karakterizira plošno centrirana kubična kristalna rešetka (engl. *Face Centered Cubic* – *FCC*) [65], [66]. Tako standardni dupleks sastav primarno kristalizira potpuno kao ferit, a zatim se iz ferita izlučuje austenit po granicama i unutar feritnih zrna.

Brzina hlađenja i kemijski sastav znatno utječu na količinu i morfologiju nastalog austenita. Sporije hlađenje (npr. kod velikih odljevaka, žarenja ili aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom) pogoduje nastanku alotriomorfni austenitnih zrna po granicama feritnih zrna te interkristalnih austenitnih zrna. Bržim hlađenjem također nastaju alotriomorfna austenitna zrna po feritnim granicama, ali i igličasti Widmanstättenov austenit. Još veće brzine hlađenja uzrokovat će nastanak sekundarnog austenita i, moguće, kromovih nitrida, u slučaju da je stvaranje austenita potisnuto [63], [67]. Na slici 6. prikazani su različiti pojavni oblici austenita. Slika 7. prikazuje uobičajeni redoslijed njihove precipitacije.



Slika 6. Pojavni oblici austenita (AA – alotriomorfni austenit, IA – interkristalni austenit, WA – Widmanstättenov austenit) [68]

Legure bogatije gamagenim elementima koji stabiliziraju austenit (npr. Ni, N) formiraju veći udio austenitne faze pri hlađenju, pa mikrostruktura sadrži manje kontinuiranog ferita i grublje Widmanstättenove iglice austenita [66]. Nasuprot tome, legure siromašnije niklom mogu imati veći udio ferita u brzo ohlađenom stanju, što dovodi do nešto niže žilavosti materijala [67].



Slika 7. Redoslijed precipitacije različitih pojava oblika austenita (AA – alotriomorfni austenit, IA – interkristalni austenit, WA – Widmanstättenov austenit) [65]

Feritna faza u dupleks čelicima bitno utječe na svojstva i osjetljivost mikrostrukture na toplinsku obradu. Budući da je difuzija legirnih elemenata otprilike sto puta brža u feritu nego u austenitu, većina sekundarnih faza precipitira upravo iz feritne matrice tijekom relativno sporog hlađenja [67].

Ferit obiluje kromom i molibdenom, pa, pri zadržavanju u rasponu od 600 °C do 900 °C, može doći do izlučivanja intermetalnih faza bogatih tim elementima (σ i χ faza), najčešće na granicama ferit/austenit [66]. Te krhke faze znatno degradiraju žilavost i korozijsku postojanost čak i ako su prisutne u malim udjelima. Stoga se, u slučaju pojave štetnih sekundarnih faza, u pravilu provodi žarenje te gašenje komada. Uobičajeno homogenizacijsko žarenje provodi se na oko 1050 °C pri čemu se postiže ravnotežna mikrostruktura bez štetnih sekundarnih faza. Potom slijedi gašenje čime se zadržava približno jednak udio feritne i austenitne faze [66].

S druge strane, previsoka temperatura žarenja (> 1200 °C) uzrokuje otapanje primarnog austenita i pretvorbu u ferit koji se pri hlađenju transformira u sekundarni austenit, siromašniji niklom, molibdenom i dušikom. Takva mikrostruktura ima slabiju lokalnu otpornost prema koroziji [67].

2.2.1.1. α' faza

Ferit, zbog svoje slabe toplinske stabilnosti, ima tendenciju razgradnje već na temperaturama od oko 280 °C naviše. Feritna faza razgradnjom se razdvaja na dvije domene: željezom bogatu α matricu i kromom bogatu α' fazu. α' faza formira se u obliku precipitata koji nastaju u feritnoj komponenti dupleks čelika pri temperaturnom rasponu od 280 °C do 550 °C [69].

Mikrostrukturno, α' precipitati su izuzetno sitni (otprilike 2 – 20 nm) i ravnomjerno su raspoređeni unutar feritnih zrna. Zbog njihove male veličine teško ih je uočiti konvencionalnim mikroskopskim ili difrakcijskim metodama. α' faza često se detektira uporabom neutronske difrakcije ili Mössbauerove spektroskopije [70]. Također, prisutnost α' faze može se posredno utvrditi ispitivanjem mehaničkih svojstava poput mikrotvrdoće i udarnog rada loma [64].

Pojava α' faze dovodi do značajnih promjena mehaničkih svojstava dupleks čelika. Formira se isključivo u feritu te time uzrokuje očvršćivanje, ali i krhkost feritne matrice, dok austenitna faza ostaje nezahvaćena i duktilna. Posljedica toga je porast tvrdoće i čvrstoće uz drastičan pad

žilavosti materijala [71], [72]. Precipitacija α' faze posebno je izražena pri 475 °C, zbog čega je ovaj fenomen poznat kao *krhkost 475 °C*.

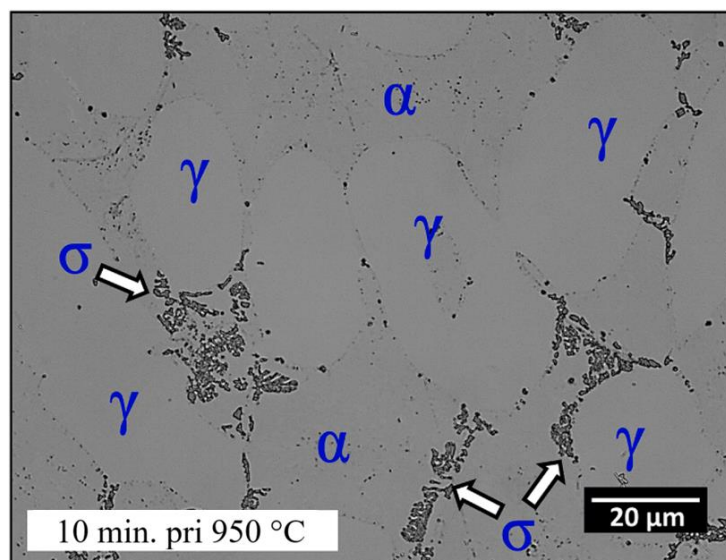
Pored degradacije žilavosti, α' faza utječe i na korozijska svojstva. Izdvajanje ove faze u feritu dovodi do smanjenja otpornosti na lokaliziranu koroziju (npr. rupičastu koroziju), zbog čega je primjena dupleks čelika ograničena na temperature do oko 300 °C [70].

2.2.1.2. σ faza

Sigma (σ) faza intermetalni je spoj koji se javlja u dupleks nehrđajućim čelicima pri povišenim temperaturama, obično između 600 °C i 1000 °C [73]. σ fazu karakterizira tetragonalna kristalna struktura te ima značajan negativan utjecaj na mehanička svojstva materijala. Osim toga, može ozbiljno smanjiti otpornost na koroziju, osobito na rupičastu i interkristalnu koroziju [74]. Nastanak ove faze posebno je izražen u uvjetima kada su dupleks čelici podvrgnuti dugotrajnim temperaturnim ciklusima u srednjem temperaturnom rasponu, što je često slučaj kod zavarivanja, toplinske obrade i aditivne proizvodnje.

Precipitirajući uz granice faza ferit/austenit i unutar feritnih zrna, σ faza osiromašuje okolnu matricu vezujući na sebe krom i molibden te tako uzrokuje dramatičan pad žilavosti, odnosno povećanje krhkosti. Češće nastaje na granici ferit/austenit, gdje dolazi do koncentracije naprezanja uslijed različitih koeficijenata toplinske ekspanzije između dviju faza, što potiče nakupljanje kroma i molibdena. Transformacija je difuzijski kontrolirana, pri čemu krom brže difundira u feritnoj nego u austenitnoj fazi, čime se ubrzava kinetika precipitacije. Brza difuzija, u kombinaciji s neusklađenim kristalografskim odnosom između σ faze i austenitne faze, objašnjava prednost formiranja iz feritne, a ne iz austenitne faze [75].

Kinetika nastanka σ faze uvelike ovisi o kemijskom sastavu čelika, a posebice o udjelu molibdena i kroma. Na višim temperaturama, kada čelik ostane dulje izložen visokom temperaturnom opterećenju, nukleacija i rast σ faze odvijaju se brže. Uz to, visoka koncentracija molibdena ubrzava njezino formiranje zbog brže difuzije toga elementa u feritu [76]. Brzina formiranja σ faze također je usko povezana s režimima hlađenja. Brzo hlađenje obično rezultira formiranjem precipitata σ faze finije morfologije, dok se kod sporijeg hlađenja formira veća i grublja struktura, što dodatno pogoršava mehanička svojstva [77]. Na slici 8. prikazana je σ faza izlučena po granicama i unutar feritnih zrna.



Slika 8. σ faza izlučena nakon toplinske obrade na 950 °C u trajanju od 10 min [78]

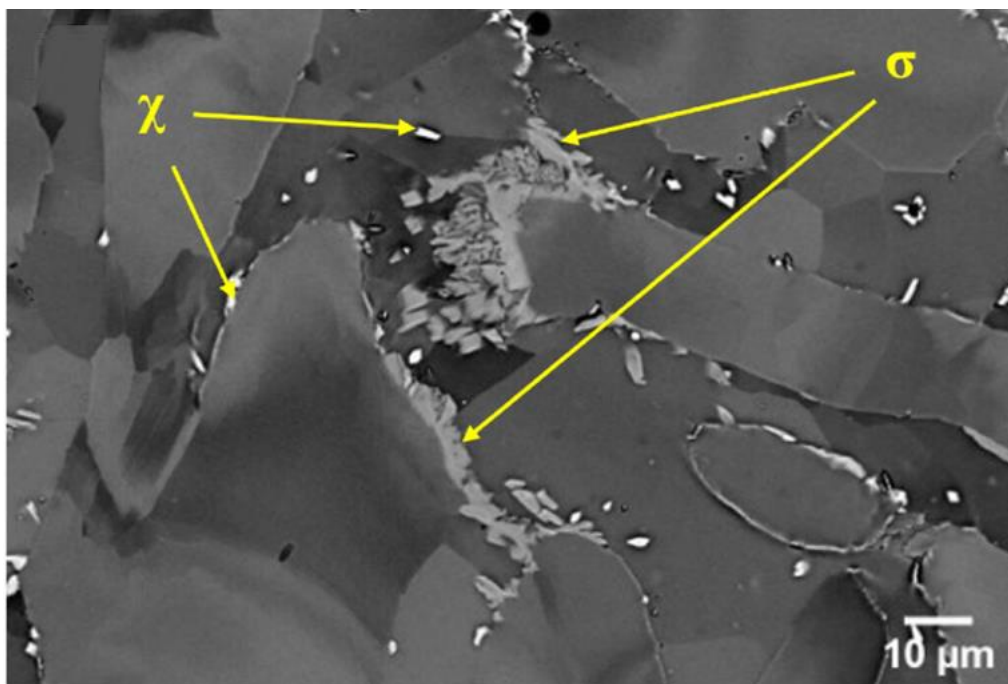
Kada čelik sadrži visoke koncentracije σ faze, dolazi do smanjenja otpornosti na koroziju. Naime, intermetalni spojevi poput σ faze mogu izazvati formiranje nehomogenih mikroskopskih područja koja su podložna korozijskim napadima. Osim toga, prisutnost σ faze može negativno utjecati na radni vijek čelika u primjenama koje zahtijevaju visoku otpornost na umor i visoku duktilnost [73].

2.2.1.3. χ faza

Chi (χ) faza je sekundarna intermetalna faza koja se pojavljuje u dupleks čelicima pri temperaturnom rasponu između 700 °C i 900 °C [75]. Slično kao i σ faza, χ faza formira se u uvjetima kada su u čeliku prisutne visoke koncentracije molibdena i kroma, koji su ključni za stabilizaciju ove faze. Također ima značajan negativan utjecaj na mehanička svojstva i korozijsku otpornost uzrokujući povećanje tvrdoće i čvrstoće, ali smanjenje žilavosti čelika. Precipitati χ faze uzrokuju lokalizirane promjene u strukturi i sastavu čelika, što ga čini podložnijim rupičastoj i napetosnoj koroziji. Prisutnost χ faze također smanjuje otpornost čelika na koroziju u agresivnim okruženjima s visokim udjelima klorida.

Sastav χ faze obično uključuje visoke udjele kroma, molibdena i željeza, a ona se obično formira duž granica zrna ferita, u područjima gdje se susreću feritna i austenitna faza. Iako brzina njezina formiranja nije tako velika kao kod σ faze, χ faza može se pojaviti u velikim količinama

nakon duljeg izlaganja povišenim temperaturama [73]. Faze χ i σ snimljene pretražnim elektronskim mikroskopom prikazane su na slici 9.



Slika 9. χ i σ faza snimljene pretražnim elektronskim mikroskopom [73]

2.2.1.4. Ostale sekundarne faze

Osim već navedenih, u mikrostrukturi dupleks nehrđajućeg čelika može se pojaviti još čitav niz sekundarnih i, za mehanička i korozijska svojstva, štetnih faza.

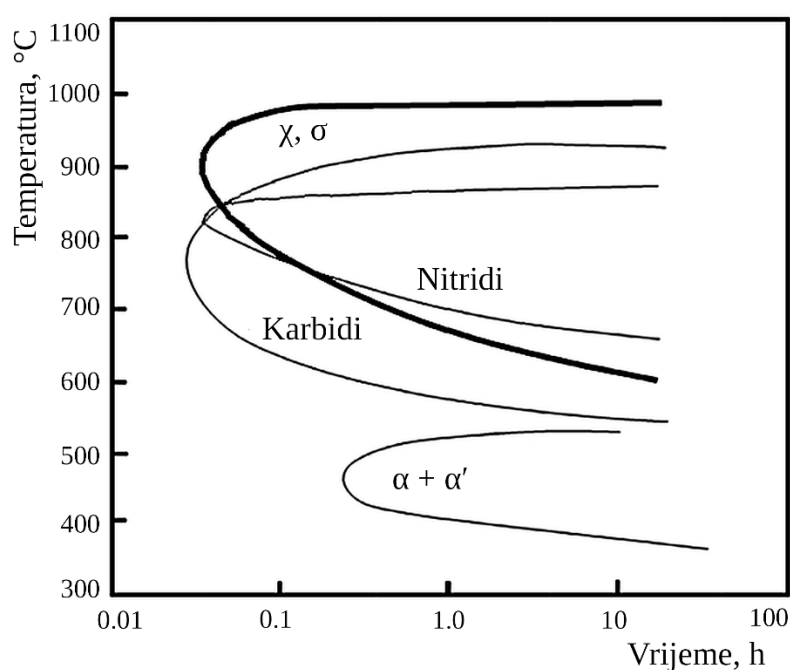
Tako, primjerice, može doći do precipitacije G faze u sličnom temperaturnom rasponu u kojem se javlja i α' faza, ako se materijal dovoljno dugo zadrži u tom rasponu. G faza je intermetalni spoj bogat niklom, silicijem i molibdenom koji se često izlučuje po granicama α'/α [79]. Distribucija i količina ovise o kemijskom sastavu čelika i uvjetima starenja. Na primjer, prisutnost molibdena potiče ravnomjernije i obilnije izdvajanje G faze u feritu, dok se u čelicima bez molibdena ovi precipitati formiraju rjeđe ili heterogenije [80].

R faza je intermetalna sekundarna faza koja se pojavljuje u dupleks nehrđajućim čelicima pri povišenim temperaturama, obično u rasponu od približno 550 °C do 900 °C [70]. Spada u skupinu štetnih intermetalnih spojeva čija pojava nepovoljno utječe na žilavost, duktilnost i korozijsku postojanost ovih čelika.

R faza se formira unutar feritne matrice, najčešće u čelicima s višim udjelom molibdena i to nakon duljeg izlaganja spomenutom temperaturnom intervalu. Karakterizira ju povećana koncentracija molibdena i nikla u odnosu na osnovni metal, uz značajan udio kroma. Energetski uvjeti za njezino nastajanje često nastupaju nakon što se ferit prethodno homogenizira otapanjem ranijih precipitata. Na primjer, kada se dupleks čelik, prethodno degradiran pojavom *krhkosti* 475 °C, zagrije na oko 550 °C, dolazi do otapanja α' precipitata te ferit postaje prezasićen molibdenom i niklom. Tijekom duljeg zadržavanja na 550 °C potom dolazi do nukleacije R faze iz prezasićene feritne faze.

Ova faza izdvaja se u obliku vrlo sitnih čestica unutar feritnih zrna. Često je prati i pojava sekundarnog austenita (γ_2) duž granica feritnih područja, što je povezano s lokalnim osiromašanjem kroma uslijed formiranja čestica R faze. Ova faza inicijalno nastaje disperzirano po feritu, no s vremenom se može pojaviti u većoj količini i na granicama zrna, ovisno o difuzijskoj dostupnosti legirnih elemenata [71].

Kromovi nitridi (CrN i Cr_2N), razni karbidi (M_7C_3 , M_{23}C_6 , M_6C), π faza, τ faza, ε faza i druge faze također mogu biti dio izuzetno kompleksne mikrostrukturne konfiguracije dupleks nehrđajućeg čelika [81], [82], [83], [84]. Svima je zajedničko, u većoj ili manjoj mjeri, narušavanje mehaničkih i korozijskih svojstava materijala. Pojavljuju se u različitim morfologijama, obično po granicama kristalnih zrna i pri različitim temperaturnim rasponima.



Slika 10. TTT dijagram za dupleks nehrđajući čelik X2CrNiMoN22-5-3 (2205) [75]

Također, sve sekundarne faze mogu se otopiti žarenjem na dovoljno visokoj temperaturi, ovisno o vrsti dupleks nehrđajućeg čelika, ali u pravilu višoj od 1050 °C [64]. Na slici 10. prikazan je TTT dijagram za karakteristične sekundarne faze u čeliku X2CrNiMoN22-5-3 (AISI 2205).

U tablici 1. prikazane su sekundarne faze u dupleks nehrđajućim čelicima zajedno s pripadajućim temperaturnim intervalima u kojima se pojavljuju te kemijskim sastavom i oblikom kristalne rešetke.

Tablica 1. Pregled sekundarnih faza u dupleks nehrđajućim čelicima [75]

Vrsta precipitata	Kemijski sastav	Temperaturni raspon stabilnosti, °C	Vrsta kristalne rešetke
Austenit (γ)	-	-	FCC
Ferit (α)	-	-	BCC
σ faza	Fe-Cr-Mo	600 – 1000	Tetragonska
α' faza	~ 80 % Cr	350 – 525	BCC
Kromov nitrid (1)	Cr ₂ N	550 – 1000	Heksagonska
Kromov nitrid (2)	CrN	550 – 1000	FCC
χ faza	Fe ₃₆ Cr ₁₂ Mo ₁₀	700 – 900	Kubična
R faza	Fe-Cr-Mo	550 – 700	Trigonska
π faza	Fe ₇ Mo ₁₃ N ₄	550 – 600	Kubična
τ faza	-	550 – 650	-
ε Cu	Cu	300 – 550	-
Karbid (1)	M ₇ C ₃ ¹	950 – 1000	Heksagonska
Karbid (2)	M ₂₃ C ₆	550 – 1000	Kubična
Karbid (3)	M ₆ C	~1050	FCC

¹ M – metal

2.2.2. *Fizička i mehanička svojstva dupleks nehrđajućih čelika*

Koeficijent toplinskog širenja dupleks nehrđajućih čelika relativno je nizak i sličan onomu kod konstrukcijskih čelika. Toplinska vodljivost nešto je viša u odnosu na austenitne čelike. Budući da sadrže ferit, dupleks nehrđajući čelici posjeduju određenu razinu magnetičnosti [62].

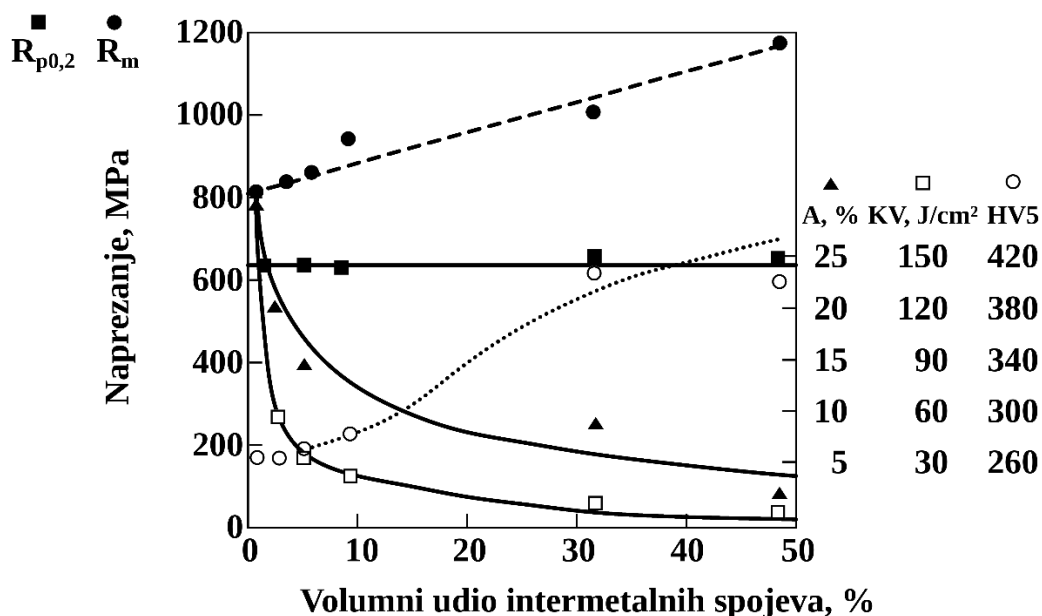
U usporedbi s većinom austenitnih i feritnih nehrđajućih čelika, dupleks čelike karakteriziraju više vrijednosti vlačne čvrstoće, a osobito granice razvlačenja. Pri sobnoj temperaturi razlika je gotovo dvostruka.

Može se nabrojati nekoliko mehanizama očvršnuća koji doprinose povišenju vlačne čvrstoće i granice razvlačenja. Intersticijsko očvršnuće krute otopine atomima ugljika i dušika jedno je od najznačajnijih. Kod ovog mehanizma osobito je djelotvoran dušik koji s udjelom od oko 0,2 % čini austenit čvršćim od ferita. Očvršnuće krute otopine supstitucijskim atomima kroma, molibdena, nikla i drugih, očvršnuće usitnjavanjem kristalnih zrna osnovnih mikrostrukturnih faza, očvršnuće pojavom sekundarnog austenita te naprezanja uzrokovana diferencijalnom kontrakcijom dviju faza tijekom hlađenja također su mehanizmi koji, u određenim slučajevima, omogućuju izuzetna mehanička svojstva dupleks nehrđajućih čelika [62].

Valjanjem se, osim usitnjavanja kristalnih zrna, utječe i na njihov oblik koji postaje izdužen u smjeru paralelnom s glavnom osi naprezanja. Tako anizotropnost mehaničkih svojstava ovisi o stupnju deformacije, odnosno, u slučaju valjanja, o konačnoj debljini stijenke. Smanjenjem debljine kod valjanih proizvoda anizotropnost postaje sve izraženija.

Varijacija čvrstoće dupleks nehrđajućeg čelika u ovisnosti o temperaturi pretežno je određena varijacijom čvrstoće feritne faze. Očvršnuće je naglašenije pri padu temperature od 20 °C do -100 °C, nego smanjenje čvrstoće u intervalu od 20 °C do 300 °C.

Tvrdoća dupleks nehrđajućih čelika kreće se u okvirnom rasponu od 250 HV do 350 HV. Naravno, ove se vrijednosti odnose na normalizirano stanje materijala. Na slici 11. zanimljivo je primijetiti da tvrdoća HV5 počinje rasti tek kada udio intermetalnih spojeva, odnosno izlučenih sekundarnih faza, prijeđe 5 %. Također, vidljivo je da žilavost materijala, mjerena udarnim radom loma, reagira izraženim padom vrijednosti pri puno manjem udjelu intermetalnih spojeva [62]. Ova spoznaja od velike je važnosti za analizu rezultata istraživanja u ovom radu.



Slika 11. Mehanička svojstva dupleks nehrđajućeg čelika X2CrNiMoCuN 25-6-3 (AISI 2507) u ovisnosti o volumnom udjelu intermetalnih spojeva (A , – istezljivost %, KV – udarni rad loma, J/cm^2 , $HV5$ – tvrdoća po Vickersu) [62]

Dupleks nehrđajuće čelike generalno karakterizira dobra žilavost. To se posebno očituje na relativno niskim prijelaznim temperaturama koje pokazuju da neki od ovih čelika zadržavaju zadovoljavajuću žilavost čak i pri $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ [62]. Preciznije, vrijednosti udarnog rada loma za dupleks čelike nalaze se između vrijednosti za feritne i austenitne materijale, što je i očekivano s obzirom na njihov dvofazni mikrostrukturni sastav.

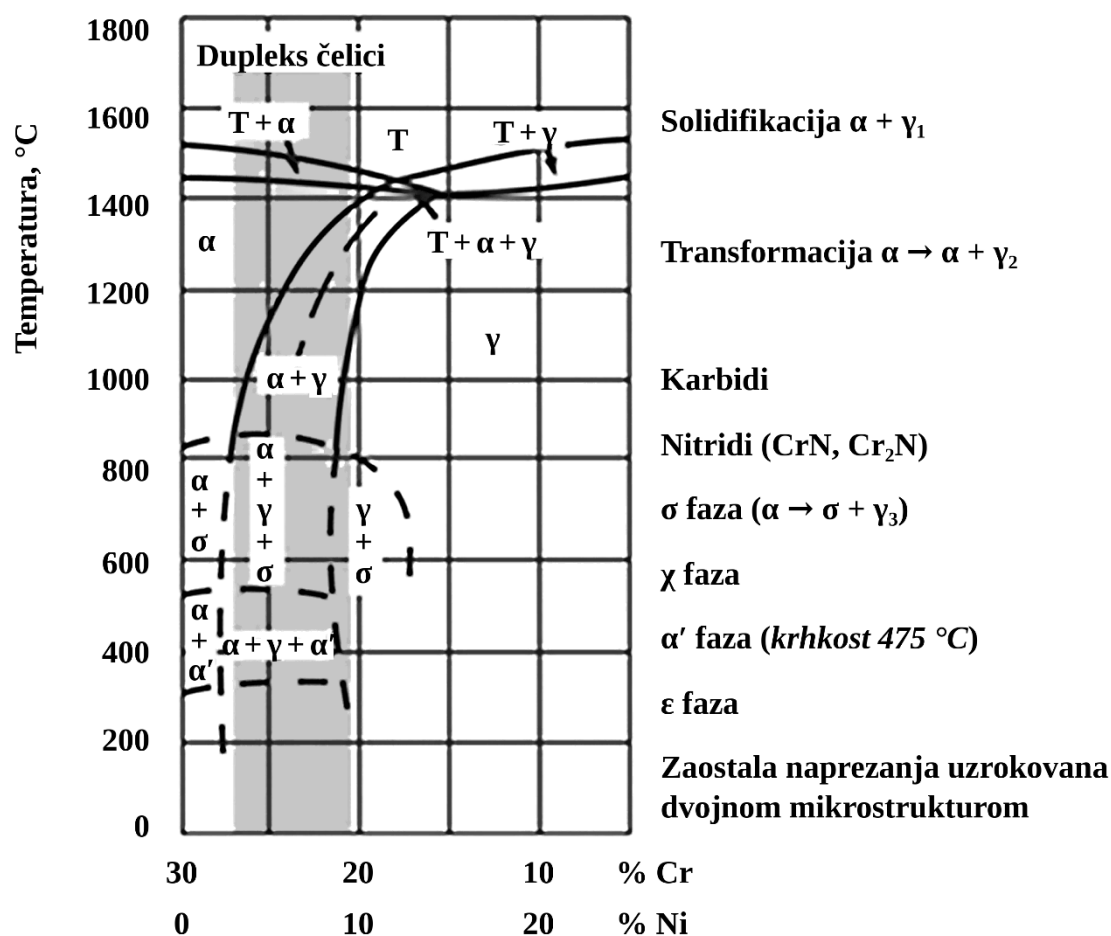
Kod toplinski obrađenih ili zavarenih konstrukcija žilavost može biti značajno drukčija. Kao što je već spomenuto, vrlo mali udjeli sekundarnih faza značajno degradiraju žilavost. Budući da se početak izlučivanja nekih štetnih sekundarnih faza odvija već pri $350\text{ }^{\circ}\text{C}$, dupleks nehrđajući čelici u eksploataciji u pravilu su ograničeni na temperature do oko $300\text{ }^{\circ}\text{C}$. Osim toga, prilikom zavarivanja posebna se pozornost mora obratiti na predgrijavanje i međuprolaznu temperaturu. S metalurške strane, žilavost se može poboljšati strogo kontrolom udjela zaostalih elemenata, poput aluminija i kisika, s ciljem izbjegavanja formacije oksida ili krhkog AlN [62].

2.3. Dupleks nehrđajući čelici u aditivnoj proizvodnji

2.3.1. Specifičnosti mikrostrukture

Prema pseudobinarnom dijagramu Fe-Cr-Ni prikazanom na slici 12., dupleks nehrđajući čelici iz kapljevito stanja najprije solidificiraju u potpuni ferit, a austenit se formira iz ferita ispod feritne solvus temperature [65]. Žarenje na temperaturi od otprilike 1100 °C, rezultira omjerom austenita i ferita 1:1.

Kako je već prethodno objašnjeno, osim o omjeru dviju osnovnih faza, svojstva dupleks nehrđajućeg čelika značajno ovise i o sekundarnim precipitatima i intermetalnim spojevima. Sklonost precipitaciji može se ugrubo procijeniti vremenom hlađenja od 800 °C do 500 °C [85]. Stoga je ključno održavati omjer dviju faza i istodobno izbjegavati štetne precipitate.



Slika 12. Pseudobinarni dijagram Fe-Cr-Ni [65]

Također, razvoj mikrostrukture dupleks nehrđajućeg čelika ovisi o njegovu kemijskom sastavu i proizvodnom procesu. Što se tiče kemijskog sastava, odgovarajući Cr_{eq}/Ni_{eq} povoljno utječe na stabilizaciju omjera dviju faza, dok rafinacija legure tijekom proizvodnje žice značajno pridonosi eliminaciji precipitata u aditivnoj proizvodnji [85].

S aspekta procesa aditivne proizvodnje, vrijeme hlađenja u rasponu od 1200 °C do 800 °C ($t_{12/8}$) trebalo bi se prilagoditi kako bi se postigla odgovarajuća količina i oblik austenita iz primarne feritne faze. Nadalje, vrijeme hlađenja u rasponu od 800 °C do 500 °C ($t_{8/5}$) trebalo bi biti što kraće kako bi se spriječilo formiranje štetnih precipitata [85]. Međutim, postizanje takve varijabilne brzine hlađenja u proizvodnom procesu predstavlja veliki izazov za proizvodnju i primjenu dupleks nehrđajućeg čelika.

Očigledno je, stoga, da proizvodnja dupleks nehrđajućeg čelika postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom zahtijeva osobitu pozornost usmjerenu prema toplinskom ciklusu materijala kako bi se, u konačnici, postigla povoljna raspodjela mikrostrukturnih faza.

Ipak, istraživanja [86] i [87] pokazuju da je takva raspodjela faza moguća. Dapače, ako se mehanička svojstva specificirana za žicu dodatnog materijala za, na primjer, čelik X2CrNiMoN22-5-3 usporede s, na standardnim epruvetama ispitanim, mehaničkim svojstvima aditivno proizvedenog dupleks čelika, primijetit će se da su čvrstoća i istezljivost materijala unutar specificiranih granica [88], [89], [90].

2.3.2. Poroznost

Zarobljeni plinovi, uslijed razlike u njihovoj topivosti između kapljevito i krutog stanja metala, rezultiraju poroznošću u gotovom komadu. Topivost plinova, a osobito vodika, razlikuje se također u različitim kristalnim rešetkama.

S obzirom na brojne fazne transformacije kod dupleks nehrđajućeg čelika, posebnu pozornost treba obratiti na čistoću i način skladištenja žice kako bi se eliminirali potencijalni izvori nepoželjnih plinova te, posljedično, poroznosti pri aditivnoj proizvodnji. Pojava pora također može biti uzrokovana interakcijom taline s okolnom atmosferom uslijed neadekvatne plinske zaštite pa je primjena posebno oblikovanih sapnica ili zaštitnih plinskih komora često nužna [65].

Međuprolazna temperatura jedan je od ključnih utjecajnih parametara kojim se može smanjiti poroznost u gotovom komadu. Na slici 13. prikazana je radiografska snimka dupleks nehrđajućeg čelika izrađenog aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom pri različitim međuprolaznim temperaturama gdje je jasno da količina poroznosti, između ostalog, ovisi i o međuprolaznoj temperaturi, odnosno brzini hlađenja taline.



Slika 13. Radiografski prikaz utjecaja međuprolazne temperature na poroznost [65]

2.3.3. Karakteristike površine izratka

Tekstura površine ne određuje samo izgled proizvoda, već značajno utječe na dinamičku izdržljivost materijala i njegovu korozijsku otpornost [91], [92]. Kvaliteta površine dijelova od dupleks nehrđajućeg čelika izrađenih postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom često nije prihvatljiva za konačne proizvode, stoga je često potrebna naknadna obrada. Imajući na umu brojne legirne elemente kod dupleks nehrđajućeg čelika, od kojih mnogi imaju veliki afinitet prema kisiku, razvidno je da, među ostalim procesnim parametrima, na konačno stanje površine značajno utječe i kvaliteta plinske zaštite prilikom nanošenja slojeva. U slučaju neadekvatne zaštitne atmosfere može doći do pojave površinske poroznosti koja značajno degradira korozijska i mehanička svojstva izratka [18].

2.3.4. Deformacije i zaostala naprezanja

Gibanje električnog luka tijekom aditivne proizvodnje uzrokuje nejednoliku i nestacionarnu distribuciju temperature u izratku. Fizička svojstva dupleks nehrđajućeg čelika, kao što su koeficijent toplinskog širenja i toplinska provodnost, puno su bliži onima kod austenitnih čelika nego onima kod ugljičnih čelika [65]. Stoga su deformacije i zaostala naprezanja uzrokovana toplinskim dilatacijama i solidifikacijskim skupljanjem materijala kod dupleks nehrđajućeg čelika posebno izražena [93].

Prema mehanizmu temperaturnog gradijenta (engl. *Temperature Gradient Mechanism – TGM*), zaostala naprezanja prvenstveno su posljedica toplinskih dilatacija pri ciklusu zagrijavanja i hlađenja materijala [94]. Naime, električni luk kao visokoenergetski izvor topline vrlo brzo zagrijava i tali dodatni, kao i dio osnovnog materijala u prethodnom sloju. Zagrijani materijal teži povećanju volumena, ali je ograničen okolnim, hladnijim materijalom, što rezultira formiranjem tlačne zone u zagrijanom području. Tijekom hlađenja, prethodno zagrijano područje teži smanjenju volumena, ali je djelomično ograničeno plastičnim deformacijama nastalim u fazi zagrijavanja. Konačno, u prethodno zagrijanom području stvaraju se vlačna zaostala naprezanja uravnotežena s okolnom tlačnom zonom [93].

Model faze hlađenja (engl. *Cool-down phase model*) drugi je način objašnjenja mehanizma nastanka zaostalih naprezanja u aditivno proizvedenim metalima. Značajan dio prethodno rastaljenog materijala ponovno će se rastaliti i solidificirati tijekom polaganja sljedećeg sloja. Faza hlađenja nakon ponovne solidifikacije materijala dovest će do smanjenja volumena koje djelomično ograničava prethodno deponirani materijal. Tako nastaje područje vlačnih naprezanja u položenom sloju [93].

Općenito, može se zaključiti da s povećanjem unosa topline i veličine izratka, rastu zaostala naprezanja. Za aditivno proizveden izradak od čelika X2CrNiMoN22-5-3 izmjerena zaostala naprezanja dosežala su čak 800 MPa [65]. Visokim zaostalim napreznjima unatoč, sklonost pojavi pukotina relativno je niska. Toj činjenici značajno pridonosi redosljed formiranja faza pri solidifikaciji i hlađenju koji, kod dupleks nehrđajućeg čelika, započinje s feritnom fazom.

2.3.5. *Specifičnosti kemijskog sastava*

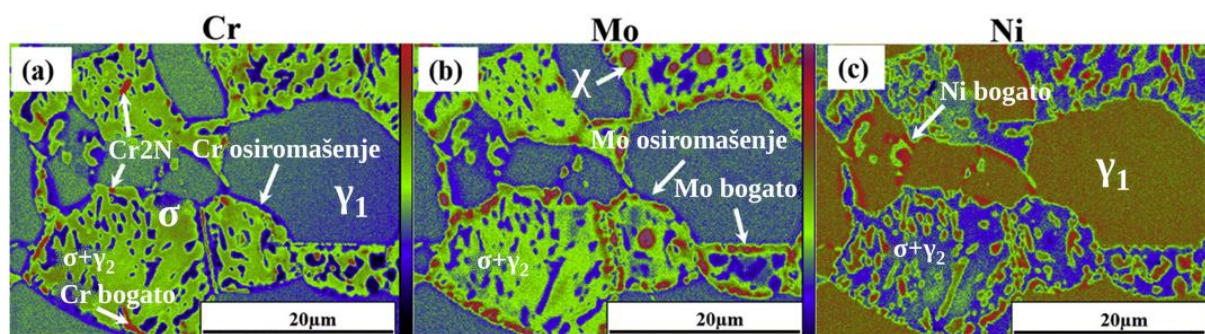
Distribucija kemijskih elemenata u dvjema osnovnim fazama varira s obzirom na omjer tih faza i temperaturnu povijest materijala. Naravno, feritna faza teži obogaćivanju alfaenim, a austenitna gamaenim elementima. Tako, naprimjer, intersticijski dušik difundira mnogo lakše negoli supstitucijski krom, nikal ili molibden.

Kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom u kapljevitom stanju metala, odnosno talini, distribucija legirnih elemenata je homogena. Tijekom solidifikacije difuzija je sputana relativno brzim hlađenjem, no, prilikom polaganja sljedećih slojeva i ponovnog zagrijavanja solidificiranog materijala, dovoljno dugo zadržavanje na dovoljno visokim temperaturama omogućuje da se krom i molibden koncentriraju u feritnoj, a nikal u austenitnoj fazi. Tako je u završnim slojevima zabilježen veći udio kroma i molibdena, a manji nikla u austenitnoj fazi nego u početnim ili središnjim slojevima [95].

Analogno elektrolučnom zavarivanju, kod postupka aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom također može doći do gubitka dijela legirnih elemenata uslijed isparavanja i izgaranja. Količina gubitaka prvenstveno ovisi o razini unosa topline, odnosno o temperaturi, veličini i vremenu egzistiranja taline [96]. Gubitak elementa je to izraženiji što je njegovo vrelište niže. Nejednoliko otparivanje elemenata distorzira kemijski sastav materijala te tako utječe na mikrostrukturu, mehanička i korozijska svojstva konačnog proizvoda [97], [98].

Dupleks nehrđajući čelik posebno je osjetljiv na gubitak dušika. Kada je koncentracijski gradijent od taline prema zaštitnoj atmosferi negativan, dušik prelazi iz taline u atmosferu. Kako bi se spomenuti gradijent ublažio te kompenzirao gubitak dušika, isti se obično dodaje u zaštitne plinove [97].

Sekundarne, štetne mikrostrukturne faze imaju vrlo velik utjecaj na raspodjelu kemijskih elemenata kod dupleks nehrđajućeg čelika. Tako, recimo, σ faza veže veliku količinu kroma iz svoje okoline, pa njezina nukleacija i rast duž granica zrna α/α i α/γ uvelike ovise o difuziji kroma. Pomno analizirajući kemijski sastav oko σ faze, može se uočiti područje osiromašeno kromom koje ju okružuje. Analogno vrijedi i za χ fazu koja sadrži oko 10 % masenog udjela molibdena [99]. Na slici 14. prikazana je raspodjela kroma, nikla i molibdena po i oko primarnog austenita (γ_1), σ i χ faze, sekundarnog austenita (γ_2) te kromovih nitrida.



Slika 14. Raspodjela kroma, molibdena i nikla po mikrostrukturnim fazama dupleks nehrđajućeg čelika [99]

Na slici 14. vidljivo je da se segregacija elemenata prvenstveno odvija po granicama zrna ili po feritnom zrnju koje je, u ovom slučaju, mahom transformirano u sekundarne faze. Područja primarnog austenita imaju značajno ravnomjerniju raspodjelu elemenata. Osnovni razlog tome je znatno manja brzina difuzije u austenitnoj fazi.

2.3.6. Specifičnosti korozivskih svojstava

Otpornost prema koroziji aditivno proizvedenih dupleks nehrđajućih čelika uglavnom ovisi o kemijskom sastavu, kvaliteti izrade (nepravilnosti i karakteristike površine) i mikrostrukтури. Istraživanja su pokazala da je otpornost prema koroziji obično usporediva ili inferiorna u odnosu na konvencionalno proizvedene ekvivalentne uzorke [65]. Gubitak legirnih elemenata, poroznost, tekstura površine, zaostala naprezanja, sekundarne faze i neuravnotežen omjer osnovnih faza tijekom procesa aditivne proizvodnje dupleks nehrđajućeg čelika osnovni su čimbenici koji pogoršavaju korozivska svojstva. Kako bi se učinkovito obnovila izgubljena svojstva, izrađeni komadi mogu se podvrgnuti naknadnoj toplinskoj obradi ili modifikaciji površine.

Jasno je da smanjenjem udjela kroma, molibdena i dušika, korozivska otpornost degradira [65]. Tako su neka istraživanja pokazala da čak i gubitak elemenata uslijed isparavanja tijekom aditivne proizvodnje negativno utječe na korozivska svojstva [97]. Pojava sekundarnih faza, a osobito σ faze, ima posebno velik negativni utjecaj, no, ako se tijekom aditivne proizvodnje izbjegne precipitacija sekundarnih faza, korozivska svojstva dupleks nehrđajućeg čelika bit će bliska onima u, recimo, valjanom stanju [25].

Sekundarni austenit, u usporedbi s primarnim, sadrži manje udjele kroma, molibdena i dušika. Općenito, ako je udio legiranih elemenata u dvjema osnovnim fazama različit, postoji mogućnost generiranja galvanskog članka između tih faza zbog razlike u potencijalu. Ovaj nedostatak posebno je bio izražen u ranim fazama razvoja dupleks nehrđajućih čelika. Međutim, recentna istraživanja na suvremenim dupleks nehrđajućim čelicima pokazala su da je njihova otpornost na koroziju zadovoljavajuća čak i ako omjer dviju faza odstupa od idealnog 1:1 ili ako legirni elementi nisu u potpunosti ravnomjerno raspodijeljeni [100], [101].

Za rupičastu koroziju, kao krucijalan čimbenik, pokazala se morfologija austenita [102]. Stoga raznoliki pojavni oblici austenita uobičajeni kod dupleks nehrđajućeg čelika proizvedenog aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom zasigurno neće pozitivno djelovati na otpornost prema rupičastoj koroziji.

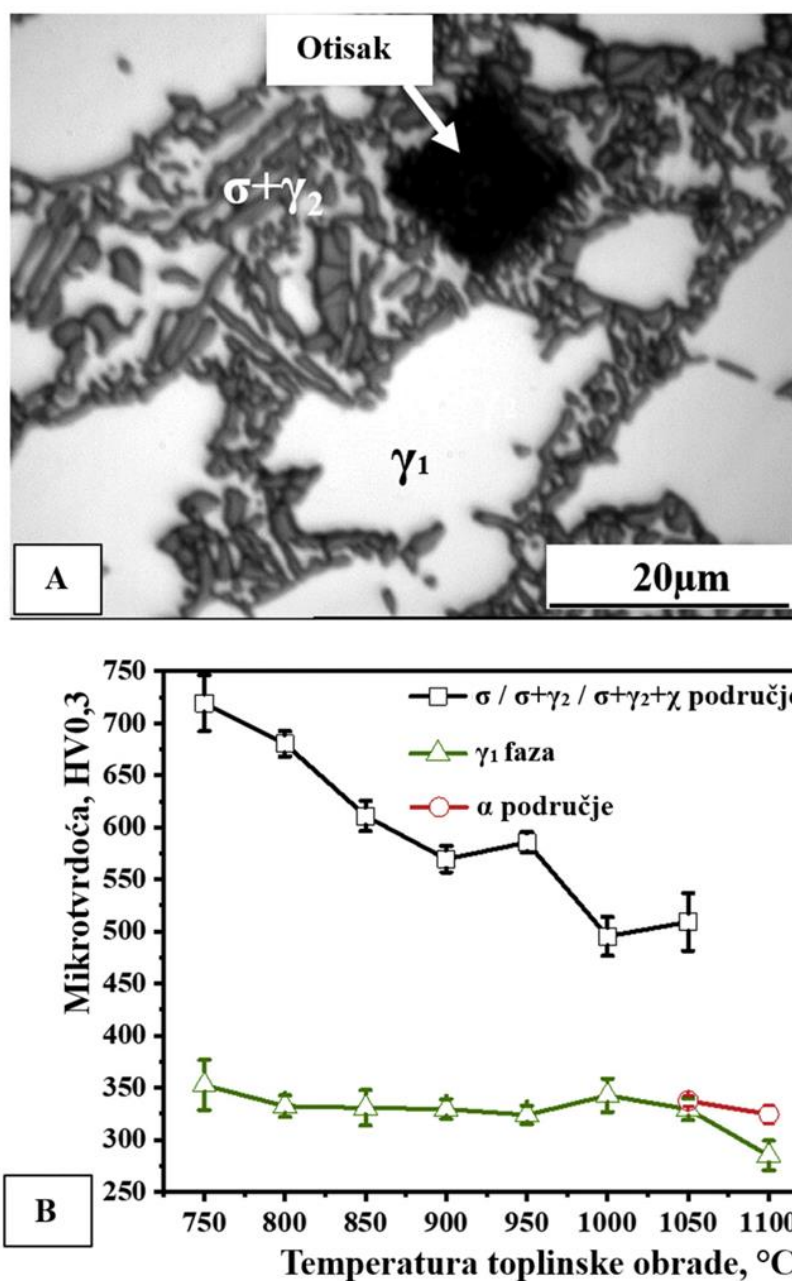
Kod komada izrađenih aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom prisutnost uključaka praktički je neizbježna, makar u maloj količini. Površinski uključci djeluju kao povoljna mjesta za nastanak rupičaste korozije. Iako se detalji mehanizma nastanka rupica razlikuju od istraživanja do istraživanja, obrazac koji se ponavlja ukazuje da uključci dovode do formiranja lokalno agresivnog kemijskog okruženja koje potom dovodi do lokalizirane korozije [103].

2.3.7. Specifičnosti mehaničkih svojstava

Tvrdoća dupleks nehrđajućeg čelika općenito ovisi o njegovu kemijskom sastavu i režimu obrade. Kako je feritna faza nešto tvrđa od austenitne, tako tvrdoća dupleksa ovisi o omjeru volumnih udjela tih faza. Neka su istraživanja pokazala da se tvrdoća mijenja s orijentacijom presjeka na kojem je izmjerena jer se s orijentacijom, zbog usmjerenosti kristalnih zrna, mijenja i omjer mikrostrukturnih faza, što je vrlo važno imati na umu pri interpretaciji rezultata tvrdoće kod dupleks čelika proizvedenog aditivnim postupcima [104]. Također, tvrdoća obiju osnovnih faza raste s povećanjem udjela legiranih elemenata u tim fazama [105]. Veličina zrna još je jedan utjecajni čimbenik. Smanjenjem veličine zrna, tvrdoća dupleks nehrđajućeg čelika raste.

Vrlo značajan utjecaj svakako imaju sekundarne faze koje, unatoč svojim malim dimenzijama, uvelike povišuju tvrdoću materijala. Istraživanja su zabilježila da tvrdoća pojedinih sekundarnih faza nije konstantna, nego ovisi o temperaturnoj povijesti pojedine faze [99]. S obzirom na cikličko zagrijavanje i hlađenje i različitu temperaturnu povijest različitih dijelova

izratka kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom, jasno je da tvrdoća sekundarnih faza neće biti ujednačena. Na slici 15. prikazane su vrijednosti mikrotvrdoće za pojedine faze u ovisnosti o temperaturama na kojima je dupleks nehrđajući čelik toplinski obrađen.



Slika 15. A – prikaz otiska indentora pri mjerenju mikrotvrdoće HV0,3 u područjima različitih mikrostrukturnih faza; B – mikrotvrdoća pojedinih faza u ovisnosti o temperaturi toplinske obrade dupleks nehrđajućeg čelika [99]

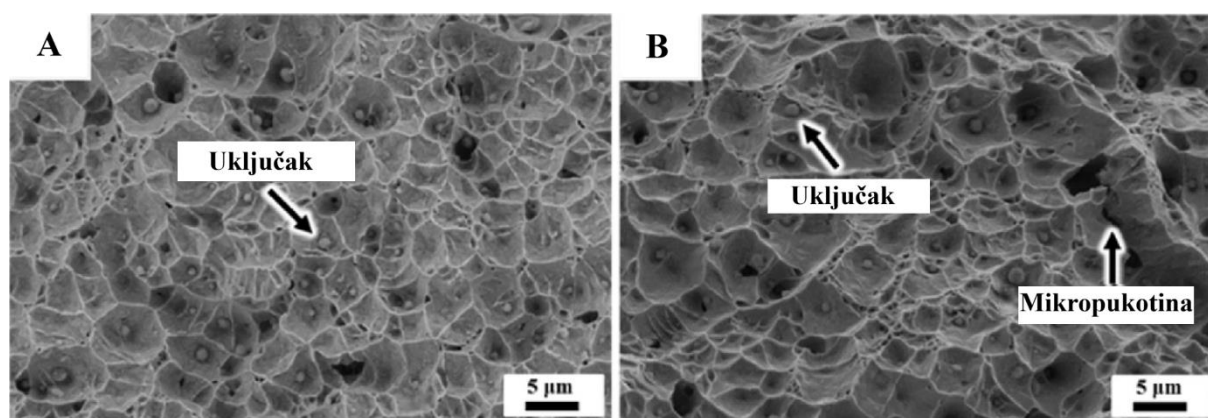
Za razliku od drugih aditivnih postupaka koji kao izvor topline koriste laser, aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom rezultira komadima čija je tvrdoća vrlo bliska tvrdoćama dupleks nehrđajućeg čelika u valjanom stanju. Tako je prema [65] tvrdoća ovog čelika izrađenog aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom iznosila 245 HV10, a istog materijala u valjanom stanju 267 HV10. Nešto niža vrijednost tvrdoće, u ovom slučaju, objašnjava se velikim udjelom relativno mekanog austenita kod aditivno proizvedenog dupleks čelika.

Valja napomenuti da se po Vickersovoj metodi dobivaju različite vrijednosti mikrotvrdoće ako se primjenjuju različita opterećenja prilikom mjerenja. Što je opterećenje manje, otisak indentora također je manji te se tako, u nekim slučajevima, udio zahvaćenih tvrdih sekundarnih faza povećava. Nasuprot tome, veći otisak indentora daje rezultate tvrdoće koji su puno bliži prosječnoj tvrdoći materijala jer zahvaća puno veću površinu i reprezentativniji udio svih prisutnih faza. Konačni rezultat primjene različitih opterećenja pri mjerenju tvrdoće jest značajno veće rasipanje izmjerenih vrijednosti pri nižim opterećenjima [106]. Također, opće je poznato da je srednja vrijednost tvrdoće viša što je niže primijenjeno opterećenje prilikom mjerenja po Vickersovoj metodi [107].

Iz prethodno navedenog proizlazi da je analizom izmjerenih vrijednosti mikrotvrdoće uz primjenu nekoliko različitih opterećenja moguće posredno utvrditi prisutnost tvrdih mikrostrukturnih faza kod dupleks čelika. Jasno, zbog promjenjivosti tvrdoće tih faza ovisno o njihovoj temperaturnoj povijesti, analizom tvrdoće nije moguća njihova karakterizacija, ali se s relativno visokom razinom pouzdanosti može detektirati njihova prisutnost. Upravo ovakvim postupkom potvrđeni su nalazi mikrostrukturne analize u ovom istraživanju.

Vrijednosti vlačne čvrstoće i granice razvlačenja dupleks nehrđajućeg čelika općenito nisu značajno narušene postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom. Ako se svojstva takvog materijala usporede sa svojstvima toplo valjanog materijala, uočiti će se razlika u vrijednostima tek oko 10 % u korist valjanog materijala. Međutim, aditivno proizvedene komponente karakterizira izražena anizotropnost mehaničkih svojstava koja je izravna posljedica specifičnih toplinskih uvjeta tijekom polaganja slojeva materijala odnosno, preciznije, izražene usmjerenosti rasta kristalnih zrna tijekom solidifikacije. Konkretno, materijal u smjeru poprečnom na smjer izrade ima veći udio feritne faze, dok u smjeru paralelnom sa smjerom izrade sadrži više austenitne faze zbog niže brzine hlađenja tijekom procesa. Ova razlika u mikrostrukтури izravno se odražava na mehanička svojstva. Tako su

vlačna čvrstoća i granica razvlačenja više poprečno na smjer izrade dok je istežljivost veća paralelno sa smjerom izrade [104]. Neovisno o smjeru ispitivanja, prijelomne površine obično odlikuje velika gustoća malih udubina (engl. *dimples*) što sugerira duktilnu narav loma, slično toplo valjanom limu. Ipak, pojava mikropukotina na prijelomnoj površini snažna je indikacija slabije duktilnosti i niže čvrstoće kod uzoraka čiji je smjer ispitivanja paralelan smjeru izrade. Detaljnom analizom prijelomne površine obično se mogu uočiti uključci manganovih ili silicijevih oksida koji zasigurno negativno utječu na vlačna svojstva. Time se objašnjava nešto slabija čvrstoća materijala proizvedenog aditivnim postupcima u odnosu na materijal proizveden konvencionalnim tehnologijama. Na slici 16. vidljiva je karakteristična morfologija prijelomne površine za dupleks čelik proizveden aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom.



Slika 16. Karakteristična prijelomna površina nakon statičkoga vlačnog ispitivanja za dupleks nehrđajući čelik proizveden aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom; A – ispitivanje provedeno okomito na smjer proizvodnje; B – ispitivanje provedeno paralelno sa smjerom proizvodnje [104]

Budući da je izduženost kristalnih zrna glavni uzrok anizotropnosti, redukcija izduženosti zrna rezultirat će ujednačenijim svojstvima. Više je metoda kojima se može smanjiti izduženost zrna, a time i anizotropnost vlačnih svojstava dupleks nehrđajućih čelika izrađenih aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom. Valjanje slojeva netom nakon njihova polaganja među prvim je istraženim metodama. Veći broj istraživanja potvrdio je pozitivan utjecaj na redukciju anizotropnosti, ali i općenito na vlačna svojstva. Visokofrekventne vibracije u području ultrazvuka mogu se primijeniti tijekom procesa aditivne proizvodnje te tako, djelujući na talinu, fragmentiraju dendrite i posljedično čine kristalna zrna obližim. Također, vibracije

moгу poslužiiti i kao naknadna obrada sa sličnim krajnjim rezultatom. Pored navedenih metoda, specifične oscilacije zavarivačkog pištolja tijekom polaganja slojeva te prilagodba procesnih parametara također mogu utjecati na smanjenje anizotropnosti materijala [108].

Dobivene vrijednosti udarnog rada loma dupleks nehrđajućeg čelika proizvedenog postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom prvenstveno treba promatrati kroz prizmu deklariranih vrijednosti za korišteni materijal žice. Prema tom kriteriju žilavost, mjerena udarnim radom loma, značajno nadmašuje vrijednosti propisane u certifikatima žice [109].

Sukladno rezultatima brojnih istraživanja, dupleks nehrđajući čelici proizvedeni postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom pretežno su austenitne strukture [18], [65]. Budući da austenit nema izražen nagli pad žilavosti pri sniženju temperature, očekivana žilavost aditivno proizvedenog dupleksa u pravilu je više nego zadovoljavajuća. Međutim, feritna je faza, iako manjinska, ona koja pretežno determinira žilavost materijala. Mnogo puta spomenute štetne sekundarne faze, uglavnom izlučene u feritu ili po granicama zrna, uvjerljivo su najznačajniji utjecajni čimbenik na žilavost materijala. Grubozrnatost, poroznost te razne segregacije i uključci, u manjoj ili većoj mjeri, uobičajeni su kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom te svi navedeni degradiraju žilavost. Stoga su izmjerene vrijednosti udarnog rada loma značajno niže kod aditivno proizvedenog materijala, nego kod onog proizvedenog, recimo, valjanjem [65].

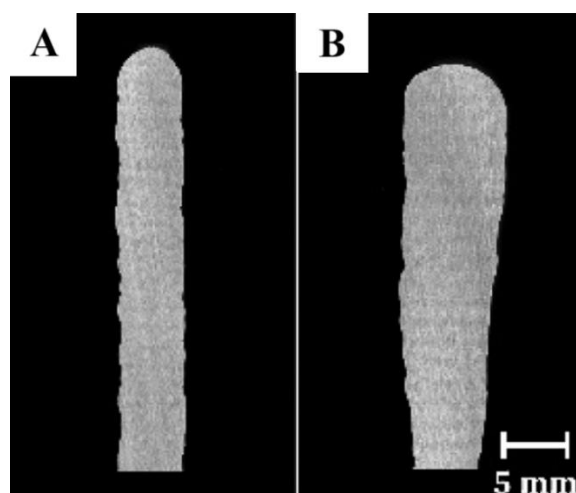
2.4. Aktivno hlađenje kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom

Aditivna proizvodnja električnim lukom i žicom obećavajuća je tehnologija za izradu velikih i kompleksnih metalnih konstrukcija. Ipak, zbog relativno visokih unosa topline, dugotrajno međuprolazno hlađenje značajno smanjuje brzinu proizvodnje. Budući da je očekivani trend primjene mahom usmjeren ka velikim konstrukcijama, brzina proizvodnje nameće se kao ključan parametar [110]. Stoga je nekoliko metoda aktivnog hlađenja privuklo pozornost istraživačke zajednice te su, u zadnjih nekoliko godina, dodatno analizirane i unaprijeđene.

Već je naglašena kompleksnost toplinskog ciklusa kod postupka aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom. Tome valja pridodati da toplinska povijest izrađenog materijala ne ovisi samo o procesnim parametrima izrade, nego i o kompleksnosti geometrije i veličini izratka. Tako je, uz iste procesne parametre, trajanje polaganja jednog sloja kod većeg izratka očigledno dulje negoli ono kod manjeg izratka. Time je kod većeg izratka omogućeno dugotrajnije hlađenje te niže postignute međuprolazne temperature. Naravno, to vrijedi uz pretpostavku da je izrada bila kontinuirana, bez pauza i da nikakvo dodatno hlađenje nije bilo implementirano. Ovisnost toplinskog ciklusa o veličini izratka posljedično znači narušenu ponovljivost njegovih svojstava ako se procesni parametri ne prilagode svakoj novoj veličini izratka.

Osim veličine konstrukcije, značajan utjecaj ima i njezina kompleksnost. Naime, odvođenje topline bit će intenzivnije na mjestima gdje je stijenka deblja ili je povezana s drugim stijenkama. Uzimajući navedeno u obzir, toplinska povijest aditivno proizvedenog materijala razlikovat će se od mjesta do mjesta, a posljedično i njegova mikrostruktura i svojstva. Heterogenost svojstava unutar komada teško se može okarakterizirati kao poželjna. Ako se u ovaj kontekst pridoda i izrazita ovisnost svojstava o temperaturnoj povijesti dupleks nehrđajućih čelika, jasno je da je primjenjivost postupka aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom na dupleks čelik značajno ograničena.

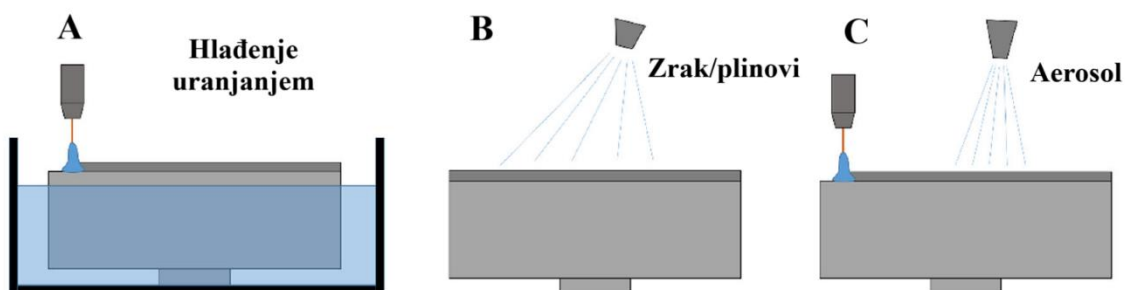
Nestacionarni temperaturni ciklus pri polaganju slojeva ima velik utjecaj i na viskoznost taline, a time i na geometrijske značajke izratka. Ukoliko se akumulacija topline ne kompenzira procesnim parametrima ili kontrolom međuprolazne temperature, temperatura taline se povećava, viskoznost smanjuje, a stijenka izrađenog komada postaje sve deblja kako je prikazano na slici 17.



Slika 17. Uobičajeni izgled presjeka aditivno proizvedene stijenke s vidljivim utjecajem akumulacije topline na geometriju izratka; A – s aktivnim hlađenjem; B – bez aktivnog hlađenja [111]

Kontrola toplinskog ciklusa aktivnim odvođenjem topline tijekom proizvodnog procesa pokazala se kao najpraktičnije i najekonomičnije rješenje za spomenute neujednačenosti svojstava i geometrije izratka bez značajnog produljenja vremena izrade.

Prva istraživanja aktivnog hlađenja bila su fokusirana na hlađenje uranjanjem koje je primijenjeno i u eksperimentalnom dijelu ovoga rada [111]. Ubrzo potom uslijedili su eksperimenti s prisilnim hlađenjem strujom stlačenog zraka i drugih plinova poput CO₂, zatim hlađenje aerosolom te odvođenje topline kondukcijom kroz podlogu [110], [112]. Na slici 18. shematski su prikazane različite metode aktivnog hlađenja.



Slika 18. Shematski prikazi različitih metoda aktivnog hlađenja; A – hlađenje uranjanjem; B – hlađenje strujom stlačenog zraka ili plina; C – hlađenje aerosolom [110]

2.4.1. Metoda aktivnog hlađenja uranjanjem

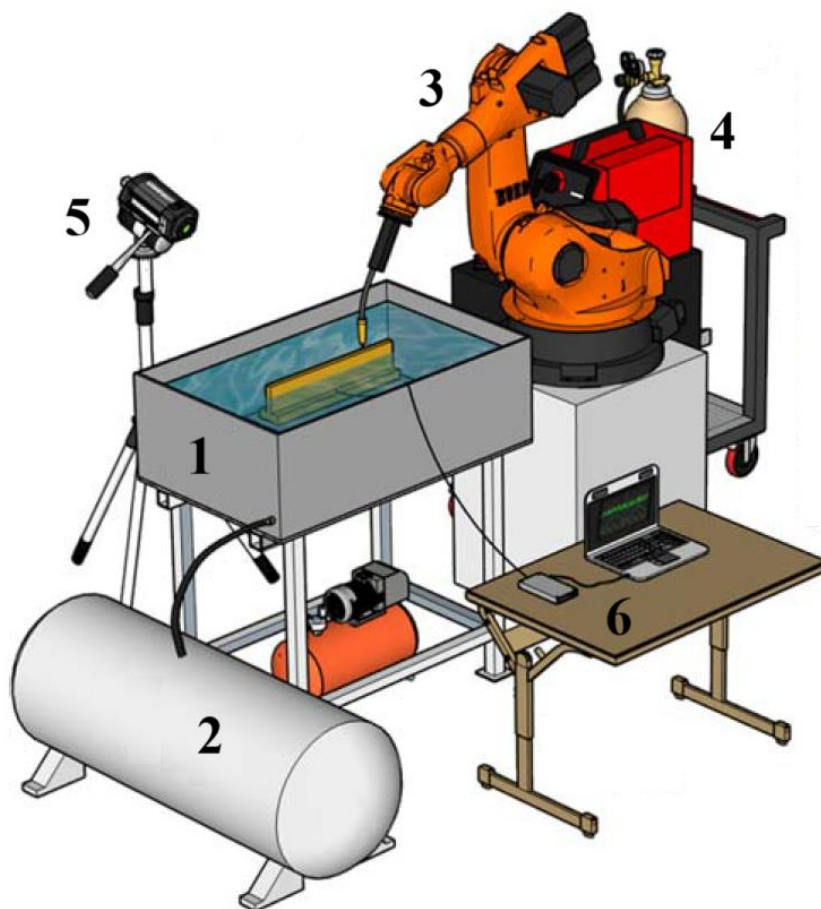
Metoda aktivnog hlađenja uranjanjem (engl. *Near Immersion Active Cooling – NIAC*) inovativna je strategija upravljanja toplinskim ciklusom kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom. Osnovni princip temelji se na kontinuiranom hlađenju izratka tijekom njegove proizvodnje tako da se rashladno sredstvo, obično voda, nalazi neposredno ispod trenutne razine polaganja slojeva [26]. Razina rashladnog sredstva prati visinu izratka, održavajući pritom konstantan razmak između gornje razine sredstva i posljednjeg deponiranog sloja materijala.

Za hlađenje uranjanjem obično se koristi posebno izrađeni nepropusni spremnik opremljen pumpama i senzorima kojima se kontrolira i prilagođava razina rashladnog sredstva. Spremnik je, u pravilu, otvoren s gornje strane omogućavajući pristup robotu i zavarivačkom pištolju. Također, donji dio spremnika opremljen je odgovarajućim mehaničkim i električnim sučeljem za prihvata podložne ploče na koju se polažu slojevi izratka te za osiguravanje električnog kontakta s izvorom struje. Za praćenje temperature rashladnog sredstva i izratka obično se koriste termoelementi i termovizijske kamere. Oprema za postupak aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom uz primjenu aktivnog hlađenja uranjanjem shematski je prikazana na slici 19.

Udaljenost rashladnog sredstva (engl. *Layer Edge to Water Distance – LEWD*) ključan je parametar metode aktivnog hlađenja uranjanjem [26]. Održavanje tog parametra konstantnim omogućuje stabilno odvođenje topline odnosno stabilizaciju toplinskog ciklusa izrađenog materijala. U praksi, udaljenost rashladnog sredstva najčešće varira od 10 mm do 30 mm. Niže vrijednosti rezultiraju bržim hlađenjem, ali povećavaju rizik od nepoželjnih mikrostrukturnih promjena materijala, na primjer, kaljenja. S druge pak strane, veća udaljenost rashladnog sredstva usporava hlađenje taline te potencijalno poništava učinak aktivnog hlađenja.

Drugi važan parametar aktivnog hlađenja uranjanjem je temperatura rashladnog sredstva. U istraživanjima se pokazalo da je promjena intenziteta odvođenja topline zanemariva ukoliko se temperatura zadržava u dovoljno uskom rasponu, najčešće od 15 °C do 25 °C [110]. U slučaju primjene preniskih temperatura sredstva moglo bi doći do prekomjernih deformacija izratka te nepoželjnih utjecaja na zaostala naprezanja i mikrostrukturu materijala. U dosadašnjim istraživanjima, pa tako i u eksperimentalnom dijelu ovog rada, nije korišteno prisilno strujanje rashladnog sredstva. Konvekcija unutar sredstva i njegovo prirodno strujanje uslijed razlike u

temperaturama uz stijenku izratka pokazali su se dovoljnim za ujednačavanje temperature rashladnog sredstva unutar spremnika.



Slika 19. Oprema za aktivno hlađenje uranjanjem pri aditivnoj proizvodnji električnim lukom i žicom; 1 – spremnik rashladnog sredstva, 2 – tlačni spremnik, 3 – robot, 4 – oprema za zavarivanje, 5 – termovizijska kamera, 6 – oprema za prikupljanje i analizu podataka [27]

Metoda aktivnog hlađenja uranjanjem, uz preciznu kontrolu navedenih parametara, omogućuje upravljanje temperaturnom poviješću materijala pri aditivnoj proizvodnji. Promjenama udaljenosti rashladnog sredstva mijenjaju se brzine hlađenja te tako utječe na krajnja svojstva materijala. U slučaju dupleks nehrđajućeg čelika od osobitog je značaja kontrola vremena hlađenja $t_{12/8}$ i $t_{8/5}$ zbog njegovih kompleksnih mikrostrukturnih pretvorbi. Ipak, valja napomenuti da ovom metodom hlađenja nije moguće mijenjati brzine hlađenja u različitim temperaturnim intervalima, nego je brzina hlađenja prirodno determinirana temperaturnim gradijentom između rashladnog sredstva i izratka. To, u slučaju dupleks čelika, znači da nije moguće vremenom $t_{12/8}$ podesiti optimalan omjer austenit/ferit pa potom značajno skratiti

vrijeme $t_{8/5}$ kako bi se izbjegla nukleacija i rast sekundarnih faza, nego se udaljenošću i temperaturom rashladnog sredstva definira optimalan intenzitet odvođenja topline, a brzina hlađenja biva funkcijom temperaturnog gradijenta.

Brojnim prednostima nasuprot, valja napomenuti da isparavanje rashladnog sredstva u blizini taline može pospješiti formiranje poroznosti u izratku, osobito kod materijala poput aluminija. Nadalje, veća udaljenost rashladnog sredstva, osim što usporava hlađenje taline, onemogućuje ponovljivost temperaturnog ciklusa u većem dijelu početnih i završnih slojeva materijala. Jedno od mogućih rješenja kojim se može doskočiti tom ograničenju jest izrada dodatnih slojeva koji prethode izratku te naknadnih slojeva nakon što je izradak već dovršen. Dodatni se slojevi uklanjaju po završetku proizvodnje. Pritom je jasno da se potreba za dodatnom obradom komada kao i značajno povećanje količine otpadnog materijala kosi s glavnim prednostima aditivne proizvodnje.

2.4.2. Druge metode upravljanja toplinskim ciklusom

Upravljanje toplinskim ciklusom kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom, osim metodom aktivnog hlađenja uranjanjem, izvedivo je i primjenom više alternativnih pristupa.

Konvencionalni način, uobičajen u tehnologiji višeprolaznog zavarivanja, jest kontrola međuprolazne temperature. Doduše, takav pristup se ne može svrstati pod aktivnu metodu jer se toplina iz izratka odvodi prirodno bez dodatnog zadiranja u intenzitet konvekcije, zračenja i/ili kondukcije. Glavna prednost ovoga pristupa je njegova jednostavnost, a najveće ograničenje je potencijalno dugo vrijeme čekanja između prolaza kako bi se temperatura spustila ispod željene razine. Odvođenje topline može biti dodatno usporeno ako geometrija i materijal izratka ograničavaju kondukciju (npr. tankostjene konstrukcije od materijala slabije toplinske vodljivosti), a nataloženi produkti izgaranja na stijenkama izratka ograničavaju konvekciju i zračenje. S druge strane, produljeno vrijeme hlađenja nije ograničavajući čimbenik kod dovoljno velikih konstrukcija kod kojih je vrijeme između polaganja slojeva ionako dugo.

Kod manjih izradaka problem akumulacije topline nije moguće riješiti isključivo pasivnim hlađenjem. Budući da akumulirana toplina ovisi o razlici između dovedenog i odvedenog toplinskog toka, toplinskim ciklusom može se upravljati kontrolirajući dovedeni toplinski tok, odnosno unos topline električnog luka. Niže vrijednosti struje i napona umanjit će količinu

unesene energije, ali će i bitno utjecati na geometriju stijenki izratka te izravno umanjiti količinu deponiranog materijala u jedinici vremena.

Aktivni pristupi upravljanju toplinskim ciklusom, za razliku od pasivnih, temelje se na oblikovanju geometrije i karakteristika podloge i/ili izrađenog dijela te uporabi sredstva za hlađenje koje je najčešće fluid koji se aplicira tijekom i/ili nakon procesa izrade [113]. Aktivno hlađenje podrazumijeva namjerno i kontrolirano odvođenje topline iz nataloženih slojeva tijekom ili neposredno nakon procesa izrade. Kod aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom najčešće se primjenjuju tri skupine aktivnih metoda hlađenja: hlađenje plinovima ili aerosolima, prethodno opisano hlađenje uranjanjem te termoelektrično hlađenje. Navedene metode pokazale su se znatno učinkovitijima od pasivnih strategija u kontroli toplinske povijesti izratka [114].

Hlađenje strujom plina predstavlja najjednostavniju i najrašireniju metodu aktivnog hlađenja. Temelji se na povećanju konvektivnog prijenosa topline usmjeravanjem struje stlačenog zraka ili drugog plina prema površini položenog sloja. Primjenom CO₂, N₂, ili zraka tijekom izrade postiže se značajno povećanje disipacije topline, pri čemu je CO₂ pokazao najveću učinkovitost [115]. Ova metoda utječe na oblik taline tako da, u konačnici, poboljšava kvalitetu površine te rezultira homogenijom i finijom mikrostrukturom uz povećanje čvrstoće i tvrdoće materijala [115]. Prednost je niska cijena i jednostavna implementacija. Ipak, toplinski kapacitet i gustoća spomenutih plinova značajno su manji u usporedbi s vodom, pa je potrebna velika količina plina kako bi odvedeni toplinski tok bio zadovoljavajući. To, pak, rezultira velikim protocima i velikom vjerojatnošću pojave turbulencija koje narušavaju stabilnost taline i zaštitne atmosfere prilikom izrade. Stoga je metoda hlađenja plinom u pravilu ograničena na primjenu neposredno nakon prekida električnog luka, a nikako tijekom procesa izrade [110].

S obzirom na to da se kapljevnom (npr. vodom) može odvesti značajno više topline nego plinovima, hlađenje aerosolom nameće se kao kompromisna opcija između metode uranjanja i hlađenja strujom plina. Hlađenje aerosolom ne zahtijeva velike protoke te je pogodno za primjenu tijekom procesa aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom. To je od posebnog značaja za dupleks čelik jer omogućuje upravljanje vremenom hlađenja $t_{12/8}$ i $t_{8/5}$ [110].

Kontrola toplinske povijesti materijala također je moguća i pomoću sustava za termoelektrično hlađenje koji se postavlja izravno na bočne površine izratka. U usporedbi s metodama hlađenja plinom, aerosolom ili kapljevnom, termoelektrično hlađenje kompaktno je i prilagodljivo

rješenje koje ne zahtijeva sustav cirkulacije rashladnog sredstva te eliminira rizik od curenja rashladne tekućine. Temelji se na Peltierovu učinku, pri čemu se toplina prenosi s hladne na toplu stranu izmjenjivača uz utrošak električne energije. Hladna strana izmjenjivača nalazi se u kontaktu s izratkom, dok se toplina s tople strane odvodi ventilatorima. Sustav omogućuje preciznu regulaciju intenziteta hlađenja promjenom ulaznog napona te se tijekom izrade automatski pomiče u smjeru izrade kako bi održao učinkovito odvođenje topline kod novih slojeva. Kako bi se osigurao učinkovit prijenos topline unatoč nepravilnoj geometriji površine karakterističnoj za aditivno proizvedene stijenke, između termoelektričnog modula i površine izratka uobičajeno se postavlja sloj materijala visoke toplinske vodljivosti [116].

3. MATERIJALI, METODE I OPREMA

Eksperimentalni dio ovog istraživanja započeo je predeksperimentom kojim su određeni povoljni parametri aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom odnosno robotiziranog zavarivanja. Također, preliminarnim ispitivanjima određen je raspon povoljnih parametara metode aktivnog hlađenja uranjanjem. Potom se pristupilo izradi eksperimentalnog postava za izradu uzoraka. Konačno, izrađena su četiri uzorka iz kojih su izrađene ispitne epruvete i makroizbrusci za daljnje ispitivanje i analizu.

3.1. Predeksperiment

Kako bi se ispitala prikladnost aktivnog hlađenja uranjanjem za aditivnu proizvodnju dupleks nehrđajućeg čelika, osmišljen je inicijalni eksperimentalni postav koji je uključivao opremu za robotiziranu aditivnu proizvodnju električnim lukom i žicom te bazen s vodom kao rashladnim sredstvom. Korišteni izvor struje omogućavao je zadovoljavajuće širok dijapazon karakteristika električnog luka s ciljem odabira najprikladnije. Tako su uzorci izrađeni uz primjenu impulsne struje i AC MIG postupka, uz aktivno hlađenje i bez njega. Pritom su za svako stanje pokusa odabrani povoljni parametri: jakost struje, napon električnog luka, brzina gibanja električnog luka, duljina slobodnog kraja žice te vrsta i protok zaštitnog plina. Osim toga, odabrani su i odgovarajući parametri specifični za AC MIG postupak te aktivno hlađenje uranjanjem. Konačni parametri korišteni u predeksperimentu prikazani su u tablici 2.

Tablica 2. Parametri aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom korišteni u predeksperimentu

Oznaka uzorka	pA	pB	pC	pD
Postupak	AC MIG	AC MIG	Impulsna struja	Impulsna struja
Prosječna jakost struje ² , A	73	74	51	69
Prosječni napon el. luka ³ , V	27	26	22	22
Brzina gibanja el. luka, cm/min	20	20	20	20
Duljina slobodnog kraja žice, mm	10 ^{±1}	10 ^{±1}	10 ^{±1}	10 ^{±1}
Vrsta zaštitnog plina	Ar + 2,5 % N ₂	Ar + 2,5 % N ₂	Ar + 2,5 % N ₂	Ar + 2,5 % N ₂
Protok zaštitnog plina, l/min	18	18	18	18
Aktivno hlađenje	Ne	Da	Da	Ne
Udaljenost rashladnog sredstva, mm	-	10 ^{±2}	10 ^{±2}	-
Međuprolazna temperatura, °C	200	~220	~220	200

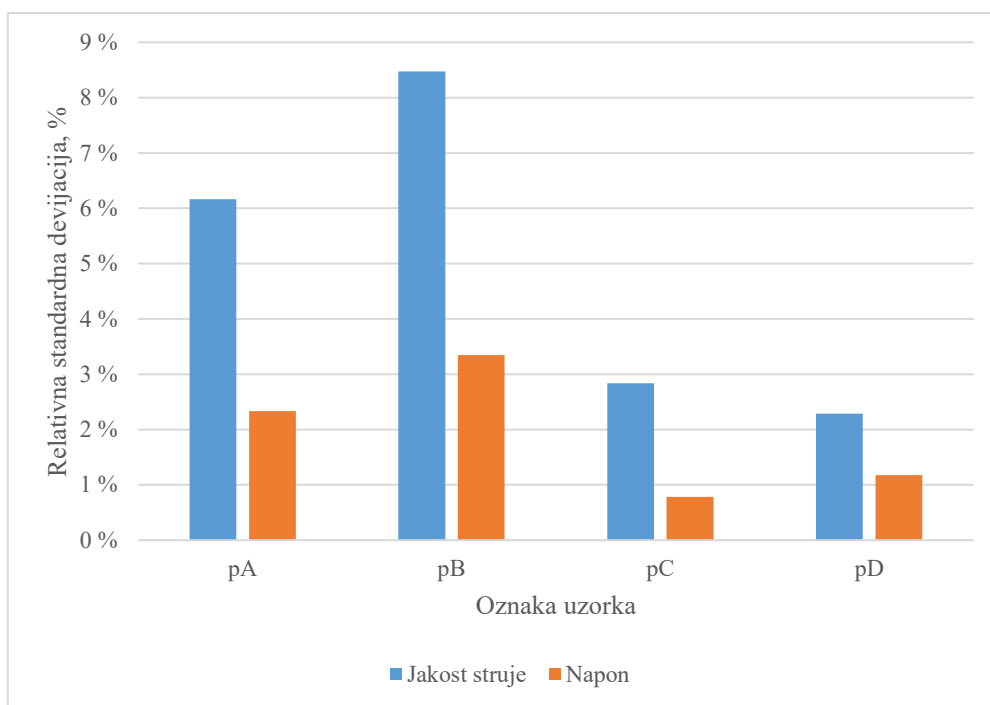
Povoljni parametri aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom i aktivnog hlađenja uranjanjem za svaki od uzoraka odabrani su prema kriterijima:

1. subjektivna ocjena stabilnosti procesa
2. stacionarnost parametara električnog luka
3. geometrijske značajke slojeva.

Subjektivna ocjena stabilnosti procesa temeljila se na vizualnim i zvučnim značajkama električnog luka. Prethodno iskustvo u aditivnoj proizvodnji električnim lukom i žicom u ovom slučaju bilo je presudno. Iako rudimentarna, ova brza metoda u kombinaciji s iskustvom omogućila je inicijalnu optimizaciju parametara u samo nekoliko nanesenih slojeva.

² prosječne vrijednosti jakosti struje određene su na temelju kontinuiranog očitavanja na izvoru struje tijekom najmanje 100 sekundi

³ prosječne vrijednosti napona određene su na temelju kontinuiranog očitavanja na izvoru struje tijekom najmanje 100 sekundi



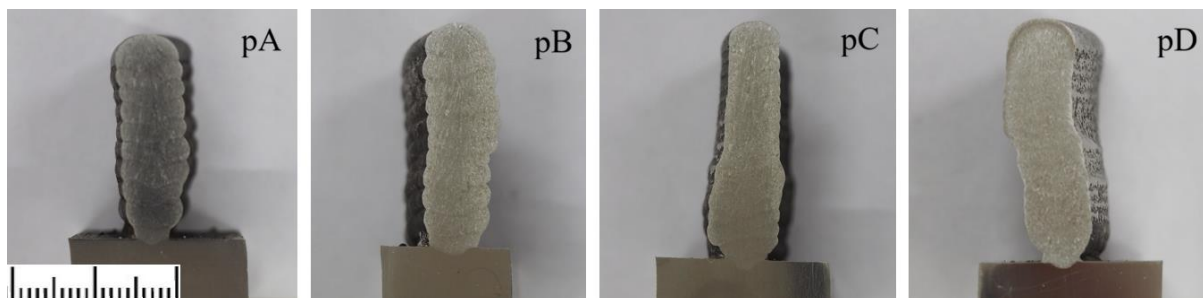
Slika 20. Relativne standardne devijacije⁴ jakosti struje i napona praćenih tijekom najmanje 100 sekundi neprekinutog električnog luka

Provjera stacionarnosti prethodno odabranih parametara električnog luka provedena je praćenjem jakosti struje i napona tijekom određenog vremena (najmanje 100 sekundi). Vremenski interval uzorkovanja iznosio je jednu sekundu. Dobivene vrijednosti statistički su analizirane tako da je za svaki uzorak izračunata srednja vrijednost i standardna devijacija pojedinog parametra. Iz dijagrama na slici 20. očigledno je da jakost struje i napon električnog luka pokazuju značajno veću stabilnost kod impulsne struje (uzorci pC i pD) nego kod AC MIG postupka (uzorci pA i pB) jer su relativne standardne devijacije za oba parametra značajno niže kod impulsne struje.

Analiza geometrijskih značajki slojeva potvrdila je prethodno dobivene nalaze. Na makroizbruscima (slika 21.) procijenjena je iskoristivost materijala uzimajući u obzir omjer ukupne površine presjeka i korisne površine pri čemu je korisna površina definirana kao najveći mogući pravokutnik upisan unutar dijela makroizbruska. Nepravilnosti u geometriji

⁴ Relativna standardna devijacija izračunata je kao omjer standardne devijacije i srednje vrijednosti određenog parametra

uzrokovane pomacima izratka tijekom izrade isključene su iz analize. Rezultati mjerenja prikazani su u tablici 3.



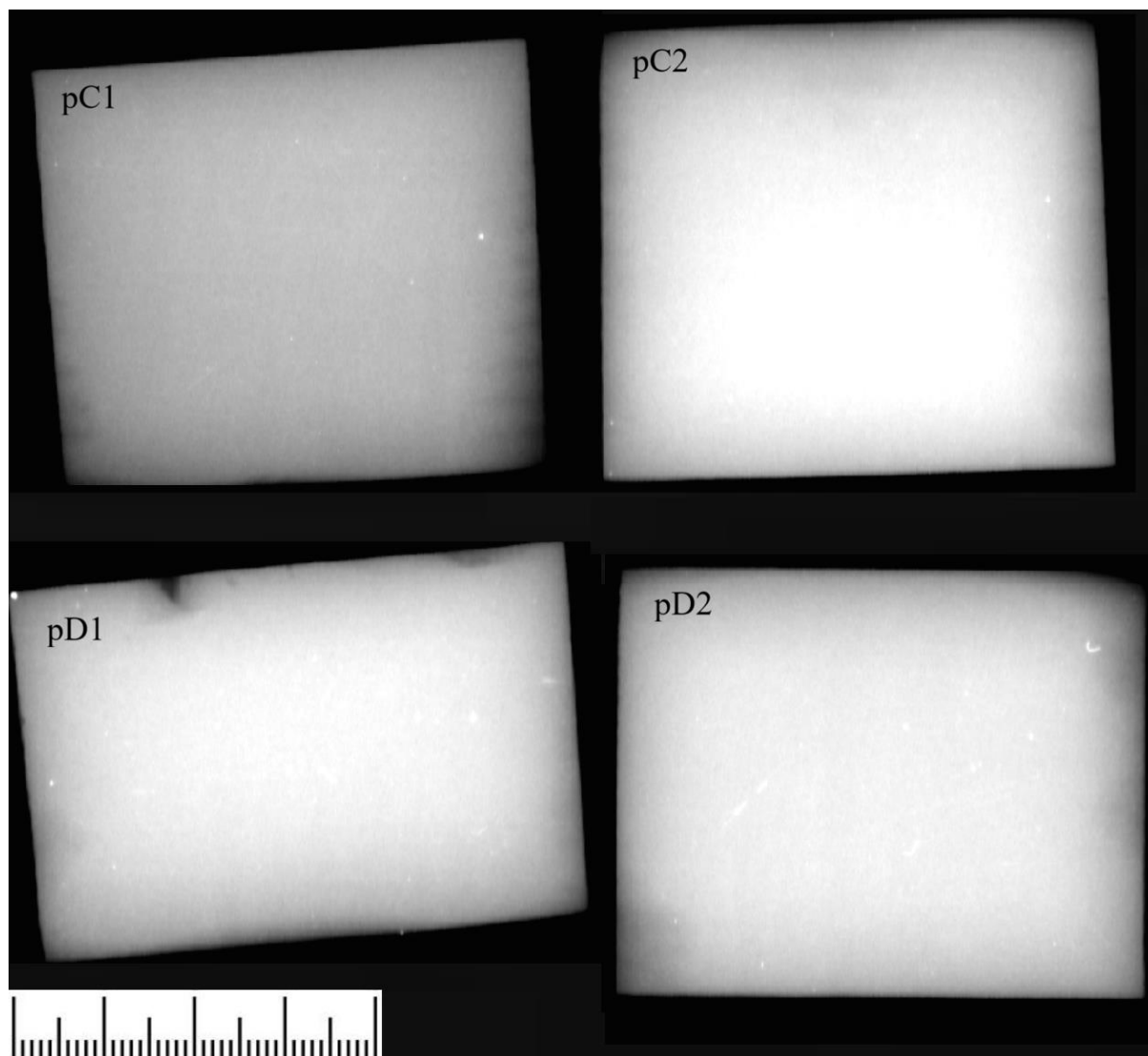
Slika 21. Makroizbrusci uzoraka iz predeksperimenta na kojima je izvršena analiza geometrijskih značajki slojeva

Tablica 3. Iskoristivost materijala uzoraka iz predeksperimenta

Uzorak	pA	pB	pC	pD
Iskoristivost materijala	1,31	1,36	1,12	1,15

Sukladno analiziranim kriterijima, jasno je da povoljni parametri električnog luka uključuju impulsnu struju. AC MIG postupak nije se pokazao dovoljno stabilnim za daljnju izradu uzoraka od dupleks nehrđajućeg čelika aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom. Stoga je za nastavak eksperimentalnog dijela rada odabrana karakteristika luka s impulsnom strujom.

Kao što je navedeno u tablici 2., uzorak pC izrađen je uz primjenu aktivnog hlađenja uranjanjem, a uzorak pD bez aktivnog hlađenja, ali uz kontroliranu međuprolaznu temperaturu. Kod aktivnog hlađenja kao rashladno sredstvo korištena je voda čija je udaljenost od vrha gornjeg sloja iznosila 10 mm. Kako bi se ispitala homogenost izrađenog komada i eventualan negativan utjecaj isparavanja vode na pojavu poroznosti u materijalu, izrezana su po dva dijela približnih dimenzija 30 mm × 30 mm iz svakog uzorka. Površina izrezanih dijelova strojno je obrađena postupkom glodanja kako bi se postigla ujednačena debljina dijelova. Konačno, dijelovi su podvrgnuti radiografskom ispitivanju. Radiografski snimci prikazani su na slici 22.



Slika 22. Radiogrami aditivno proizvedenih uzoraka uz primjenu aktivnog hlađenja uranjanjem (pC1 i pC2) i bez nje (pD1 i pD2)

Radiografskim ispitivanjem nisu uočene nikakve indikacije u unutrašnjosti materijala koje bi ukazivale na prisutnost pora ili uključaka u aditivno proizvedenom materijalu. Time je potvrđeno da aktivno hlađenje uranjanjem nema negativan utjecaj na homogenost izratka od dupleks nehrđajućeg čelika izrađenog aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom iako je udaljenost vode od električnog luka iznosila samo 10 mm.

Utjecaj aktivnog hlađenja uranjanjem na mehanička svojstva aditivno proizvedenog dupleks nehrđajućeg čelika preliminarno je ispitan mjerenjem tvrdoće na makroizbruscima uzoraka pC i pD. Mjerenje tvrdoće provedeno je metodom po Vickersu uz opterećenje od 98,07 N. Tvrdoća

je mjerena po središnjoj liniji od vrha makroizbruska (zadnjeg sloja) prema podlozi. Na svakom uzorku provedeno je 14 mjerenja. Dobiveni rezultati prikazani su u tablici 4.

Tablica 4. Tvrdoća HV10 za aditivno proizvedene uzorke uz primjenu aktivnog hlađenja uranjanjem (pC) i bez nje (pD)

Mjerna točka	Tvrdoća, HV10	
	pC	pD
1	351	236
2	357	236
3	351	240
4	348	236
5	366	253
6	370	242
7	373	232
8	373	235
9	376	236
10	370	236
11	366	235
12	339	235
13	330	236
14	339	240
Srednja vrijednost	357,8	237,7

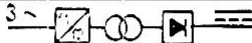
Uspoređujući dobivene vrijednosti tvrdoće za uzorke pC i pD jasno je da uzorak pC ima značajno veću tvrdoću. Naime, prilikom izrade pC uzorka korišteno je aktivno hlađenje uranjanjem. Iako je i kod pD uzorka međuprolazna temperatura pažljivo kontrolirana te je, u konačnici, bila bliska onoj kod uzorka pC (200 °C naspram 220 °C), ipak je aktivno hlađenje dovelo do drukčijih mikrostrukturnih transformacija te, posljedično, do viših vrijednosti tvrdoće. Imajući na umu da je udaljenost rashladnog sredstva bila samo 10 mm, očekuje se da se povećanjem te udaljenosti može usporiti odvođenje topline te tako izmijeniti tijek faznih pretvorbi u materijalu i utjecati na njegova mehanička svojstva. Zaključno, temeljem zapažanja iz zadnje opisanog dijela predeksperimenta, postavljene su druga i treća hipoteza ovog istraživanja.

3.2. Eksperimentalni postav

Konačni postav eksperimenta uključivao je raznoliku i relativno kompleksnu opremu, a nadasve opsežnu i detaljnu pripremu i provjeru svakog dijela opreme tijekom preliminarnog ispitivanja.

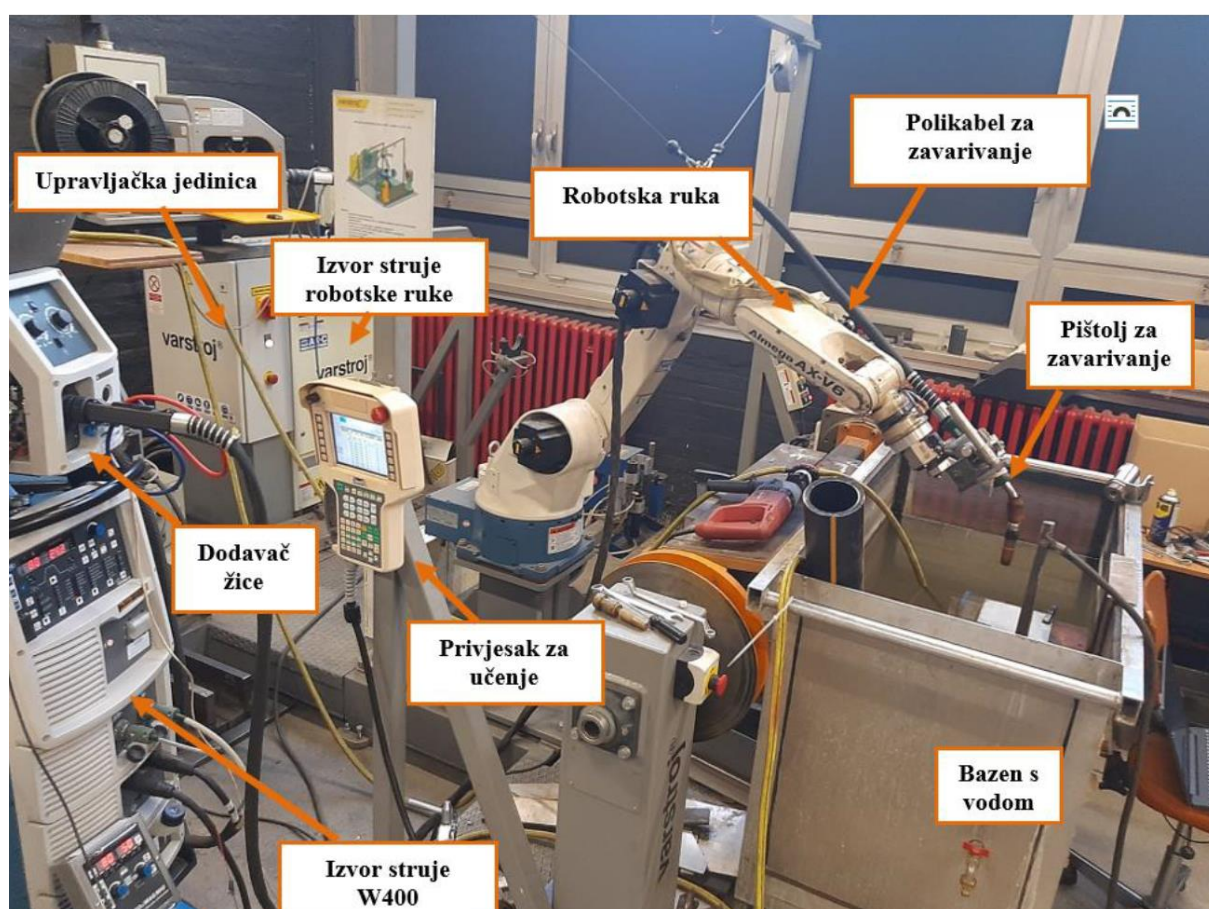
Temeljni dio činila je oprema za robotizirano zavarivanje s izvorom struje za MIG/MAG postupak. MIG/MAG je odabran zbog koaksijalnosti žice dodatnog materijala sa sapnicom i električnim lukom. Također, MIG/MAG je izrazito pogodan za robotizaciju, a njegov zadovoljavajuće velik depozit materijala čini ga prikladnim za aditivnu proizvodnju električnim lukom i žicom. Kako je opisano u potpoglavlju 3.1, inačica MIG/MAG postupka, odnosno karakteristika električnog luka, odabrana je sukladno nalazima iz ispitivanja stabilnosti procesa u predeksperimentu. Impulsna struja električnog luka pokazala se kao optimalan izbor. Izvor struje s integriranim dodavačem žice WB-P500L proizvođača DAIHEN VARSTROJ d.d. sadržavao je sve karakteristike električnog luka potrebne za provedbu eksperimenta te je, kao takav, odabran za izradu uzoraka. Spomenuti izvor te njegove specifikacije prikazani su na slici 23.



DAIHEN VARSTROJ d.d., SLO - Lendava					
WB-P500L				N° 1039231	
				EN 60974-1	
		30 A / 15.5 V - 500 A / 39.0 V			
		X		60%	100%
	U ₀ 80 V	I ₂		500 A	388 A
		U ₂		39.0 V	33.4 V
 3 ~ 50Hz	U ₁ = 3 x 400 V	I _{1max} = 36.0 A	I _{1eff} = 27.9 A		
IP23S					

Slika 23. Izvor struje WB-P500L i natpisna pločica sa specifikacijama

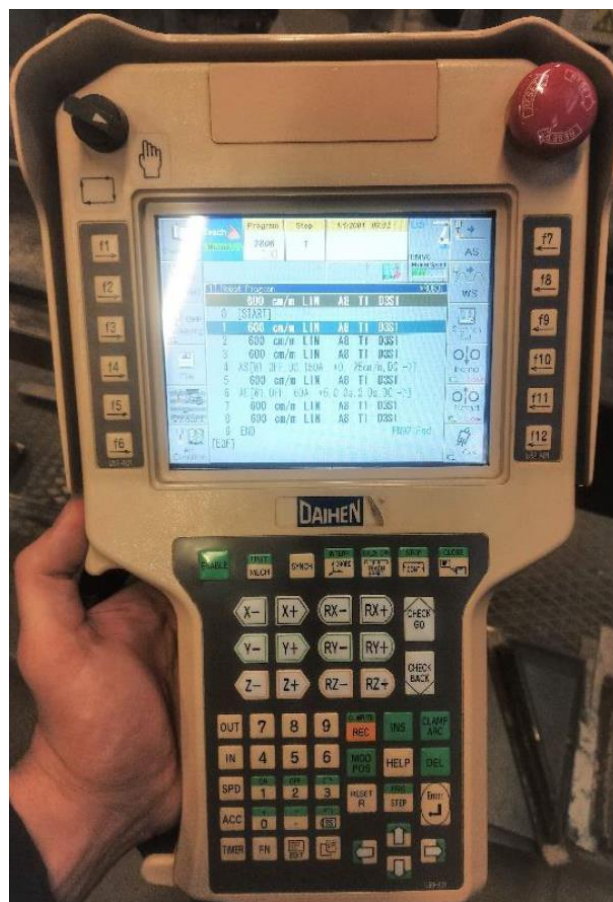
Robot OTC-DAIHEN Almega AX-V6 sa šest stupnjeva slobode gibanja odabran je kako bi omogućio neometan pristup poluotvorenom spremniku rashladnog sredstva kao i zadovoljavajuću razinu slobode pri odabiru geometrije izratka. Zadovoljavajućom točnošću i ponovljivošću pozicije, korišteni robot osigurao je ujednačenu trajektoriju električnog luka. Osim ponovljive trajektorije, od izuzetne je važnosti konstantna brzina gibanja električnog luka bez trzaja i zastajkivanja. Korišteni robot zadovoljio je i taj zahtjev. Doduše, senzori za praćenje visine prethodnih slojeva nisu bili dostupni, pa se pomak robota po visini nije mogao kontinuirano prilagođavati, nego je pomak robota po Z osi unaprijed programiran prema prethodno utvrđenim visinama slojeva tijekom preliminarnog ispitivanja.



Slika 24. Robotska ruka OTC Daihen Almega AX-V6 korištena za izradu uzoraka

Programiranje robota izvedeno je *on-line* metodom pomoću privjeska za učenje (engl. *teach pendant*) prikazanog na slici 25. Trajektorija vrha zavarivačkog pištolja određivala je oblik i dimenzije uzoraka, a pomak po Z osi optimiran je kako bi duljina slobodnog kraja žice bila konstantna tijekom cijelog procesa. Slojevi su nanošeni u položenom položaju uz vertikalno

postavljen zavarivački pištolj i neutralnu tehniku rada. Konačni robotski program sastojao se od 675 linija koda.

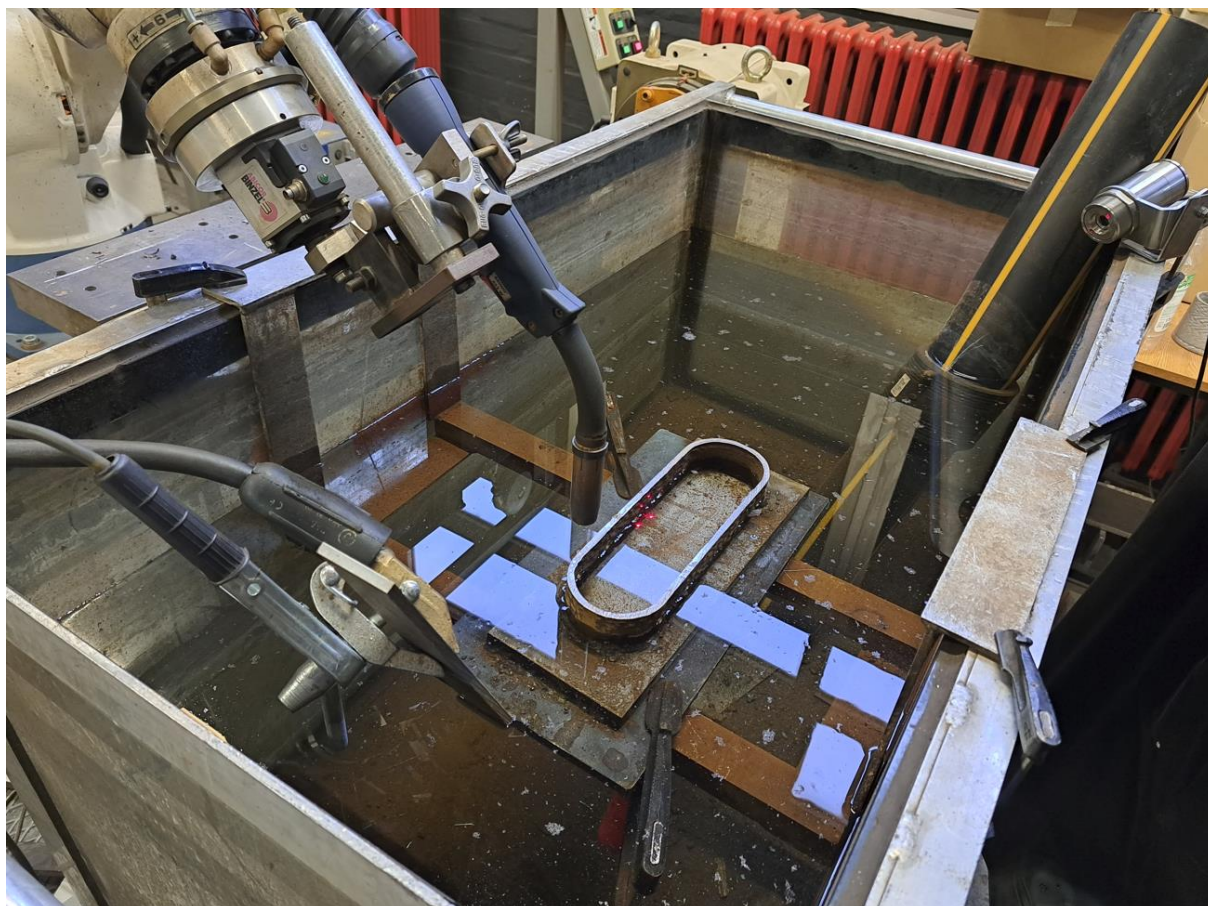


Slika 25. Privjesak za učenje s prikazom dijela robotskog programa

Kao spremnik rashladnog sredstva korišten je mobilni bazen, originalno namijenjen za podvodno zavarivanje, okvirnih unutarnjih dimenzija 1100 mm × 600 mm × 750 mm. Razina rashladnog sredstva u spremniku kontrolirana je manualnim dolijevanjem uz kontinuirano praćenje razine pomoću mjerne skale tako da je udaljenost rashladnog sredstva od gornje površine prethodno izrađenog sloja, kao ključan parametar, uvijek bila konstantna.

Prihvat za podložnu ploču dodatno je modificiran kako bi dimenzijama zadovoljio provedivost izrade uzoraka približnih dimenzija 300 mm × 100 mm × 100 mm. Na podložnoj ploči zavaren je dodatni čelični element pomoću kojega je osiguran spoj mase izvora struje. Zbog sprečavanja deformacija uslijed izuzetno visoke razine zaostalih naprezanja tijekom i nakon aditivne proizvodnje, za podlogu je odabrana ploča od konstrukcijskog čelika debljine 30 mm. Budući da je geometrija uzorka oblikovana kao zatvorena struktura, na podložnoj ploči aditivnom

proizvodnjom električnim lukom i žicom izrađena je dodatna konstrukcija također od konstrukcijskog čelika koja se geometrijom podudarala s uzorcima, ali je po njezinu obodu dodatno izrađeno 12 provrta promjera 10 mm koji su omogućili cirkulaciju rashladnog sredstva između unutrašnjosti strukture i spremnika. Time je osigurana ujednačena temperatura rashladnog sredstva s obiju strana stijenke uzorka.



Slika 26. Podložna konstrukcija u spremniku rashladnog sredstva spremna za početak izrade uzorka

Temperatura materijala tijekom procesa pomno je praćena infracrvenim termometrima. Tijekom izrade jedan je termometar usmjeren na uzorak u, otprilike, petnaestom sloju. Na taj način je snimljena temperaturna povijest materijala za svaki uzorak bez utjecaja nestacionarnosti toplinskog ciklusa u početnim i završnim slojevima. Korišteni termometar je Optris CTlaser 3MH2-CF4 čije je najmanje mjerno područje promjera 1,5 mm na udaljenosti od 450 mm. Radno područje ovog termometra je od 200 °C do 1500 °C. Tijekom eksperimenta, termometar je pozicioniran upravo na približnu udaljenost od 450 mm kako bi mjerno područje

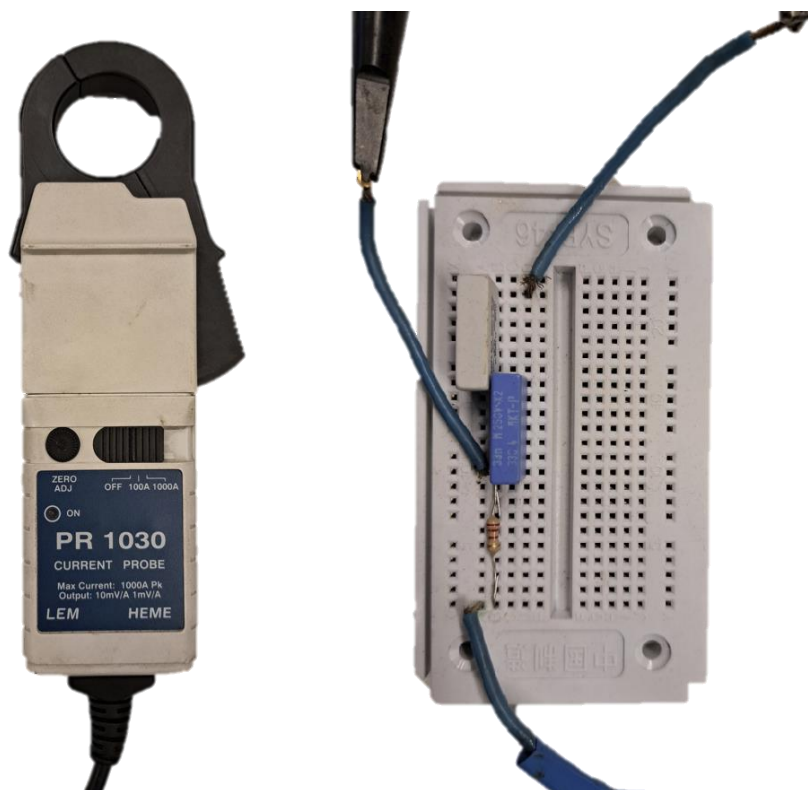
bilo što manje. Za kontrolu međuprolazne temperature, što je bilo od osobite važnosti za uzorak kod kojega nije aplicirano aktivno hlađenje, korišten je dodatni infracrveni termometar. U ovom slučaju radilo se o ručnom uređaju Fluke 568 koji je sposoban mjeriti temperaturu u rasponu od $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $800\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Slika 27. Termometar Optris CTlaser 3MH2-CF4

Kako bi se osigurala točnost izmjerenih vrijednosti, kod oba je termometra pažljivo podešen koeficijent emisivnosti uz uporabu neočišćenih aditivno proizvedenih uzoraka od istovjetnog materijala. Naime, u predeksperimentu se pokazalo da čestice produkata izgaranja nataložene po površini izratka značajno utječu na izmjerene vrijednosti temperature ako se za mjerenje koristi infracrveni termometar. Stoga su prilikom podešavanja korišteni uzorci na kojima su zadržane nataložene čestice. Uzorci su plinskim plamenom zagrijavani na različite temperature. Temperatura uzoraka mjerena je termoelementima, a koeficijent emisivnosti na infracrvenim termometrima je podešavan dok se očitavanja temperature na infracrvenom termometru nisu uskladila s onima na termoelementu. Koeficijent emisivnosti u iznosu 0,9 odabran je kao optimalan.

Strujna kliješta za osciloskop LEM HEME PR1030 korištena su za precizno mjerenje struje električnog luka. Princip mjerenja u ovom uređaju temeljen je na Hallovom senzoru. Dvokanalnim osciloskopom Tektronix TDS 210 praćena je dinamička karakteristika električnog luka mjerenjem osnovnih parametara – jakost struje i napon. Signal napona sadrži izražen visokofrekventni šum, pa je za njegovo filtriranje korišten RC filter. Time je omogućeno jasno očitavanje napona u realnom vremenu te procjena stabilnosti električnog luka.



Slika 28. Strujna kliješta LEM HEME PR1030 za mjerenje jakosti struje i frekvencijski RC filter za filtriranje signala napona

3.3. Izrada uzoraka

Uzorci su izrađeni u Laboratoriju za zavarivanje Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Parametri i karakteristika električnog luka, kao i parametri aktivnog hlađenja uranjanjem, optimirani su tijekom predeksperimenta. Isto tako, u predeksperimentu je odabrana, kalibrirana i pripremljena prikladna oprema za izradu uzoraka.

Rezultati ispitivanja u predeksperimentu poslužili su kao osnova za formiranje plana pokusa čiji je cilj bio ispitati postavljene hipoteze. Izrađena su četiri uzorka s različitim temperaturnim povijestima materijala. Sukladno hipotezama, očekivane su promjene u mikrostrukturi i mehaničkim svojstvima izrađenog elementa.

Za izradu uzoraka korištena je puna žica dupleks nehrđajućeg čelika promjera 1,2 mm i oznake EN ISO 14343-A: G 22 9 3 NL odnosno AWS ER 2209 proizvođača MIG WELD GmbH. Prvenstvena namjena ove žice nije aditivna proizvodnja, nego zavarivanje dupleks nehrđajućih čelika, stoga je maseni udio nekih legiranih elemenata, poput nikla, značajno veći nego što je to slučaj kod čelika X2CrNiMoN22-5-3 (AISI 2205). Kemijski sastav i mehanička svojstva materijala žice prikazani su u tablicama 5. i 6. Certifikat materijala žice prikazan je na slici 29.

Tablica 5.Kemijski sastav žice EN ISO 14343-A: G 22 9 3 NL

Legirni element	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	N
Maseni udio, %	≤ 0,02	1,7	0,4	22,5	9	3,2	0,15

Tablica 6. Mehanička svojstva materijala žice EN ISO 14343-A: G 22 9 3 NL

$R_{p0,2}$, MPa	R_m , MPa	A_5 , %	KV (20 °C), J
≥ 510	680 – 890	> 20	≥ 47

Talina i netom solidificirani materijal tijekom izrade štice su zaštitnom atmosferom plina Inoxline N2 proizvođača Messer. Plinska mješavina sadržavala je 97,5 % volumnog udjela argona i 2,5 % dušika. Među dostupnim sapnicama za zavarivački pištolj, odabrana je ona s najvećim promjerom kako bi se osiguralo laminarno strujanje plina te zaštitilo što veće područje zagrijanog materijala. Posebna pozornost obraćena je čišćenju sapnice od eventualnih

nalijepljenih kapljica metala koje mogu prouzrokovati turbulentno strujanje plina, a, posljedično, i pojavu poroznosti u izratku.

MIG WELD

ABNAHMEPRÜFZEUGNIS / INSPECTION CERTIFICATE / CERTIFICAT DE RECEPTION

EN 10204 - 3.1

MIG WELD GmbH International											
Ø : 1.2mm				HERSTELLDATUM / DATE: 02.02.2012							
BEZEICHNUNG / DESIGNATION: ML22.9.3.NL DIN EN ISO 14343-A: G 22 9 3 NL VERPACKUNG / PACKAGING: BS-300 / 15kg WERKSTOFFNUMMER: 1.4462				CHARGE / BATCH: 231780_010148863							
CHEMISCHE ZUSAMMENSETZUNG / CHEMICAL COMPOSITION [%]											
NACH ANALYSE DES LIEFERANTEN / ACCORDING TO SUPPLIERS ANALYSIS											
% C	% Si	% Mn	% Ni	% Cr	% Mo	% Cu	% Co	% S	% P	% N	
0,009	0,370	1,630	8,76	22,8	3,150	0,050	0,028	0,001	0,013	0,1405	
NACH ANALYSE DES LIEFERANTEN / ACCORDING TO SUPPLIERS ANALYSIS											
MECHANISCHE EIGENSCHAFTEN / PHYSICAL PROPERTIES											
DURCHMESSER/DIAM. 1 [mm]				DURCHMESSER/DIAM. 2 [mm]							
1,187				1,188							
FERRIT / FERRITE											
Delong Ferrit FN				Ferrit WRC %							
MIG WELD GmbH International · Wattstraße 2 · 94405 Landau/Isar											

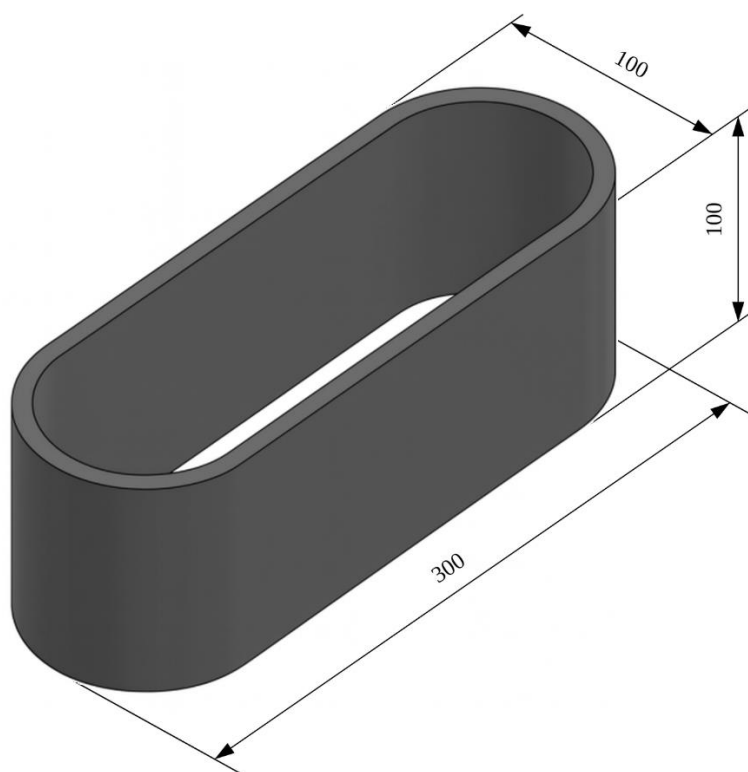
Dieses Zeugnis wurde maschinell erstellt und wird nicht unterschrieben.

QUAL I 1-1 Rev0 02.06.2003

Slika 29. Certifikat materijala žice EN ISO 14343-A: G 22 9 3 NL

Nakon što je pripremljen robotski program, podešeni parametri na izvoru struje, kalibrirana i pozicionirana mjerna oprema, fiksirana podložna konstrukcija te provedeno sve potrebno čišćenje i odmašćivanje, započeta je izrada prvog uzorka.

Odabrani oblik uzorka, odnosno putanja gibanja električnog luka, temeljen je na geometrijskom liku oblika hipodroma (engl. *stadium*) s dvije polukružnice spojene ravnim paralelnim linijama. Zatvoreni oblik je odabran kako bi se omogućila kontinuirana izrada izbjegavajući pritom opetovano prekidanje i uspostavu električnog luka, a paralelne ravne bočne stranice uzorka omogućile su jednostavno izrezivanje epruveta za ispitivanje mehaničkih svojstava. Opseg opisanog geometrijskog lika, odnosno duljina jednog sloja, iznosila je 710 mm. Trodimenzionalni model geometrije uzorka prikazan je na slici 30.



Slika 30. Trodimenzionalni model geometrijskog oblika uzoraka

Kod prvog uzorka nije korišteno aktivno hlađenje, nego se prekomjerna akumulacija topline sprječavala ograničenjem međuprolazne temperature na 200 °C. S ciljem ujednačavanja temperature povijesti materijala u cijelom uzorku, nekoliko početnih slojeva korišteno je za

predgrijavanje podložne konstrukcije. Dio izratka s početnim slojevima kasnije je uklonjen rezanjem i isključen iz ispitivanja. Parametri prilikom izrade uzoraka prikazani su u tablici 7.

Tablica 7. Parametri aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom korišteni tijekom izrade uzoraka 1, 2, 3 i 4

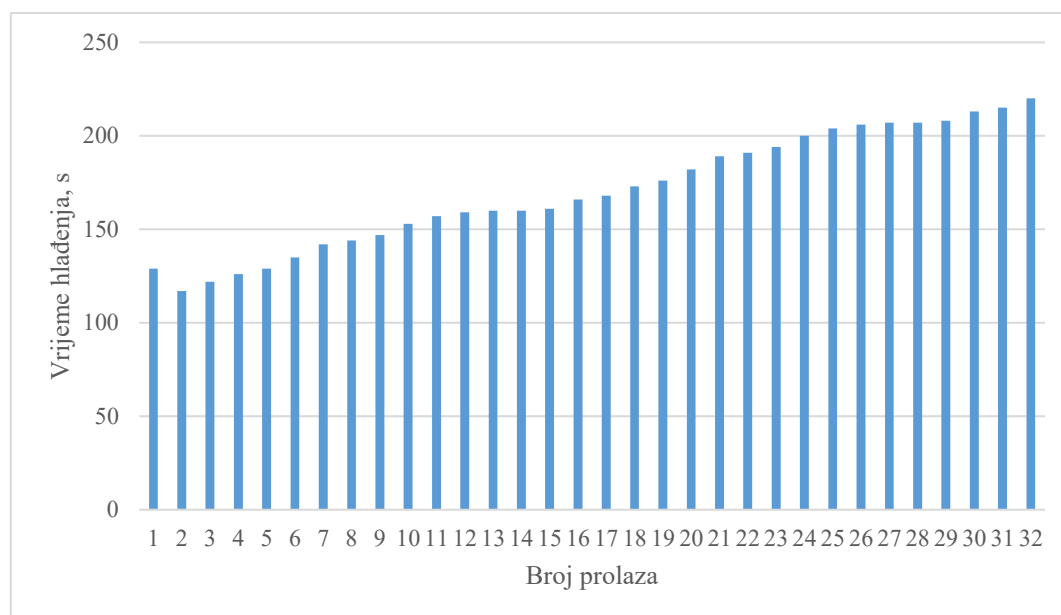
Oznaka uzorka	1	2	3	4
Modalitet električnog luka	Impulsna struja	Impulsna struja	Impulsna struja	Impulsna struja
Prosječna jakost struje ⁵ , A	59	59	59	59
Prosječni napon el. luka ⁶ , V	19,9	20	20	20,1
Brzina žice, m/min	1,9	1,9	1,9	1,9
Brzina gibanja el. luka, cm/min	20	20	20	20
Duljina slobodnog kraja žice, mm	10 ^{±1}	10 ^{±1}	10 ^{±1}	10 ^{±1}
Vrsta zaštitnog plina	Ar + 2,5 % N ₂	Ar + 2,5 % N ₂	Ar + 2,5 % N ₂	Ar + 2,5 % N ₂
Protok zaštitnog plina, l/min	16	16	16	16
Aktivno hlađenje	Ne	Da	Da	Da
Udaljenost rashladnog sredstva, mm	-	20 ^{±2}	30 ^{±2}	10 ^{±2}
Međuprolazna temperatura, °C	200	-	-	-

Korišteni izvor struje nije imao sinergijsku krivulju prilagođenu kombinaciji impulsne struje i plinske mješavine s dušikom, pa je napon, prvotno određen sinergijskom krivuljom, korigiran za +3 V radi stabilizacije električnog luka.

Uzimajući u obzir brzinu gibanja električnog luka i duljinu trajektorije, polaganje jednog sloja trajalo je 201 sekundu. Budući da aktivno hlađenje nije bilo primijenjeno, akumulirana toplina u izratku odvodila se konvekcijom prema okolnom zraku, zračenjem te, manjim dijelom, kondukcijom kroz podložnu konstrukciju. Vrijeme hlađenja do zadane međuprolazne temperature, stoga, bilo je funkcija navedenih toplinskih tokova i mijenjalo se za svaki sloj kako je prikazano na slici 31. Ukupno vrijeme izrade uzorka 1 bilo je nešto kraće od sedam sati.

⁵ prosječne vrijednosti jakosti struje određene su na temelju kontinuiranog očitavanja na izvoru struje tijekom najmanje 100 sekundi

⁶ prosječne vrijednosti napona određene su na temelju kontinuiranog očitavanja na izvoru struje tijekom najmanje 100 sekundi



Slika 31. Vrijeme hlađenja do međuprolazne temperature kod uzorka 1

Tijekom izrade, kontinuirano su praćeni osnovni parametri električnog luka, jakost struje i napon. Njihova je stabilnost bila zadovoljavajuća, uz povremena odstupanja od nekoliko postotaka. Također, snimanje dinamičke karakteristike pomoću osciloskopa provedeno je po tri puta za svaki uzorak. Temperatura u jednoj točki materijala mjerena je kontinuirano od trenutka kada je taj dio materijala izrađen do trenutka kada je potopljen u vodu u slučaju uzoraka 2, 3 i 4 ili, u slučaju uzorka 1, kada je temperatura te točke materijala pala ispod donje granice mjernog područja termometra (200 °C).

Uzorci 2, 3 i 4 izrađeni su uz primjenu aktivnog hlađenja uranjanjem. Posebna pozornost posvećena je kontroli udaljenosti vode od gornje površine izrađenog sloja. Ta udaljenost praćena je usporedbom razine vode na mjernoj skali spremnika vode s očekivanom visinom izratka pri određenom sloju. Kako je udaljenost vode krucijalan parametar ovog istraživanja, dodatno je kontrolirana pomičnim mjerilom i plovkom za svaki sloj. Time je osigurana tolerancija udaljenosti rashladnog sredstva od, u najgorem slučaju, ± 2 mm.

Tijekom izrade uzoraka 1, 2 i 3 nisu zamojećene nikakve nestabilnosti ili izvanredne situacije. Stabilan proces karakterizirao je i uzorak 4 uz tek ponešto izraženije rasprskavanje, iako je u tom slučaju udaljenost vode iznosila samo 10 mm. Ipak, po završetku izrade uzorka 4 uočena je veća količina nalijepljenih kapljica metala na sapnici. Onečišćenje sapnice prikazano je na slici 32.



Slika 32. Onečišćenje plinske sapnice nalijepljenim kapljicama metala

3.4. Priprema za ispitivanje

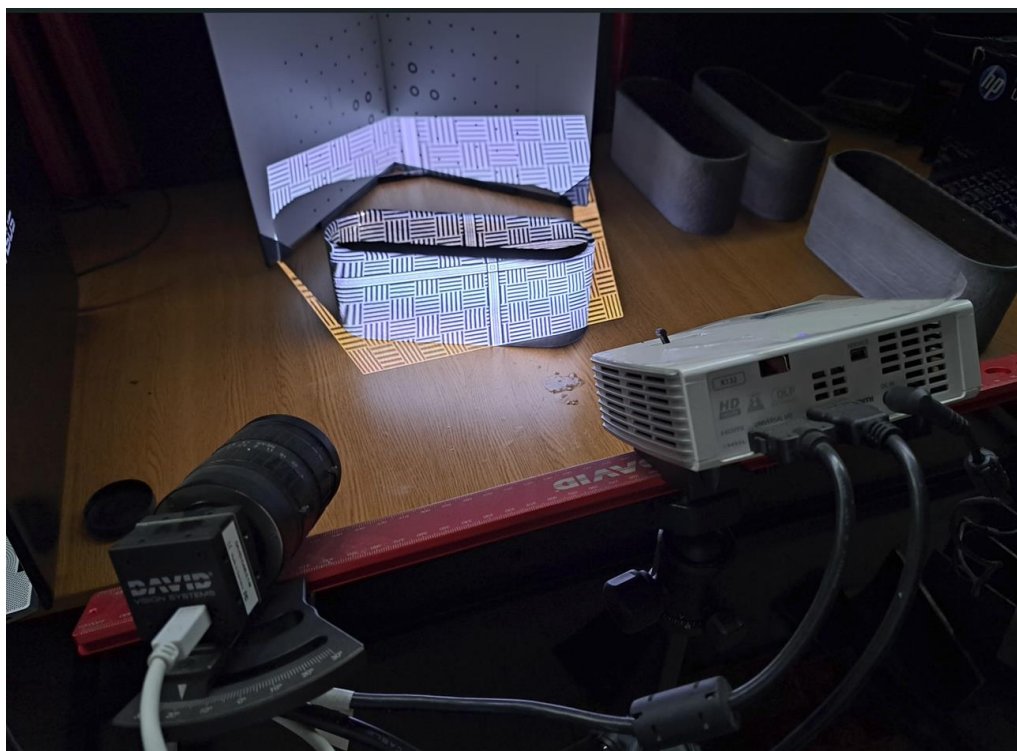
Izrađeni uzorci nekoliko sati su se prirodno hladili do sobne temperature. Potom je provedeno čišćenje od nataloženih produkata izgaranja pomoću čelične četke. Uzorci su tračnom pilom odvojeni od podložne konstrukcije. Konačan izgled izrađenih uzoraka prikazan je na slici 33.



Slika 33. Izrađeni uzorci nakon odvajanja od podložne konstrukcije

Zbog svoje male refleksivnosti, razvijatelj za crveni penetrant korišten je za pripremu uzoraka za trodimenzionalno skeniranje. Ono je osnova za analizu teksture površine te komparativnu analizu stabilnosti procesa. Za 3D skeniranje korišten je, prethodno kalibriran i podešen, uređaj David SLS-2. Skeniranje je provedeno u zamračenoj prostoriji s ciljem dobivanja što kvalitetnijeg 3D modela površine izratka. Proces trodimenzionalnog skeniranja uzoraka prikazan je na slici 34.

Nadalje, uzorci su, zbog svoje specifične geometrije, izrezani na više dijelova. Zakrivljeni dijelovi poslužili su za analizu mikrostrukture, a ravni za ispitivanje mehaničkih svojstava. Ravni dijelovi uzoraka, približnih dimenzija 200 mm × 100 mm, najprije su strojno obrađeni glodanjem s ciljem ujednačavanja debljine. Potom su podvrgnuti radiografskom snimanju za analizu homogenosti. Pripremljeni uzorci prikazani su na slici 35., a specifikacija opreme i parametri snimanja u tablici 8.



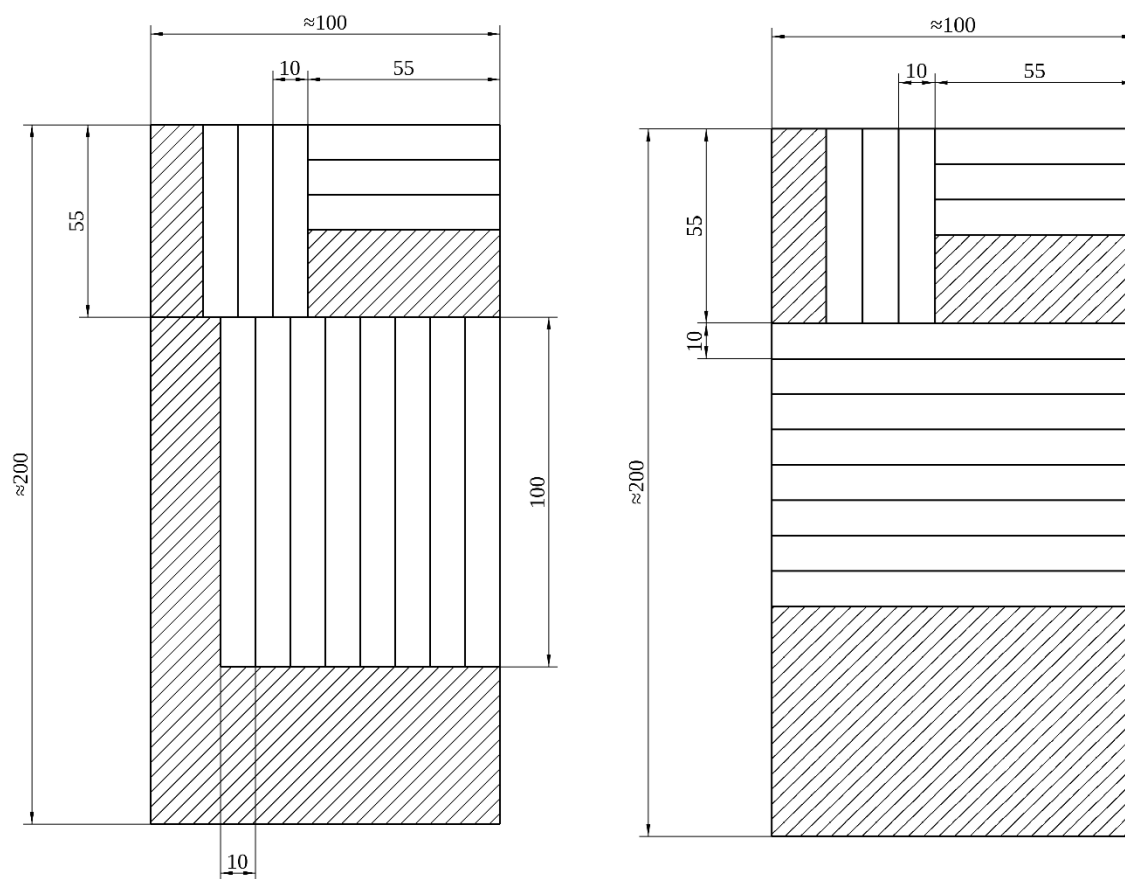
Slika 34. Proces trodimenzionalnog skeniranja uzoraka



Slika 35. Ravni dijelovi uzoraka pripremljeni za radiografsko snimanje

Tablica 8.Specifikacija opreme i parametri radiografskog ispitivanja

Korištena oprema	
RTG uređaj	Balteau 300 D
Skener	VMI 5100
Slikovna ploča	Kodak industrex flex Blue
Parametri snimanja	
Napon, kV	155
Jakost struje, mA	4
Film – fokus udaljenost, mm	1000
Vrijeme ekspozicije, min	2,5
Parametri skeniranja	
Napon lasera, V	15
Napon fotomultiplikatora, V	5,25
Rezolucija skeniranja, μm	50



Slika 36. Plan rezanja uzoraka

Plan rezanja s obilježenim lokacijama epruveta prikazan je na slici 36. Prema planu rezanja predviđeno je više epruveta nego što je ispitano. Izrezane epruvete najprije su radiografski ispitane kako bi se izbjegle eventualne pore i uključci u zoni ispitivanja. Tako su epruvete izrađene samo iz homogenih dijelova uzoraka. Sva strojna obrada uzoraka provedena je relativno malim brzinama rezanja i posmacima alata uz intenzivno hlađenje i podmazivanje odgovarajućim sredstvom.

3.5. Analiza mikrostrukture

Analiza mikrostrukture provedena je na poprečnim presjecima zakrivljenih dijelova uzoraka. Uzorci su pripremljeni za analizu u Metalografskom laboratoriju tvrtke Rimac Technology d.o.o. Iz svakog je uzorka izrezano pet segmenata podijeljenih po visini tako da je segment A bio najbliže podlozi, a segment E vrhu uzorka. Segment E sadržavao je posljednje slojeve u izratku na koje je obraćena posebna pozornost pri analizi. Za rezanje je korišten uređaj Struers Labotom 5 s reznom pločom za rezanje čelika debljine 0,8 mm uz vrlo intenzivno hlađenje rashladnim sredstvom tijekom rezanja. Svaki od segmenata pozicioniran je u kalup i zaliven epoksi-smolom kako bi poprimio valjkasti oblik sukladno odgovarajućim prihvata na uređaju za brušenje i poliranje.



Slika 37. Segmenti uzoraka pripremljeni u kalupe prije zalijevanja epoksi-smolom

Za brušenje i poliranje poslužio je uređaj Struers LaboForce 100 opremljen rotirajućom glavom LaboPol 30 u koju su učvršćeni uzorci. Korišteni uređaj prikazan je na slici 38. Brušenje je provedeno brusnim papirima od silicijevog karbida u četiri faze tako da je na svakoj sljedećoj fazi primijenjena manja granulacija zrna. Uzorci su najprije brušeni papirom granulacije P320 označene prema ISO 6344-3, a zatim P500, P800 te, konačno, P1200. Potom je korišten brusni disk Struers MD-Largo u kombinaciji s automatski doziranom suspenzijom dijamantnih čestica promjera 9 μm . Uzorci su polirani pomoću vunene podloge Struers MD-Mol uz, također, automatski dozirane dijamantne čestice promjera 3 μm . Završno poliranje provedeno je na

neoprenskoj podlozi Struers MD-Chem uz suspenziju čestica silicijevog dioksida dimenzija 0,04 μm . Treba istaknuti da su uzorci temeljito ispirani mlazom vode i sredstvom za pranje nakon svake faze obrade kako bi se spriječila kontaminacija česticama iz prethodne faze. Po završetku obrade uzorci su dodatno isprani etanolom.



Slika 38. Struers LaboForce 100 s rotirajućom glavom LaboPol 30

Nagrizanje uzoraka provedeno je neposredno nakon posljednje faze mehaničke obrade s ciljem kontroliranja razine oksidacije uzorka. Uzorci su nagriženi elektrokemijski pomoću 10 % oksalne kiseline uz napon od 10 V. Nagrizanje je trajalo 5 s.

Pored toga, drugi set uzoraka nagrižen je pomoću Berahing reagensa koji je pripravljen s 85 mL vode, 15 mL HCl i 1 g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$. Nagrizanje je provedeno uranjanjem na 10 sekundi pri sobnoj temperaturi. Uzorak je potom ispran mlazom vode pa etanolom.

3.6. Mjerenje tvrdoće

Tvrdoća je mjerena metodom po Vickersu. Pritom su korištena opterećenja utezima mase od 10 g (HV0,01), 100 g (HV0,1) i 2 kg (HV2). Područje mikrotvrdoće obuhvaćeno je s namjerom detaljnije analize tvrdoće na mikro razini te, posredno, boljeg razumijevanja mikrostrukturnog sastava materijala. Ispitivanje je provedeno u Laboratoriju za ispitivanje mehaničkih svojstava Fakulteta strojarstva i brodogradnje na tvrdomjeru ZwickRoell Indentec ZHV μ -ST prikazanom na slici 39. Tvrdoća je mjerena uzorcima koji su pripremljeni na isti način kao i oni za analizu mikrostrukture uz razliku da ovi uzorci nisu nagriženi. Lokacije indentacije odabrane su nasumično, ali poštujući minimalnu udaljenost otisaka indentora sukladno normi HRN EN ISO 6507-1.

Mjerenje je provedeno sa sva tri opterećenja na segmentima B, C i D na sva četiri uzorka. Broj mjerenja za svaki segment u slučaju HV0,01 i HV0,1 iznosio je 50, dok je mjerenje s HV2 provedeno 30 puta po segmentu uzorka. Ukupno je provedeno 1560 mjerenja mikrotvrdoće i tvrdoće. Relativno velik broj mjerenja omogućio je detaljnu statističku analizu rezultata. Dodatno, tvrdoća je izmjerena duž linije na segmentu E, okomito na slojeve s ciljem ispitivanja tvrdoće u završnim slojevima materijala.



Slika 39. Tvrdomjer ZwickRoell Indentec ZHV μ -ST

3.7. Ispitivanje čvrstoće

Statičko vlačno ispitivanje provedeno je na po 10 epruveta za svaki uzorak. Pet epruveta bilo je orijentirano paralelno s nanesenim slojevima, a drugih pet okomito kako bi se ispitala anizotropnost čvrstoće i istežljivosti. Dimenzije epruveta određene su sukladno normi ASTM E8 kako je prikazano na slici 40. Brzina ispitivanja bila je 0,5 mm/min.



Slika 40. Tehnički crtež epruveta za statičko vlačno ispitivanje

Dimenzije ispitnog dijela epruveta dodatno su izmjerene prije ispitivanja te je izračunata površina poprečnog presjeka za svaku epruvetu. Statičko vlačno ispitivanje provedeno je na kidalici SHIMADZU Autograph AGS-X uz primjenu ekstenzometra Epsilon 3442-020M-050M-HT2.

3.8. Ispitivanje žilavosti

Kako bi se utvrdila žilavost materijala, po 10 epruveta iz svakog uzorka ispitano je Charpijevim batom. Pet epruveta bilo je orijentirano paralelno s nanesenim slojevima, a drugih pet okomito kako bi se ispitala anizotropnost udarnog rada loma. Odabrano je ispitivanje na epruvetama s V utorom, a dimenzije epruveta određene su prema normi ASTM E23. Zbog ograničene debljine homogenog materijala uzorka, debljina epruveta bila je ograničena na 3,3 mm. Ispitivanje je provedeno u Laboratoriju za ispitivanje mehaničkih svojstava Fakulteta strojarstva i brodogradnje na Charpijevu batu prikazanom na slici 41.



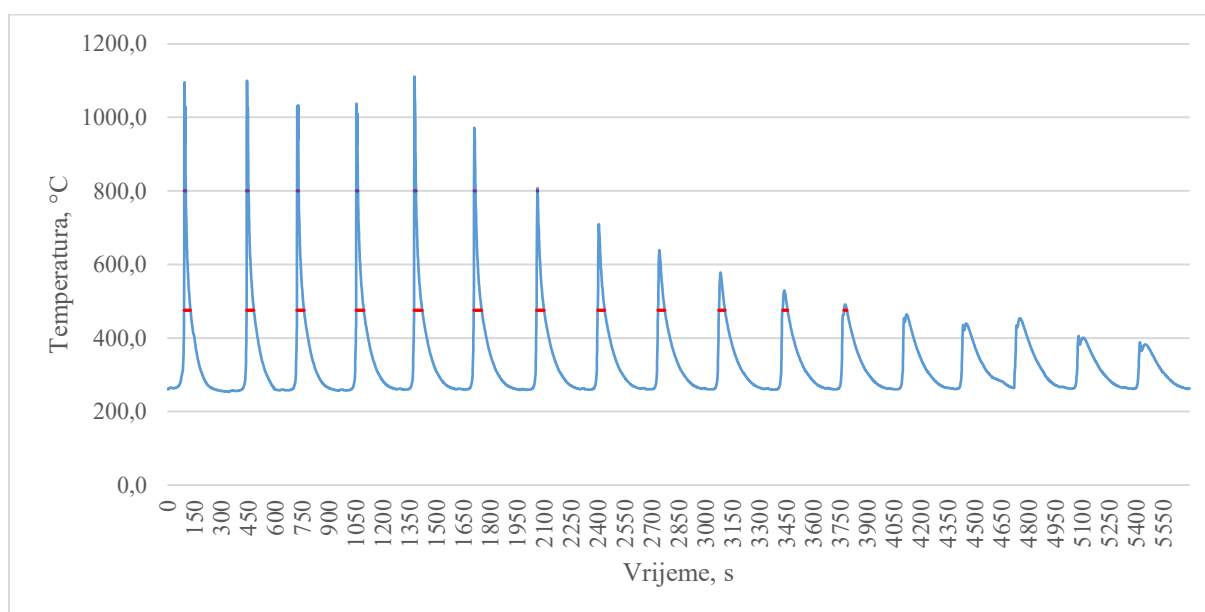
Slika 41. Charpijev bat AVK UT30

4. REZULTATI ISPITIVANJA I ANALIZA

U ovom su poglavlju prikazani i analizirani rezultati provedenih ispitivanja. Analiza je provedena pojedinačno, za svako ispitivanje zasebno, a glavni su nalazi zatim sintetizirani na razini pojedine hipoteze istraživanja. Analiza toplinskog ciklusa izdvojena je zasebno jer parametri kojima je ciklus opisan ($t_{8/5}$, t_{475} i t_{800}) služe kao polazište za tumačenje rezultata svih ostalih ispitivanja.

4.1. Rezultati i analiza toplinskog ciklusa

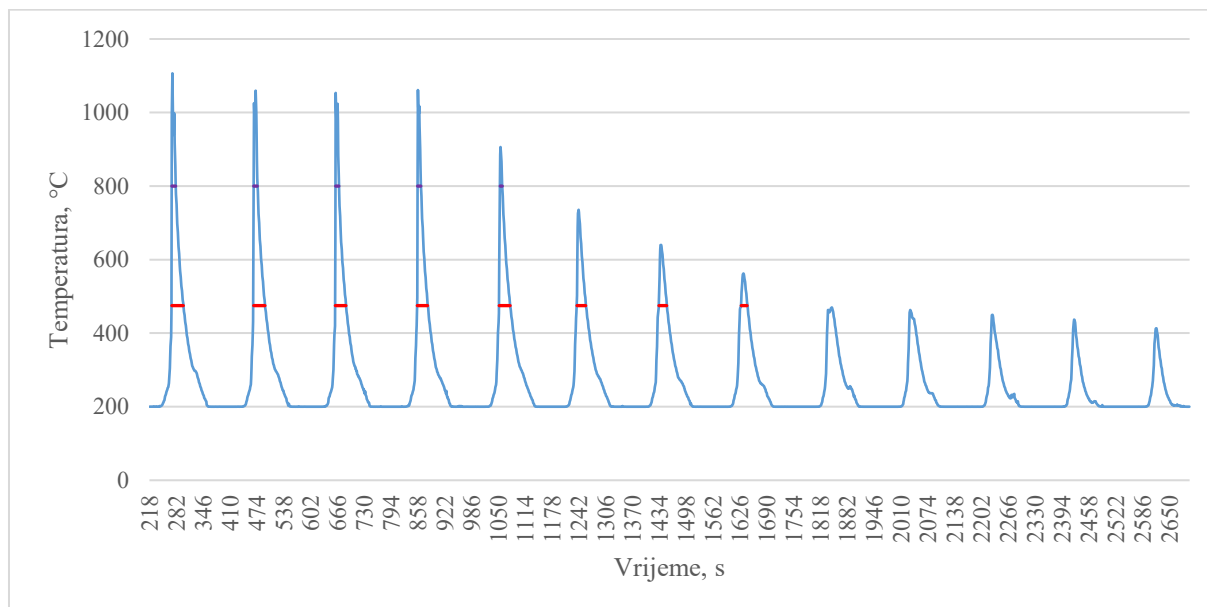
Toplinski ciklus kontinuirano je mjereno u jednoj reprezentativnoj točki materijala tijekom cijelog ciklusa izrade uzorka. Temperaturna povijest reprezentativne točke prvog uzorka prikazana je na slici 42.



Slika 42. Temperaturna povijest materijala za uzorak 1

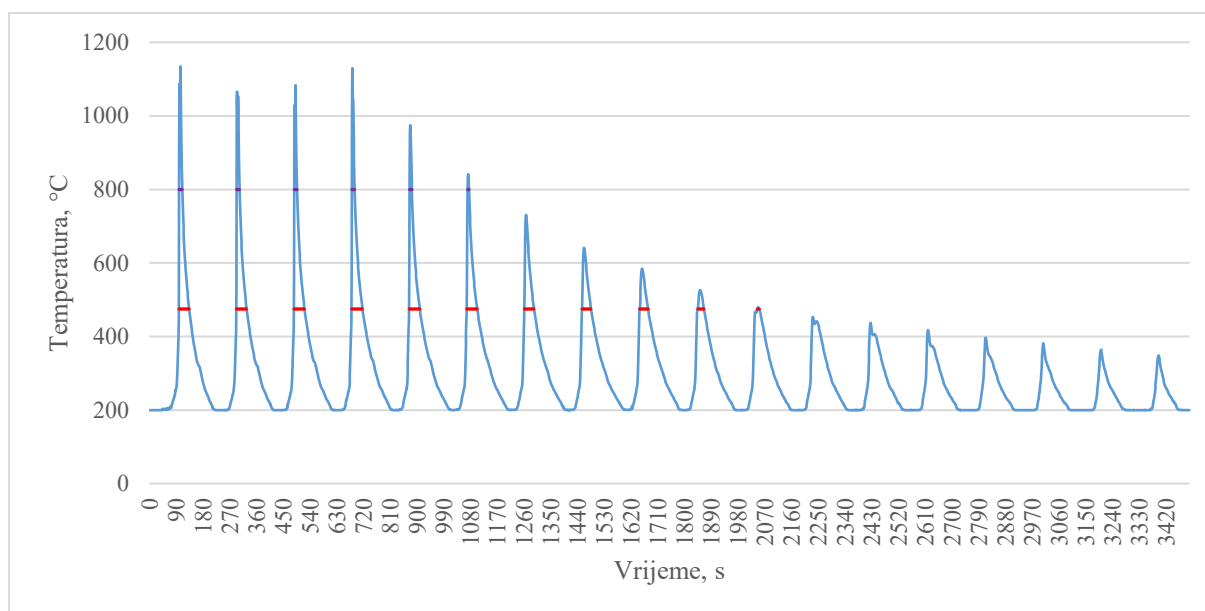
S obzirom na to da prilikom izrade uzorka 1 nije korišteno aktivno hlađenje uranjanjem, prirodno hlađenje rezultiralo je nešto sporijim hlađenjem. Iako se akumulacija topline ograničavala kontrolom međuprolazne temperature, vidljivo je da je jedna točka materijala čak 12 puta zagrijana na temperaturu višu od 475 °C. Zbroj svih intervala vremena kada je

temperatura materijala bila viša od 475 °C iznosio je 446 s. Analogno, vrijeme zadržavanja na temperaturama iznad 800 °C bilo je 55 s. Vrijeme inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$ za hlađenje materijala u prvom ciklusu, netom nakon izrade iznosilo je 23 s.



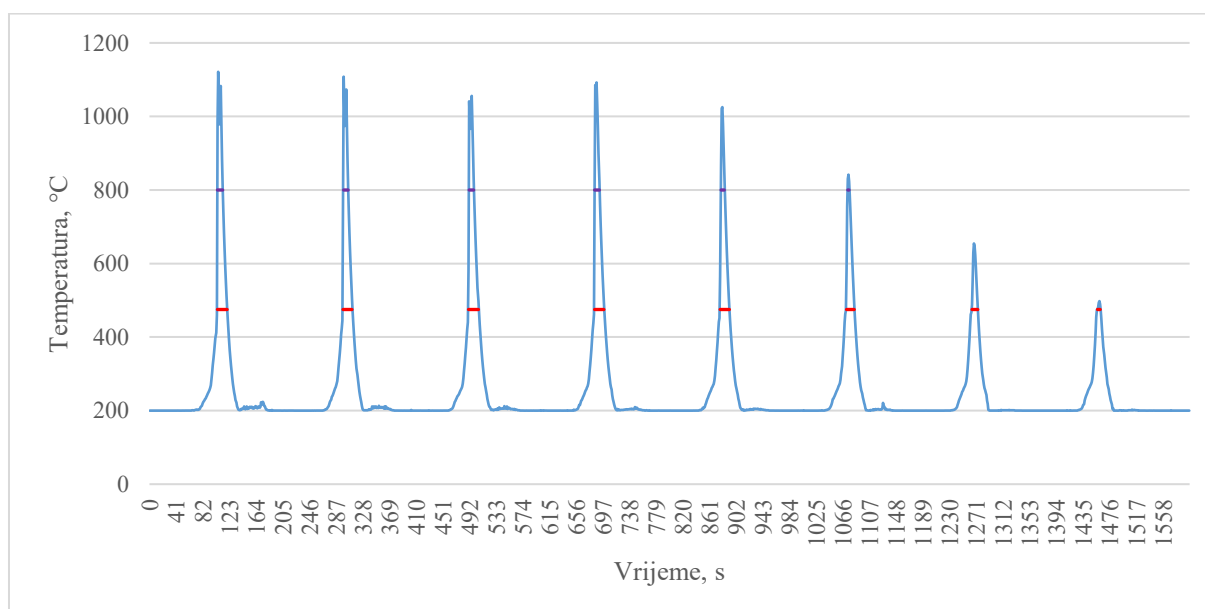
Slika 43. Temperaturna povijest materijala za uzorak 2

Na toplinskom ciklusu uzorka 2, prikazanog na slici 43., vidljiv je jasan utjecaj aktivnog hlađenja. Materijal je 8 puta zagrijan preko 475 °C s ukupnim držanjem na tim temperaturama od 216 s. Nakon 13 ciklusa zagrijavanja reprezentativna točka je potopljena u rashladno sredstvo. Ukupno vrijeme zadržavanja iznad 800 °C iznosilo je 49 s, a $t_{8/5}$ materijala u prvom ciklusu 16 s.



Slika 44. Temperaturna povijest materijala za uzorak 3

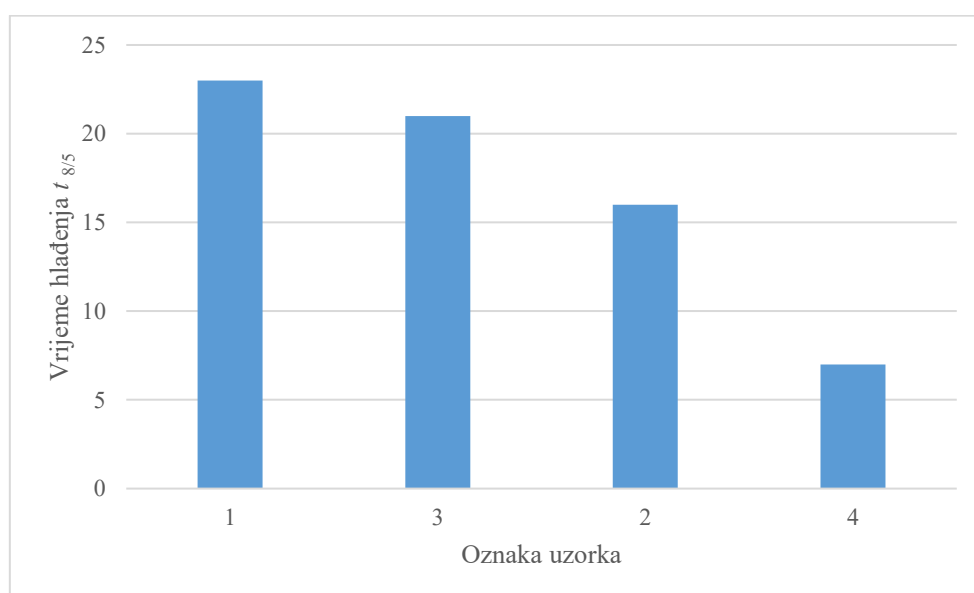
Prema slici 44. uzorak 3 zagrijan je 11 puta na temperaturu iznad 475 °C zadržavajući se ukupno 333 s na tim temperaturama. Ostvareno je 19 ciklusa zagrijavanja prije potapanja u vodu. Vrijeme zadržavanja na temperaturama iznad 800 °C iznosilo je 53 s, a $t_{8/5}$ bio je 21 s.



Slika 45. Temperaturna povijest materijala za uzorak 4

Uzorak 4 proizveden je uz najmanju udaljenost rashladnog sredstva od električnog luka. Reprezentativna mjerna točka devet puta je prošla kroz ciklus zagrijavanja prije nego što je u potpunosti potopljena. Također, svih devet puta zagrijana je na temperature iznad 475 °C, s ukupnim vremenom zadržavanja od 112 s. Ukupno vrijeme zadržavanja na temperaturama iznad 800 °C iznosilo je 42 s, a $t_{8/5}$ samo 7 s.

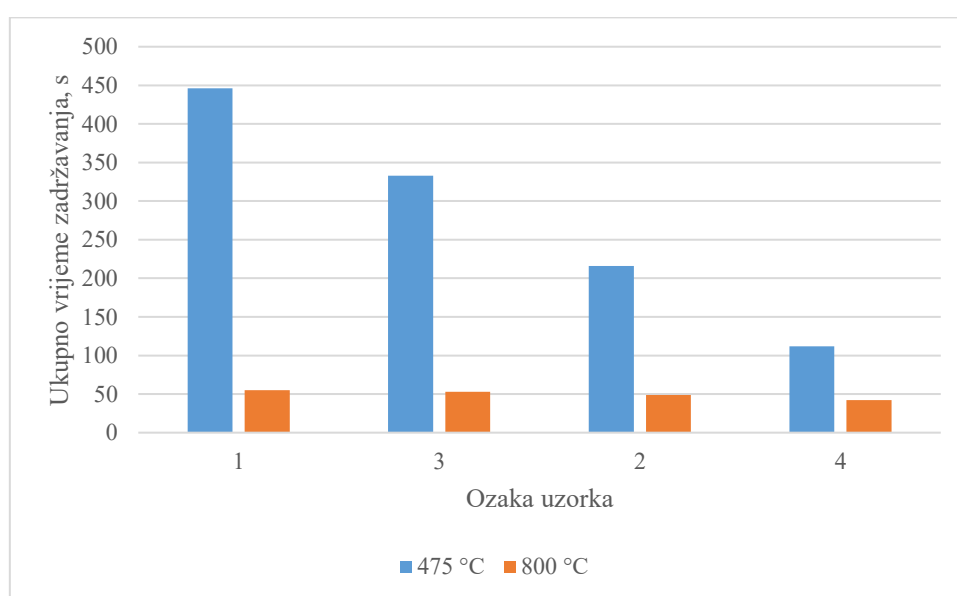
Sumarna usporedba vremena inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$ prikazana je na slici 46. Brzina hlađenja u slučaju uzorka 4 kod tek proizvedenog sloja bila je bliska uobičajenim brzinama hlađenja pri gašenju čelika. Također, relativno mala razlika između brzina hlađenja uzorka bez aktivnog hlađenja i onog kod kojeg je udaljenost vode iznosila 30 mm upućuje na dominantan utjecaj relativno niske toplinske vodljivosti dupleks nehrđajućeg čelika u usporedbi s ugljičnim čelicima. Jasno je, dakle, da utjecaj aktivnog hlađenja uranjanjem značajno slabi s povećanjem udaljenosti rashladnog sredstva na vrijednosti iznad 30 mm.



Slika 46. Usporedba vremena hlađenja $t_{8/5}$ za uzorke 1, 2, 3 i 4

Na TTT dijagramu prikazanom na slici 10. vidljivo je da pojedine sekundarne faze kod dupleks nehrđajućeg čelika nastaju pri zadržavanju materijala određeno vrijeme na određenim temperaturama. Vidljivo je da vrijeme potrebno za početak nastanka bilo koje od sekundarnih faza iznosi barem nekoliko minuta. Vrijeme hlađenja netom proizvedene točke materijala za sva četiri uzorka mjeri se u sekundama te, prema tome, ne postoji mogućnost nastanka ni jedne sekundarne faze.

Ipak, proizvedena točka materijala, uslijed nanošenja gornjih slojeva, još nekoliko puta prolazi kroz ciklus zagrijavanja na temperature koje su dostatne za nastanak sekundarnih mikrostrukturnih faza. Ako se, kao najgori mogući slučaj, pretpostavi da je ukupno vrijeme provedeno na nekoj temperaturi kroz više ciklusa zagrijavanja istovjetno onome koje je potrebno za nastanak sekundarnih faza po TTT dijagramu, moguće je procijeniti vjerojatnost nastanka pojedine faze koristeći TTT dijagram sa slike 10. S obzirom na to da su kritične temperature za nastanak α' i σ faze 475 °C odnosno 800 °C, izračunato je ukupno vrijeme zadržavanja na temperaturama iznad navedenih. Izmjereno vrijeme prikazano je na slici 47. za sva četiri uzorka.

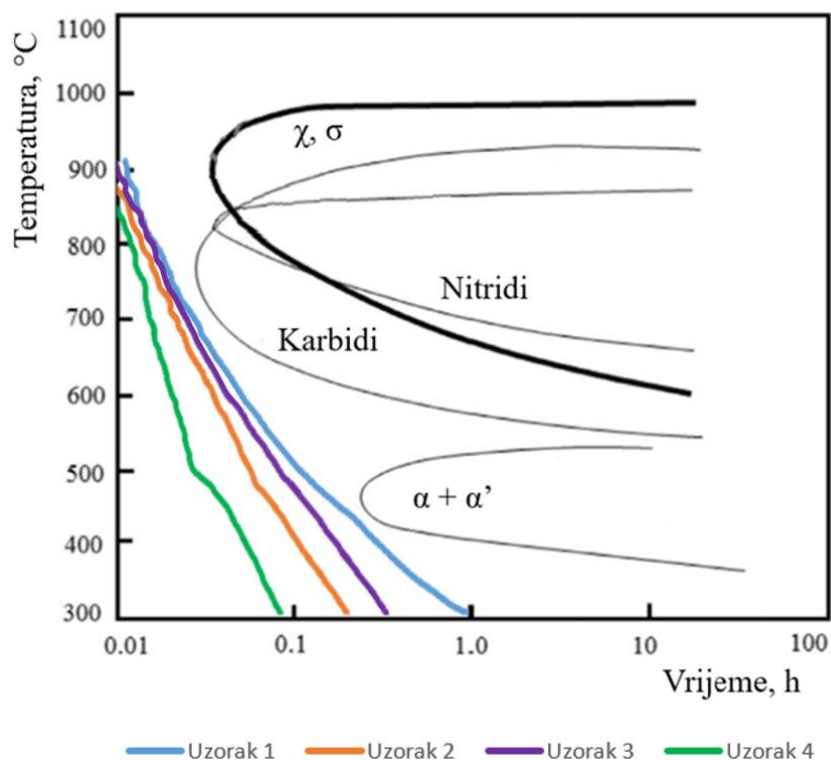


Slika 47. Ukupno vrijeme držanja materijala na temperaturi iznad 475 °C odnosno 800 °C

Izračunavanjem ukupnog vremena držanja za veći broj temperatura u rasponu od 300 °C do 900 °C moguće je konstruirati linije, prikazane na slici 48., koje prikazuju aproksimativne, ekvivalentne temperaturno-vremenske krivulje u TTT dijagramu. Valja još jednom napomenuti da se ova usporedba može tumačiti samo kao najgori slučaj jer je pretpostavljeno da se vremena zadržavanja na istoj temperaturi kroz više ciklusa mogu zbrajati (pravilo aditivnosti), što je aproksimacija budući da TTT dijagram opisuje izotermno zadržavanje, a stvarni je toplinski ciklus neizotermni.

Sukladno dijagramu na slici 48. očekuje se da, čak ni uz navedenu pretpostavku, ni jedan od uzoraka ne sadržava sekundarne mikrostrukturne faze. To dodatno potvrđuju nalazi analize

mikrostrukture te, posredno, mehaničkih svojstava. Ipak, očekuje se da su različita vremena inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$ te različita vremena zadržavanja na povišenim temperaturama rezultirala drukčijim omjerima ferita i austenita.



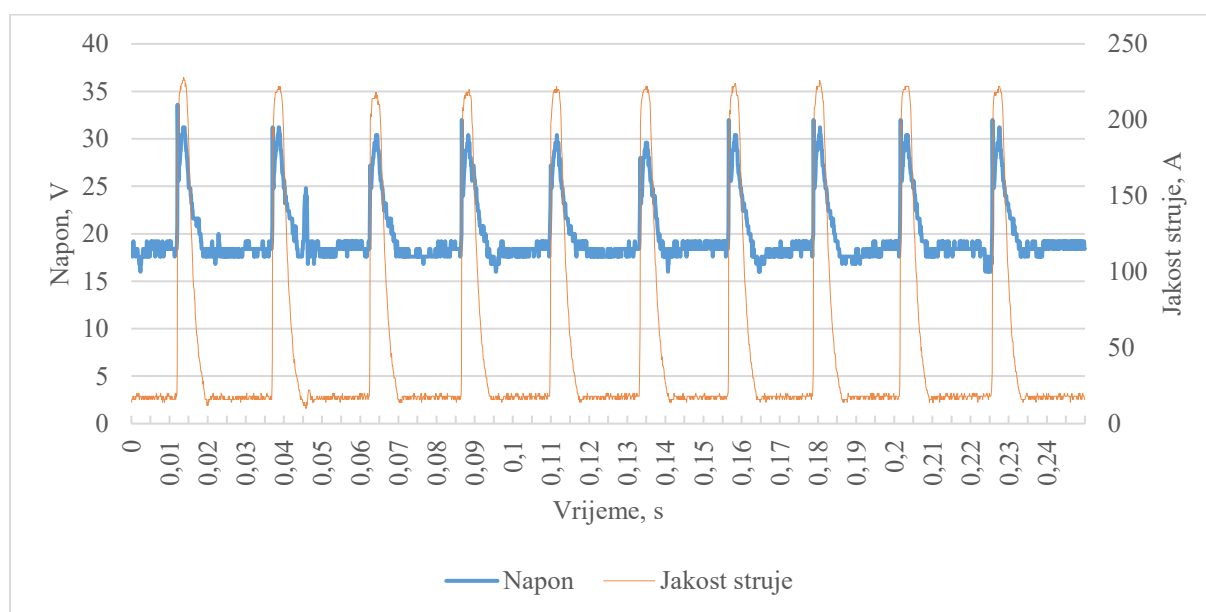
Slika 48. Prikaz ekvivalentnih temperaturno-vremenskih krivulja uzoraka na TTT dijagramu

4.2. Analiza stabilnosti procesa i geometrijskih značajki izratka

Kako bi se ispitao potencijalno negativni utjecaj aktivnog hlađenja uranjanjem na postupak aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom te ispitala prva hipoteza, evaluirana je stabilnost procesa na nekoliko načina. Osnovni pokazatelj stabilnosti procesa stacionarnost je njegovih parametara. Stacionarnost parametara električnog luka, jakosti struje i napona, bila je preduvjet za odabir konačnih parametara izrade još u predeksperimentu. Sada je dodatno analizirana snimanjem dinamičke karakteristike električnog luka. Nadalje, što je proces stabilniji, geometrijske značajke nanesenih slojeva su ujednačenije, stoga su one također korištene za evaluaciju stabilnosti. Naposljetku, homogenost izratka još je jedan od pokazatelja stabilnosti jer nestabilan proces u pravilu rezultira brojnim uključcima i porama.

4.2.1. Rezultati i analiza dinamičke karakteristike električnog luka

Detaljniji uvid u parametre električnog luka može se dobiti snimanjem njegove dinamičke karakteristike. Impulsnu struju, kao odabrani modalitet električnog luka, karakteriziraju izrazito visoke vrijednosti napona i jakosti struje u kratkom vremenskom intervalu (impuls) za razliku od preostalog vremena (bazni napon i jakost struje). Odstupanja od ponavljajućeg uzorka krivulje napona i jakosti struje električnog luka znaci su nestabilnosti. Slika 49. prikazuje primjer uobičajene dinamičke karakteristike impulsnog luka korištenog tijekom izrade uzoraka.



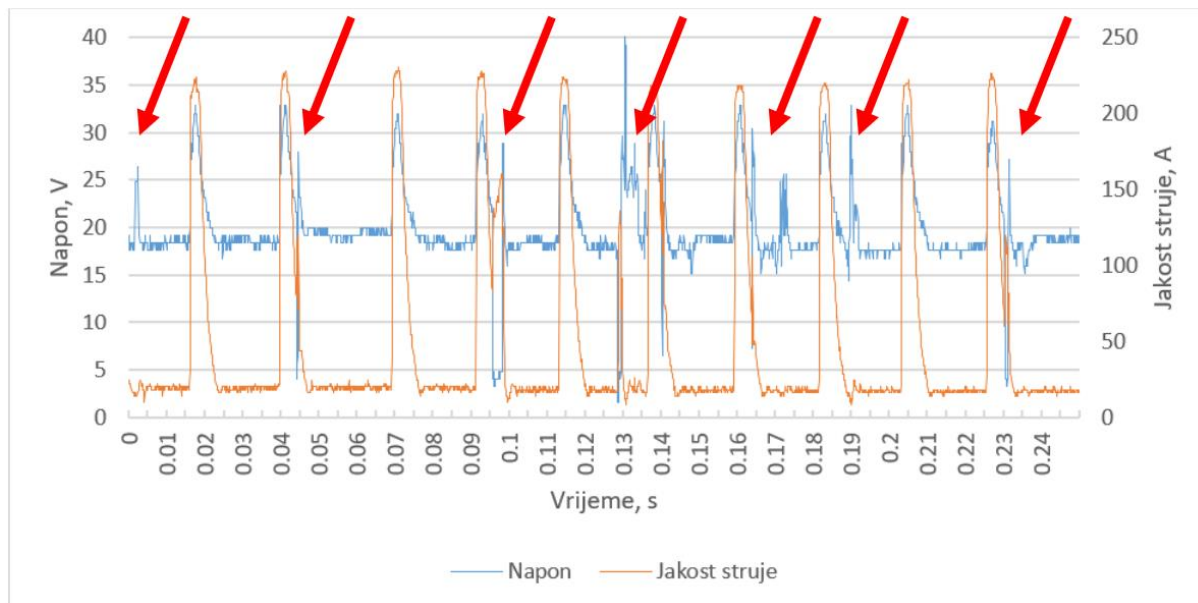
Slika 49. Uobičajena dinamička karakteristika impulsnog luka

Prema dinamičkoj karakteristici prikazanoj na slici 49., obilježje impulsnog luka je izraženi, gotovo trenutni porast napona s bazne vrijednosti (oko 18 V) na vršnu vrijednost (preko 30 V). Jakost struje slijedi porast napona s bazne vrijednosti (oko 17 A) prema vršnoj vrijednosti od oko 225 A. Kako bi stabilizirao struju, napon potom naglo pada pa ponovno raste približavajući se vršnoj vrijednosti, zadržavajući struju impulsa na vrhu. Završetak impulsa počinje padom napona, ovaj put ne tako intenzivnim tempom, prema baznoj vrijednosti. Nakon duljeg intervala vremena, impulsni ciklus ponovno započinje naglim rastom napona. Frekvencija u ovom slučaju kreće se oko 45 Hz.

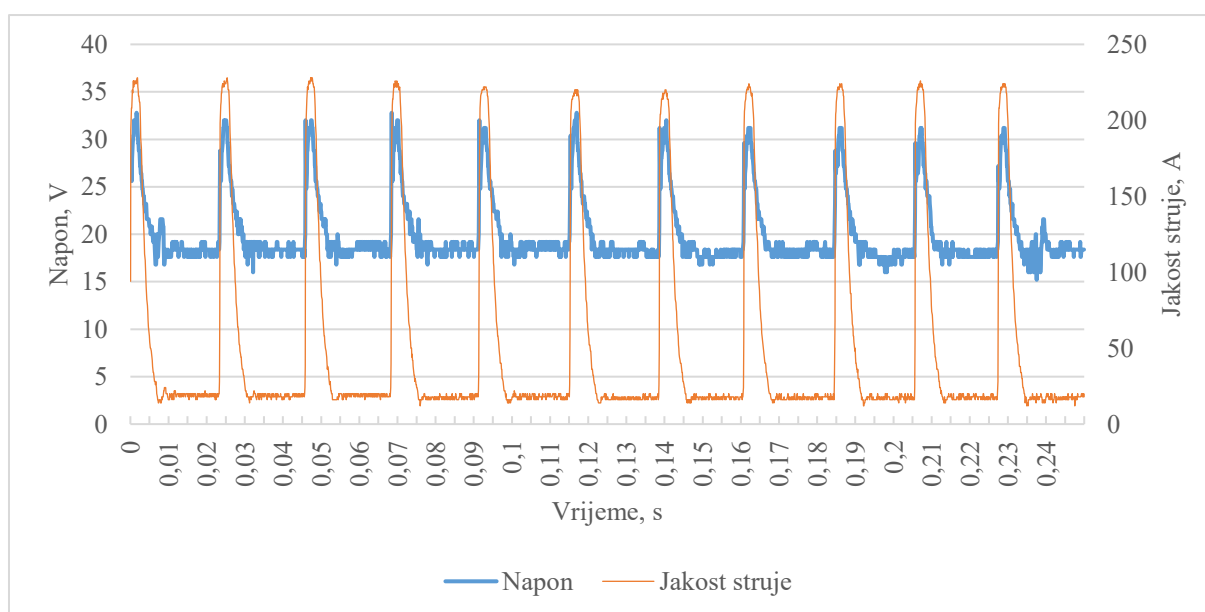
Nestabilnost električnog luka uzrokovana vanjskim čimbenicima trenutačno se stabilizira reakcijom napona kako je obilježeno na slici 49. Što je nestabilnost izraženija, reakcija je jača,

a, osim struje i napona, dolazi i do odstupanja u frekvenciji i trajanju impulsa. Ekstremni primjer nestabilnog električnog luka prikazan je na slici 50.

Rezultati snimanja dinamičkih karakteristika uzoraka 1, 2, 3 i 4 prikazani su na slikama 51., 52., 53. i 54.

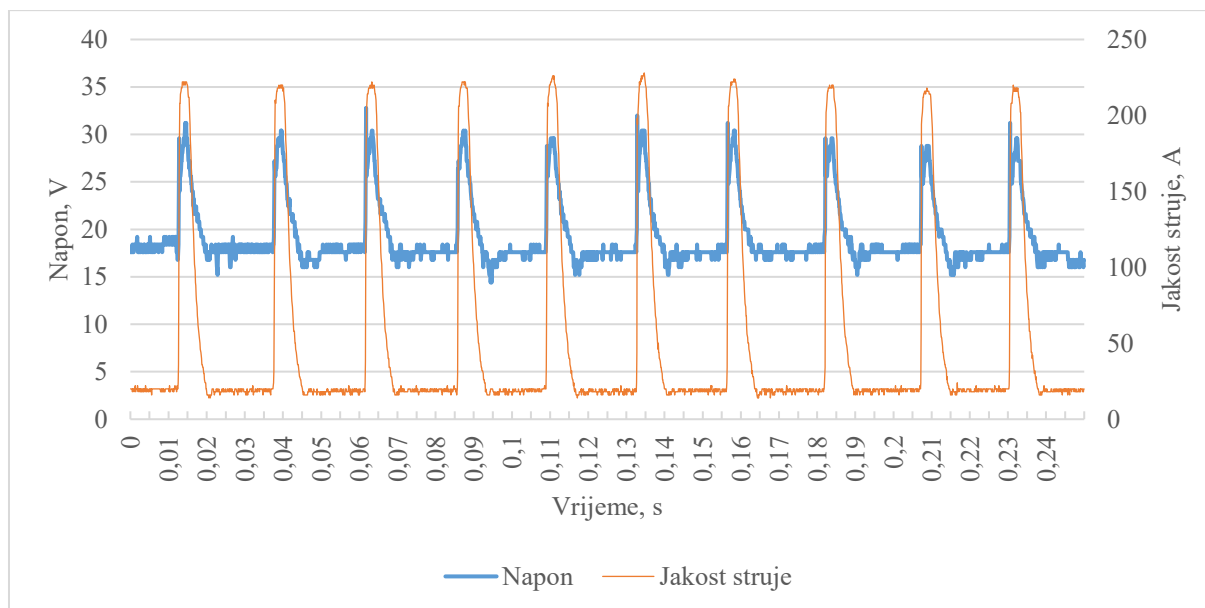


Slika 50. Primjer izraženih nestabilnosti impulsnog luka



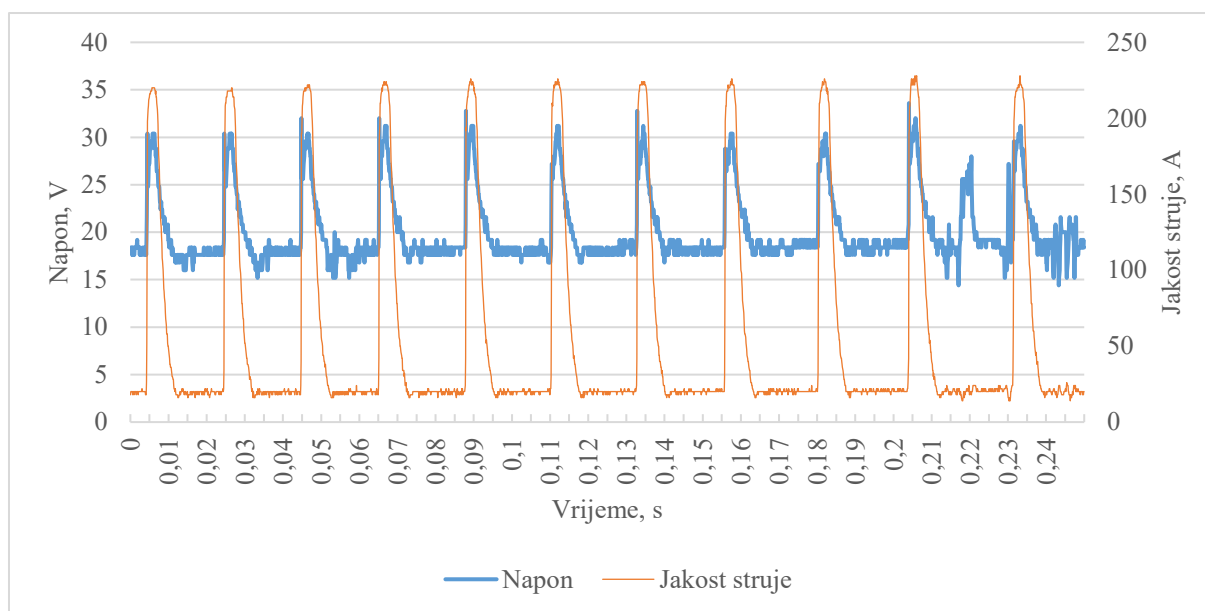
Slika 51. Dinamička karakteristika uzorka 1

Dinamička karakteristika uzorka 1 prikazuje stabilan proces s pravilnim i ponovljivim ciklusom napona i jakosti struje te ujednačenom frekvencijom. Nisu zamijećene nikakve značajne anomalije koje bi ukazivale na nestacionarnost parametara. Izračunata prosječna jakost struje na temelju ove karakteristike iznosi 52 A, a prosječni napon 20 V.



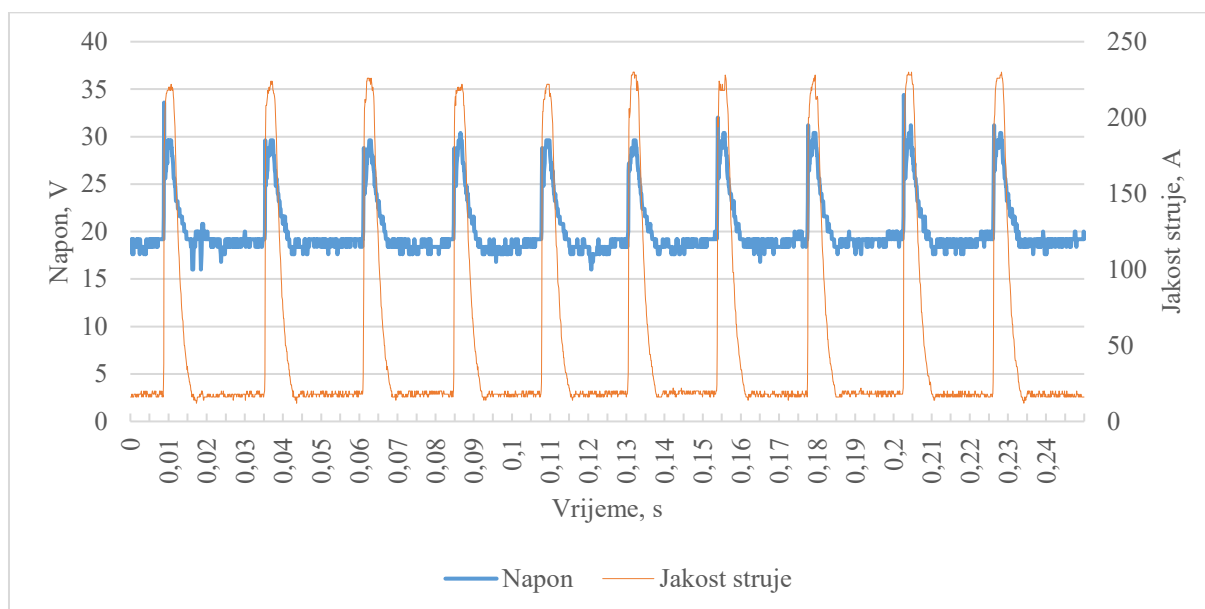
Slika 52. Dinamička karakteristika uzorka 2

Kod uzorka 2 može se zamijetiti ujednačen vremenski interval impulsa napona i jakosti struje što ukazuje na stabilan proces. Prosječna struja iznosi 51 A, a napon 19 V.



Slika 53. Dinamička karakteristika uzorka 3

Uzorak 3 također je pokazao zadovoljavajuću stabilnost procesa bez većih anomalija. Dobivene vrijednosti struje i napona su 54 A i 20 V.



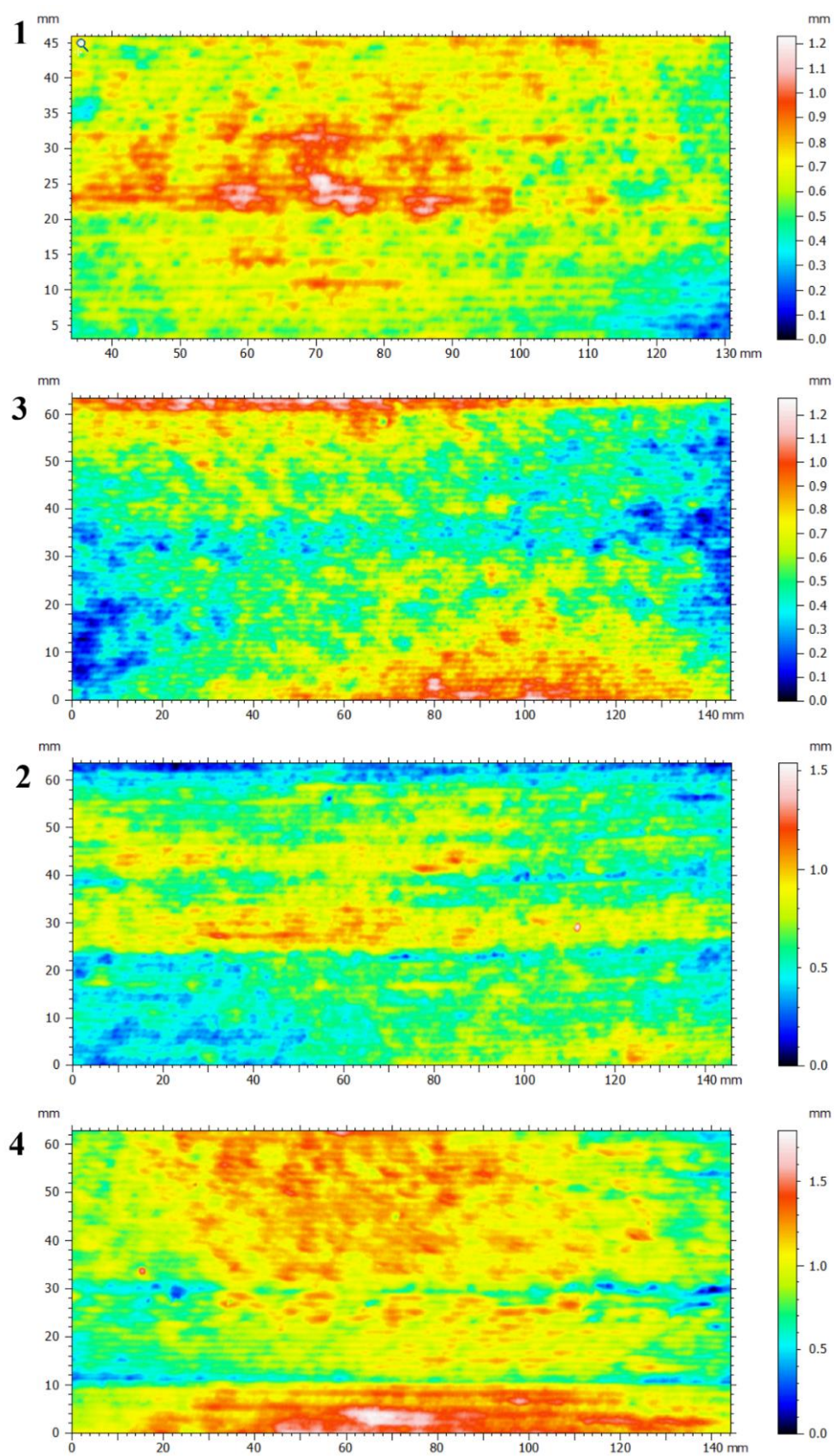
Slika 54. Dinamička karakteristika uzorka 4

Dinamička karakteristika uzorka 4, iako je udaljenost rashladnog sredstva u ovom slučaju bila samo 10 mm, ukazuje na stabilan proces veliku većinu vremena. Na slici 54. vidljiv je

konstantan vremenski interval među impulsima bez očitih anomalija koje bi ukazivale na nestabilnost procesa. Jakost struje iznosila je 51 A, a napon 20 V. Ipak, iako je veliku većinu vremena električni luk bio stabilan kao što pokazuje slika 54., kod izrade uzorka 4 zabilježene su nešto učestalije nestabilnosti nego kod drugih uzoraka. Primjer nestabilnosti prikazan na slici 50. zabilježen je upravo kod izrade uzorka 4. Budući da vremenski interval snimanja dinamičke karakteristike iznosi svega 0,25 s, vremenski udio nestabilnosti električnog luka nije bilo moguće kvantificirati.

4.2.2. Rezultati i analiza teksture površine izratka

Stabilnost procesa dodatno je ocijenjena analizom teksture površine izratka. Tekstura površine snimljena 3D skenerom, prikazana na slici 55., dodatno je opisana pokazateljima teksture sukladno normi HRN EN ISO 25178-2. Dimenzije analiziranog dijela površine izratka iznosile su približno 130 mm × 45 mm, što je ocijenjeno dovoljnim za reprezentativnost analize. Rezultati su navedeni u tablici 9.



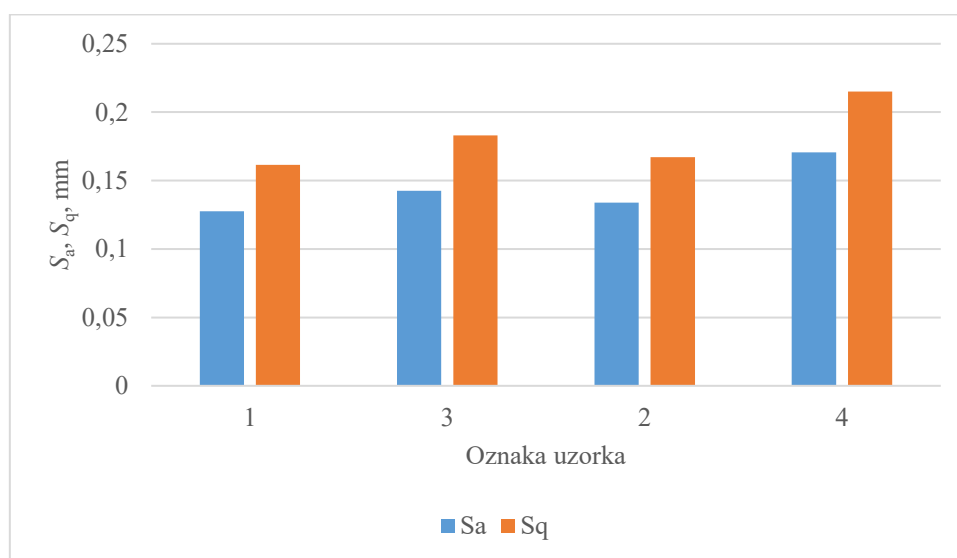
Slika 55. Trodimenzionalno skenirana površina uzoraka 1, 2, 3 i 4

Trodimenzijski prikaz snimke ravnog dijela izratka ukazuje na geometrijski stabilan element bez uočenih deformacija. Ipak, valja napomenuti da je prilikom strojne obrade uzoraka uočeno djelomično oslobađanje zaostalih naprezanja koje je uzrokovalo blaga iskrivljenja.

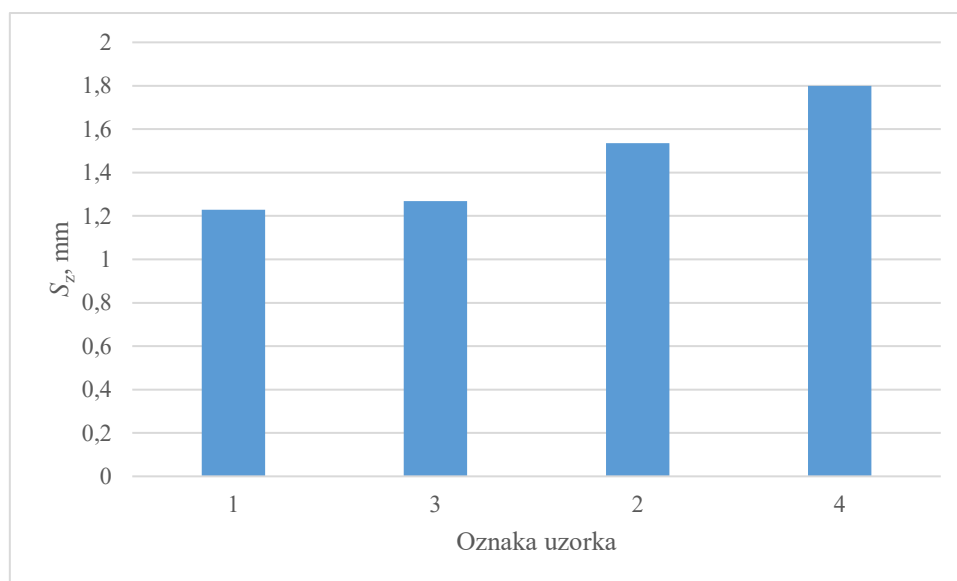
Tablica 9. Parametri teksture površine za uzorke 1, 2, 3 i 4

Uzorak	1	3	2	4
S_q , mm	0,1615	0,183	0,167	0,215
S_{sk}	-0,1369	0,3945	0,0255	-0,1258
S_{ku}	3,153	3,245	2,882	3,23
S_p , mm	0,6442	0,709	0,8918	0,7974
S_v , mm	0,5842	0,5601	0,6439	1,001
S_z , mm	1,228	1,269	1,536	1,799
S_a , mm	0,1276	0,1426	0,1339	0,1706

Na vizualnom prikazu rezultata na slici 56. vidljivo je da aritmetička srednja vrijednost visina S_a i korijen srednje vrijednosti kvadrata visina S_q pokazuju trend porasta vrijednosti među uzorcima. Vrijednosti parametara S_{sk} i S_{ku} ostale su u relativno uskom rasponu kod svih uzoraka što ukazuje na relativno homogenu topografiju bez izraženih anomalija u obliku ekstremnih vrhova ili dubokih udubljenja. S_z raste od 1,228 mm (uzorak 1) do 1,799 mm (uzorak 4), pri čemu je porast kod uzorka 4 pretežno posljedica dubine dolova (S_v raste od 0,584 mm na 1,001 mm), a ne visine vrhova.



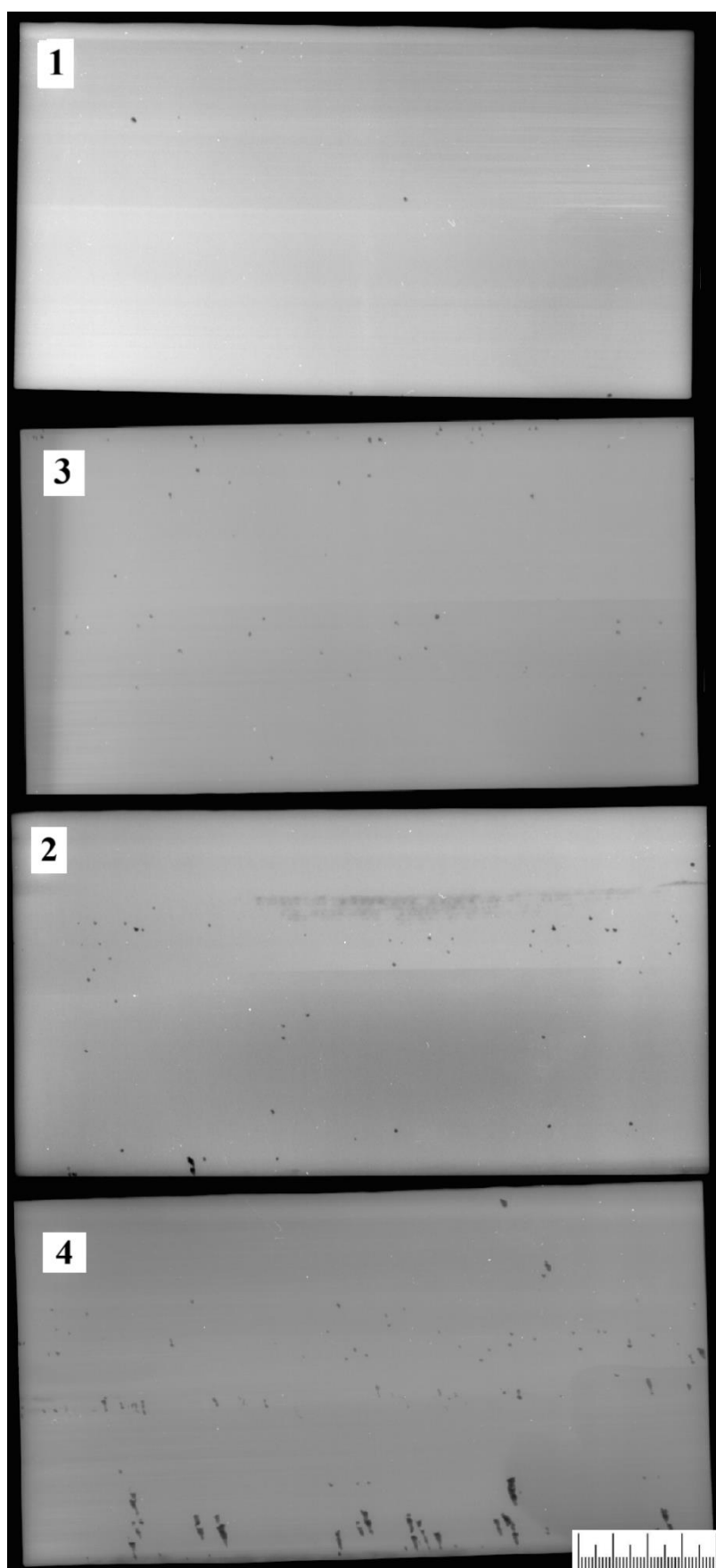
Slika 56. Parametri teksture površine S_a i S_q za uzorke 1, 2, 3 i 4



Slika 57. Parametar teksture površine S_z za uzorke 1, 2, 3 i 4

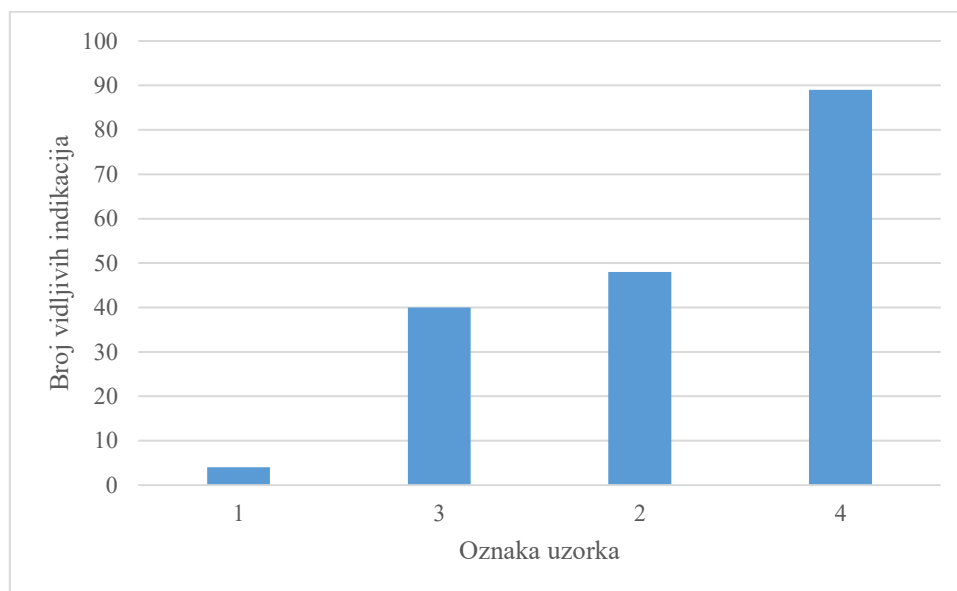
4.2.3. Rezultati i analiza homogenosti izratka

Homogenost uzorka procijenjena je prebrojavanjem vidljivih indikacija i mjerenjem udjela njihove ukupne proicirane površine na radiogramima. Udio proicirane površine indikacija na radiogramima poslužio je kao aproksimacija volumnog udjela nepravilnosti u uzorku. Na svakom radiogramu odabran je reprezentativni dio približnih dimenzija $180 \text{ mm} \times 80 \text{ mm}$ na kojem je provedena analiza. Zacrtnjenje radiograma mijenjano je nekoliko puta tijekom prebrojavanja kako bi se povećao kontrast i poboljšala uočljivost indikacija. Sve površinske nepravilnosti koje su vidljive na radiogramima isključene su iz analize. Radiogrami su prikazani na slici 58., a rezultati analize homogenosti na slikama 59. i 60.



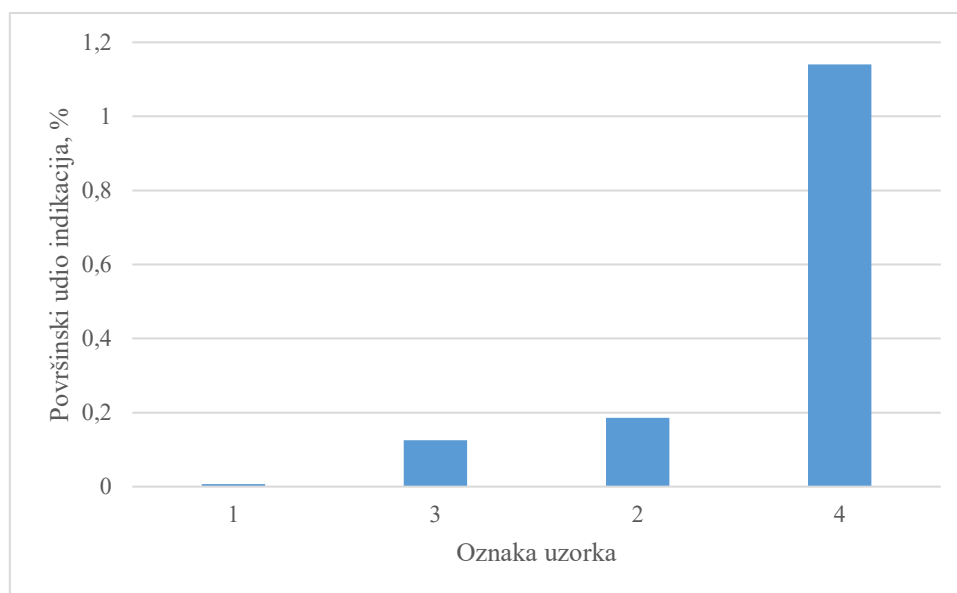
Slika 58. Radiogrami uzoraka

Na radiogramima svih uzoraka zabilježen je veći ili manji broj okruglih indikacija koje upućuju na pojavu poroznosti u uzorcima. Makroanaliza je potvrdila da su vidljive indikacije plinski uključci odnosno pore.



Slika 59. Broj vidljivih indikacija na reprezentativnom dijelu radiograma

Vidljivo je da rast broja pora prati smanjenje udaljenosti vode od električnog luka tijekom aditivne proizvodnje uzoraka. Što je voda bliže električnom luku, lokalno postiže više temperature te intenzivnije isparava. Vodena para, unatoč intenzivnoj plinskoj zaštiti, uzrokuje pojavu pora u uzorcima čak i kada je voda bila 30 mm udaljena od električnog luka. Kod uzorka izrađenog bez hlađenja vodom zabilježena je neznatna količina pora.



Slika 60. Proicirana površina indikacija na reprezentativnom dijelu radiograma

Proicirana površina indikacija na radiogramima dodatno naglašava utjecaj vodene pare prilikom proizvodnje. Tako radiogram uzorka 4 ukazuje na značajno veću proiciranu površinu pora. Na radiogramu uzorka 4 vidljive su izdužene indikacije u donjem dijelu. Makroanalizom je utvrđeno da su te indikacije također plinski uključci koji su svojom veličinom uzrokovali lokalnu nestacionarnost procesa te se tako proširili kroz više slojeva.

Analiza homogenosti pokazala je značajan utjecaj aktivnog hlađenja vodom. Smanjenjem udaljenosti između rashladnog sredstva i električnog luka osjetno je porastao broj, a osobito proicirana površina plinskih uključaka. Iako je i na najmanjoj udaljenosti taj broj još uvijek nedovoljan da ugrozi integritet izratka, trend rasta broja uključaka, a osobito proicirane površine, snažno upućuje na to da je granična udaljenost vode od električnog luka pri kojoj aktivno hlađenje više nije primjenjivo bliska vrijednosti od 10 mm primijenjenoj kod uzorka 4.

4.3. Analiza mikrostrukture

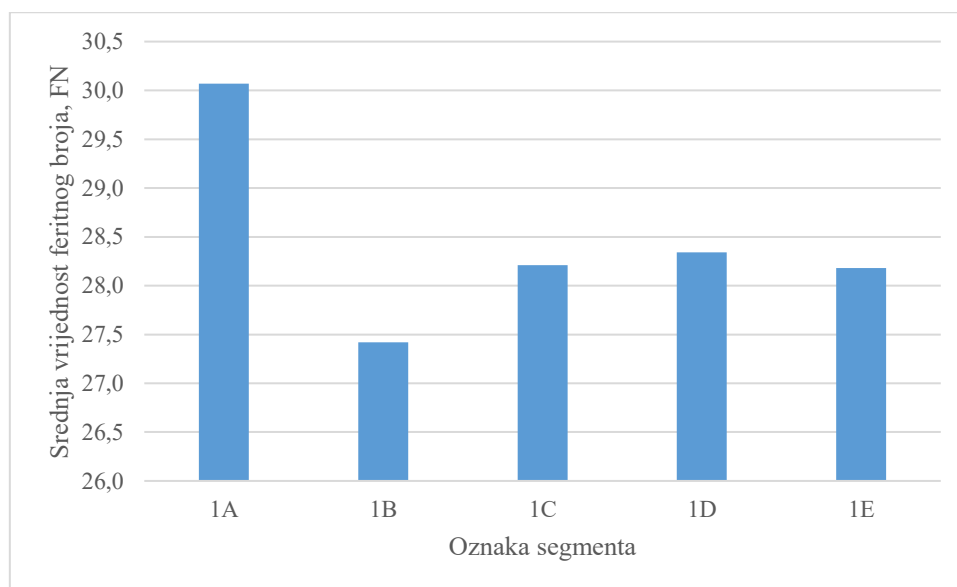
Sukladno drugoj hipotezi, očekivan je utjecaj toplinskog ciklusa na mikrostrukturu dobivenog materijala. Karakterizacija mikrostrukturnih faza provedena je optičkim mikroskopom, a rezultati su potvrđeni pretražnim elektronskim mikroskopom (SEM). Potom je izmjeren udio ferita i provedena analiza kemijskog sastava uzoraka. Dobiveni rezultati konačno su analizirani u kontekstu razlika među temperaturnim povijestima uzoraka.

4.3.1. Rezultati i analiza izmjerenih vrijednosti udjela ferita

Mjerenje udjela ferita feritmetrom provedeno je na svim segmentima svih uzoraka s po deset mjerenja na svakom segmentu. Izmjerene vrijednosti za uzorak 1 navedene su u tablici 10., a srednje vrijednosti zorno prikazane na slici 61.

Tablica 10.Izmjerene vrijednosti feritog broja po segmentima uzorka 1

Redni broj mjerenja	1A	1B	1C	1D	1E
1	28,3	27,2	26,8	28,1	28,1
2	29,6	27,4	27,6	29,3	28,4
3	31,3	27,5	28,1	28,4	27,1
4	32,6	27,1	29,2	28,5	26,3
5	29,6	27,4	29,2	28,2	25,7
6	32,7	27,6	28,2	27,7	26,7
7	28,8	28,1	29,1	27,6	31,2
8	30,5	27,3	28,5	28,6	30,4
9	27,0	26,6	27,3	27,8	28,9
10	30,3	28,0	28,1	29,2	29,0
Srednja vrijednost, FN	30,1	27,4	28,2	28,3	28,2
Standardna devijacija, FN	1,8	0,4	0,8	0,6	1,8



Slika 61. Prikaz srednjih vrijednosti feritnog broja po segmentima za uzorak 1

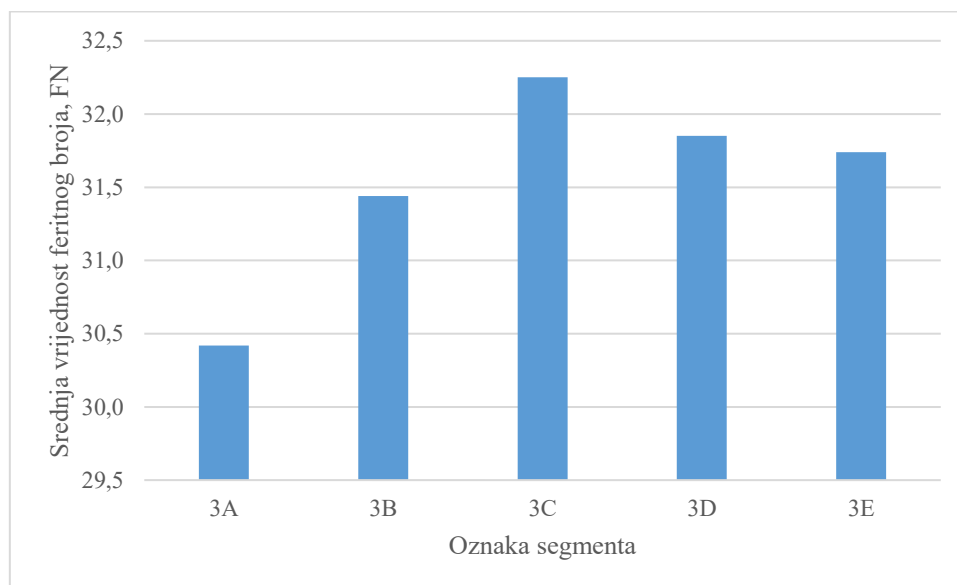
Nešto viša zabilježena vrijednost feritnog broja uz blago povišenu standardnu devijaciju kod segmenta A pripisuje se djelomičnom miješanju materijala podloge (izrađene od ugljičnog čelika) u donjim slojevima. Analogno, izraženije rasipanje rezultata u segmentu E povezuje se s povećanom heterogenošću raspodjele ferita uslijed prisutnosti završnih slojeva.

Tablica 11.Izmjerene vrijednosti feritog broja po segmentima uzorka 3

Redni broj mjerenja	3A	3B	3C	3D	3E
1	23,9	29,8	31,7	31,4	35,3
2	30,0	31,9	33,8	31,7	31,4
3	31,1	31,4	33,9	31,6	30,2
4	31,2	32,2	32,2	31,2	31,6
5	33,1	31,6	31,5	32,4	35,4
6	32,1	32,2	31,4	32,1	31,2
7	32,5	31,0	31,3	33,9	29,5
8	32,0	31,8	32,3	31,4	30,5
9	29,4	31,7	32,2	31,0	30,4
10	28,9	30,8	32,2	31,8	31,9
Srednja vrijednost, FN	30,4	31,4	32,3	31,9	31,7
Standardna devijacija, FN	2,7	0,7	0,9	0,8	2,0

U središnjem dijelu izratka (segmenti B, C i D) standardne devijacije rezultata iznimno su male što ukazuje na homogenost raspodjele ferita po volumenu materijala. Koeficijent determinacije

R^2 linearnog regresijskog modela od samo 0,21 ukazuje na nepostojanje trenda promjene udjela ferita po visini mjernih točaka na izratku.

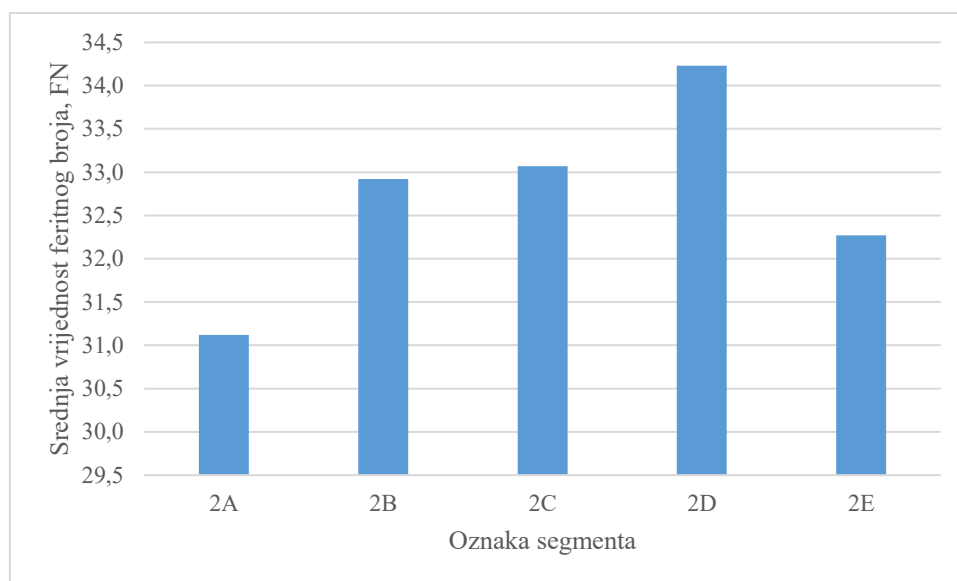


Slika 62. Prikaz srednjih vrijednosti feritnog broja po segmentima za uzorak 3

Izmjerene vrijednosti kod uzorka 3, prikazane u tablici 11., također pokazuju povišene vrijednosti standardnih devijacija u segmentima A i E koji sadržavaju početne odnosno završne slojeve materijala. Prema slici 62., ni u ovom slučaju nije vidljiva jasna korelacija između visine mjerne točke i udjela ferita.

Tablica 12.Izmjerene vrijednosti feritog broja po segmentima uzorka 2

Redni broj mjerenja	2A	2B	2C	2D	2E
1	27,8	32,4	33,9	33,5	35,9
2	31,3	33,2	34,8	35,3	32,2
3	31,4	32,2	35,5	34,1	31,0
4	34,4	33,3	33,0	34,5	30,9
5	31,2	33,1	32,3	33,7	32,4
6	31,4	34,3	32,7	33,9	34,4
7	29,4	32,7	31,5	35,6	31,4
8	33,3	33,1	31,8	37,1	32,3
9	31,8	32,8	32,0	32,5	31,6
10	29,2	32,1	33,2	32,1	30,6
Srednja vrijednost, FN	31,1	32,9	33,1	34,2	32,3
Standardna devijacija, FN	1,9	0,6	1,3	1,5	1,7

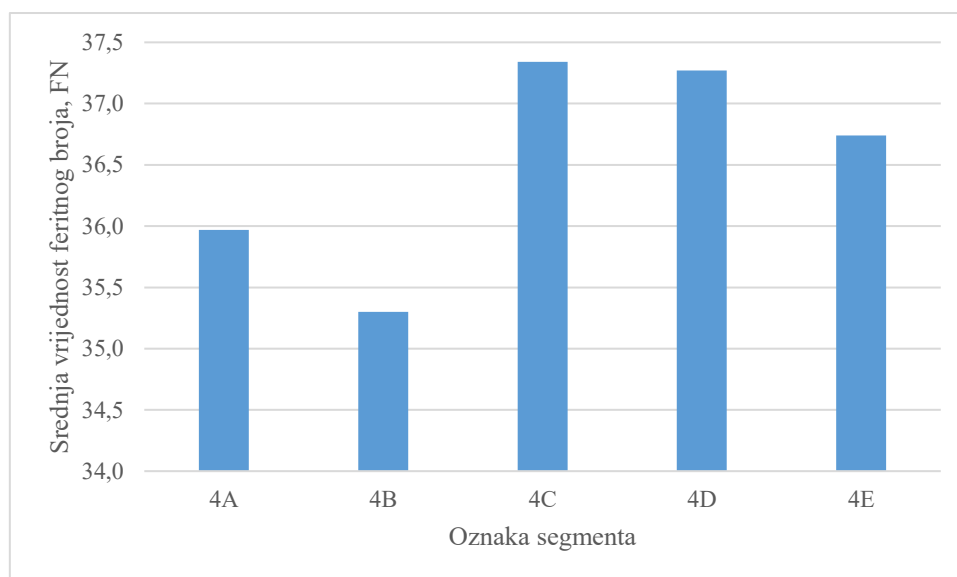


Slika 63. Prikaz srednjih vrijednosti feritnog broja po segmentima za uzorak 2

Uzorak 2 dosljedno pokazuje povišeno rasipanje rezultata u krajnjim segmentima, dok središnji dio izratka karakterizira homogenost raspodjele ferita bez jasnog trenda promjene udjela. Izmjerene vrijednosti navedene su u tablici 12. te zorno prikazane na slici 63.

Tablica 13.Izmjerene vrijednosti feritog broja po segmentima uzorka 4

Redni broj mjerenja	4A	4B	4C	4D	4E
1	28,7	34,2	37,7	38,1	36,9
2	40,0	36,0	37,8	37,9	36,4
3	38,3	35,8	36,6	37,1	35,9
4	37,2	35,8	36,6	35,9	36,7
5	34,8	36,1	35,8	38,6	35,0
6	31,7	35,7	36,1	36,0	40,4
7	34,7	32,4	38,5	36,7	36,5
8	38,3	36,1	38,1	38,5	37,0
9	40,0	34,5	38,9	38,4	36,1
10	36,0	36,4	37,3	35,5	36,5
Srednja vrijednost, FN	36,0	35,3	37,3	37,3	36,7
Standardna devijacija, FN	3,6	1,2	1,0	1,2	1,4



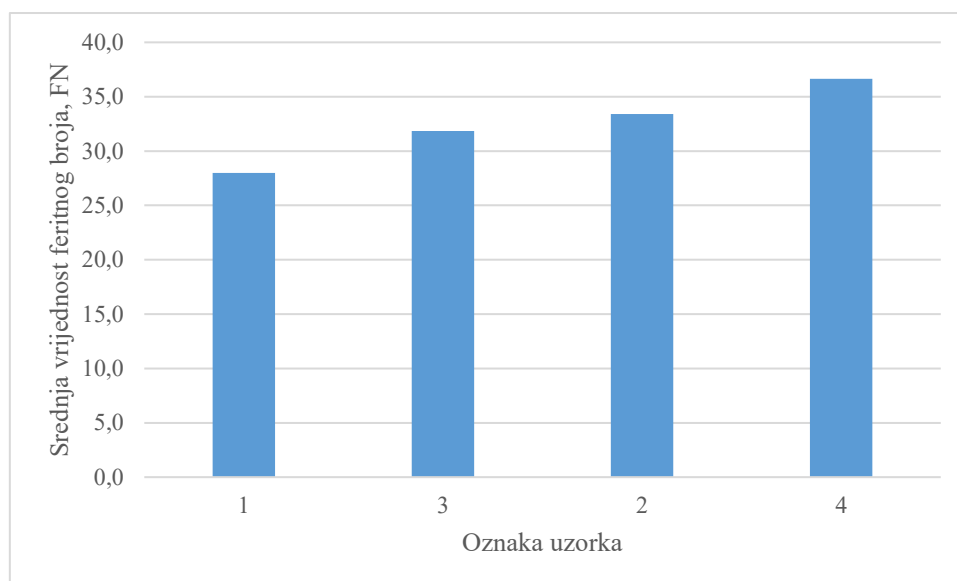
Slika 64. Prikaz srednjih vrijednosti feritnog broja po segmentima za uzorak 4

U skladu s rezultatima prethodnih uzoraka, i kod uzorka 4 zabilježena je povišena standardna devijacija u segmentu A te blago povišena u segmentu E. I u ovom slučaju uzrok tome se povezuje s nehomogenošću početnih i završnih slojeva uzrokovanom prirodom procesa proizvodnje. Sredinu izratka odlikuje homogena raspodjela ferita kako je prikazano u tablici 13. te na slici 64.

Ako se rezultati mjerenja promotre sumarno za sva četiri uzorka, jasno se može uočiti korelacija između srednje vrijednosti feritnog broja i razlika u toplinskom ciklusu među uzorcima. Zbog prethodno navedenog utjecaja početnih i završnih slojeva, iz konačne analize isključeni su segmenti A i E. Srednja vrijednost feritnog broja za pojedini uzorak izračunata je uzimajući u obzir sve izmjerene vrijednosti u segmentima B, C i D, dakle po 30 mjerenja za svaki uzorak. Izračunate vrijednosti za sva četiri uzorka navedene su u tablici 14. te su zorno prikazane na slici 65.

Tablica 14. Srednje vrijednosti i standardne devijacije feritnog broja za uzorke 1, 2, 3 i 4

Uzorak	1	3	2	4
Srednja vrijednost, FN	28,0	31,8	33,4	36,6
Standardna devijacija, FN	0,7	0,9	1,3	1,5

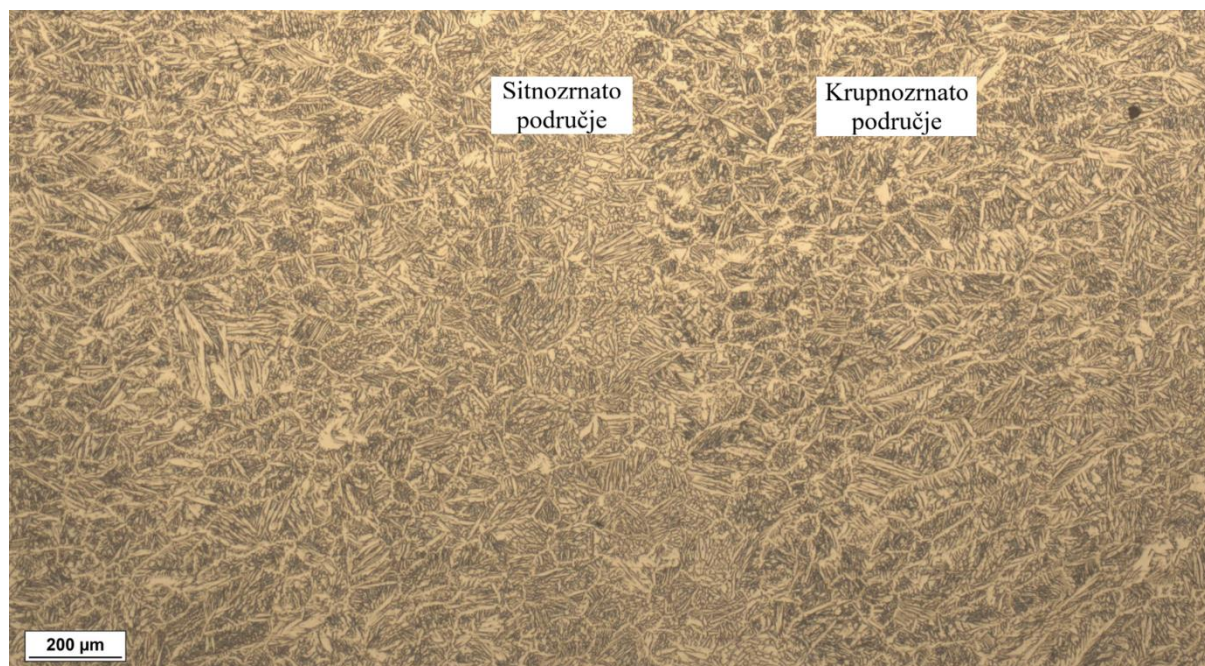


Slika 65. Prikaz srednjih vrijednosti feritnog broja za uzorke 1, 2, 3 i 4

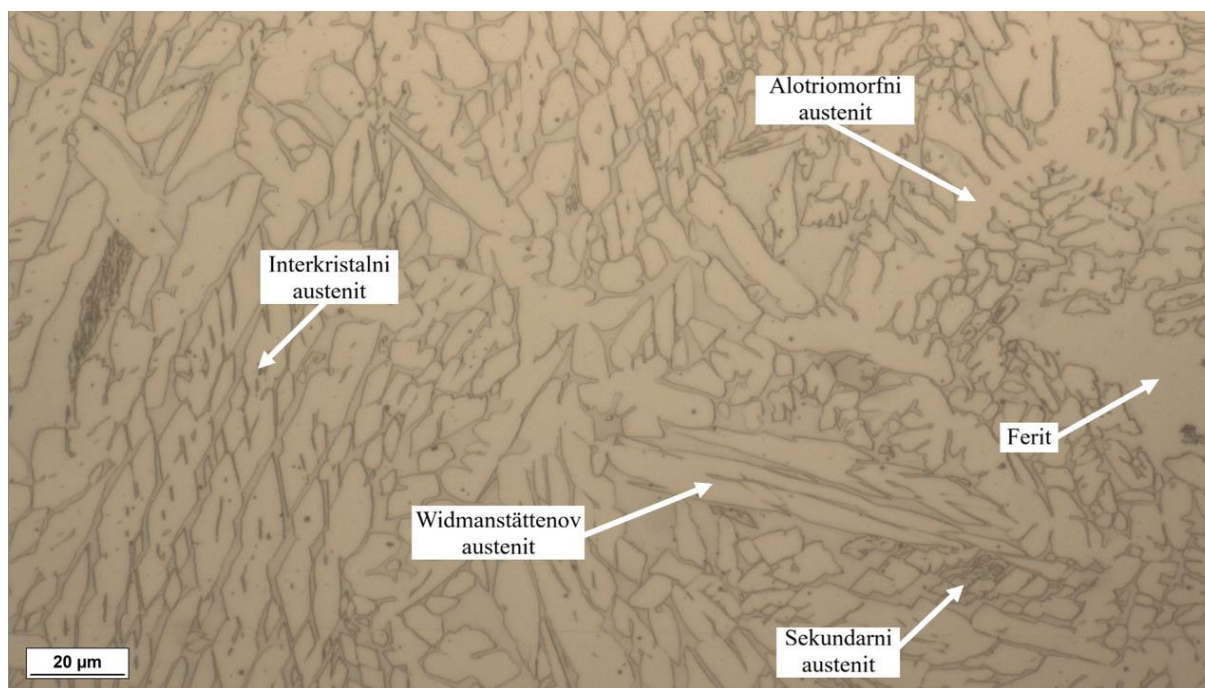
4.3.2. Rezultati i analiza mikrostrukture optičkim mikroskopom

Mikrostruktura materijala jasno otkriva slojevitost u kojoj se izmjenjuju sitnozrnata i krupnozrnata područja kako je vidljivo na slici 66. Pri povećanju od $50\times$ vidljiva su područja krupnijih zrna koja karakterizira usmjerenost u smjeru izrade. Budući da dupleks nehrđajući čelik solidificira kao potpuni ferit, usmjerenost uočena kod austenitnih zrna uzrokovana je oblikom inicijalnih feritnih zrna iz kojih se pri hlađenju izlučuje austenit. Navedena usmjerenost nije paralelna sa smjerom izrade u svim dijelovima izratka jer prati nagib izduženih feritnih zrna koja su orijentirana prema izvoru topline.

Sitnozrnate zone nastaju ondje gdje je prethodno položeni materijal ponovno zagrijan polaganjem sljedećih slojeva. Ponovno zagrijana područja (zona utjecaja topline svakog idućeg sloja) prolaze kroz nižu vršnu temperaturu te kraći ciklus zagrijavanja od izvornog skrućivanja, što na dva načina usitnjava strukturu. Prvo, niža vršna temperatura znači manje rasta feritnih zrna. Ferit u toj zoni ne naraste kao u izvornom sloju, pa je polazni okvir sitniji. Drugo, sekundarni austenit nukleira na mnoštvu mjesta (postojeća γ/α sučelja, dislokacije, uključci), a zbog niže temperature difuzija je spora, pa je rast zrna ograničen. Rezultat je gust, fini, pretežno interkristalni austenit.



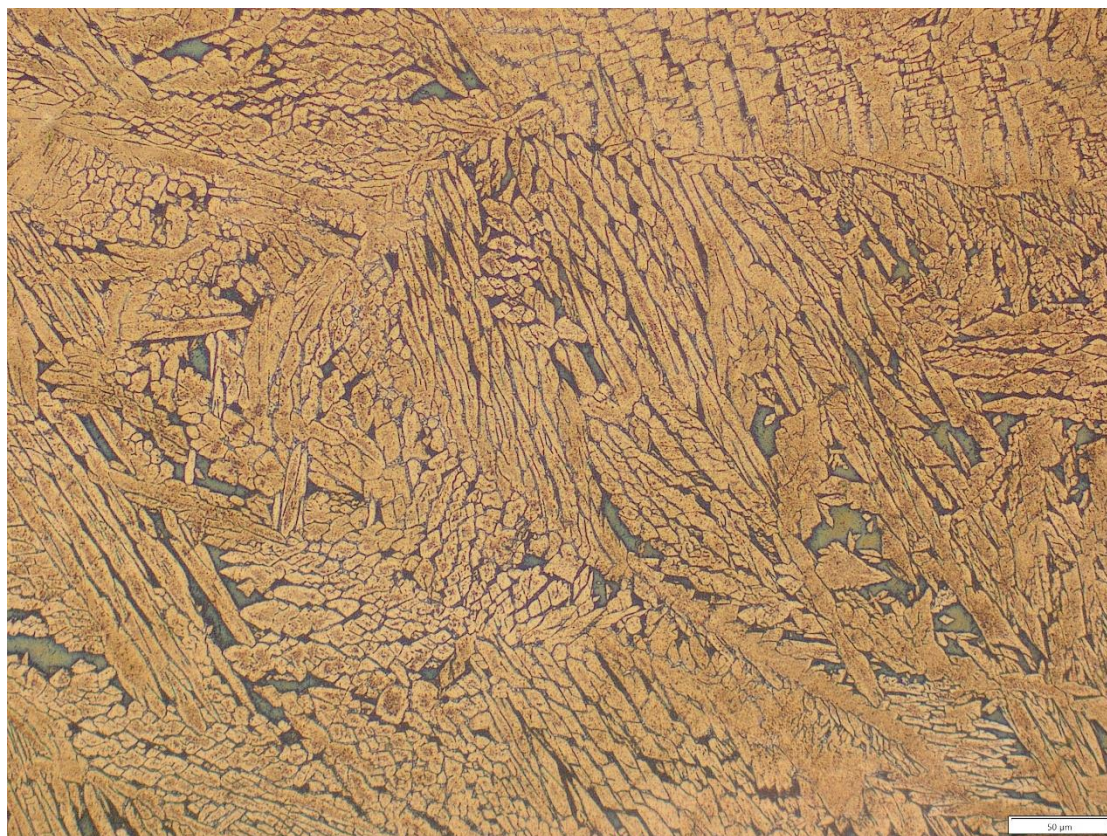
Slika 66. Mikrostruktura uzorka 1, sitnoznata i krupnoznata područja, povećanje 50×



Slika 67. Mikrostruktura uzorka 1, morfološki oblici austenitnih zrna, povećanje 500×

Veća povećanja potvrđuju navedene nalaze. Slika 67. prikazuje mikrostrukturu uzorka 1 pri povećanju od 500×. Slika zorno prikazuje izrazitu raznolikost mikrostrukture aditivno

proizvedenog dupleks nehrđajućeg čelika. Na relativno malom području od, otprilike, $250\text{ }\mu\text{m} \times 150\text{ }\mu\text{m}$ vidljivi su razni oblici austenitnih zrna unutar feritne matrice. Dominira interkristalni austenit uz pokoji lamelu Widmanstättenovog austenita te alotriomorfni oblik koji prati granice prijašnjeg feritnog zrna. Sekundarni austenit također je vidljiv u nekim područjima u obliku sitnih interkristalnih zrna.



Slika 68. Mikrostruktura uzorka 2, pretežiti udio austenita, povećanje $200\times$

Ako se promotri mikrostruktura uzorka nagriženog Berahinim reagensom koji ferit boji tamno, jasno je vidljiv pretežiti udio austenita. Na slici 68. prikazana je mikrostruktura uzorka 2 pri povećanju od $200\times$. Također, osim različite morfologije, vidljiva je i izrazita neujednačenost veličine kristalnih zrna.

Na slikama 69., 70., 71. i 72. prikazana je karakteristična mikrostruktura za sva četiri uzorka uz povećanje od $200\times$. Lokacije za analizu odabrane su tako da obuhvate uobičajenu morfologiju sitnozrnatih i krupnozrnatih dijelova materijala. Nagrizanje uzoraka provedeno je oksalnom kiselinom. Korišteni reagens primarno nagriža granice zrna koje su istaknute kao tamne linije.

Djelomično je nagrižen i ferit koji je nešto tamniji od austenita. Austenitna zrna prikazana su žuto-smeđom bojom.



Slika 69. Karakteristična mikrostruktura za uzorak 1, povećanje 200×



Slika 70. Karakteristična mikrostruktura za uzorak 3, povećanje 200×



Slika 71. Karakteristična mikrostruktura za uzorak 2, povećanje 200×



Slika 72. Karakteristična mikrostruktura za uzorak 4, povećanje 200×

Vizualnim pregledom mikrostrukture uzorka 1 vidljivo je da interkristalni oblik austenitnih zrna dominira uz tek pokoju lamelu Widmanstättenovog austenita. U sitnozrnatom dijelu uočljiva

su područja sekundarnog austenita. Alotriomorfni austenit djelomično ocrta granice prijašnjih feritnih zrna i dobrim je dijelom transformiran u interkristalni oblik uslijed ponovnog zagrijavanja.

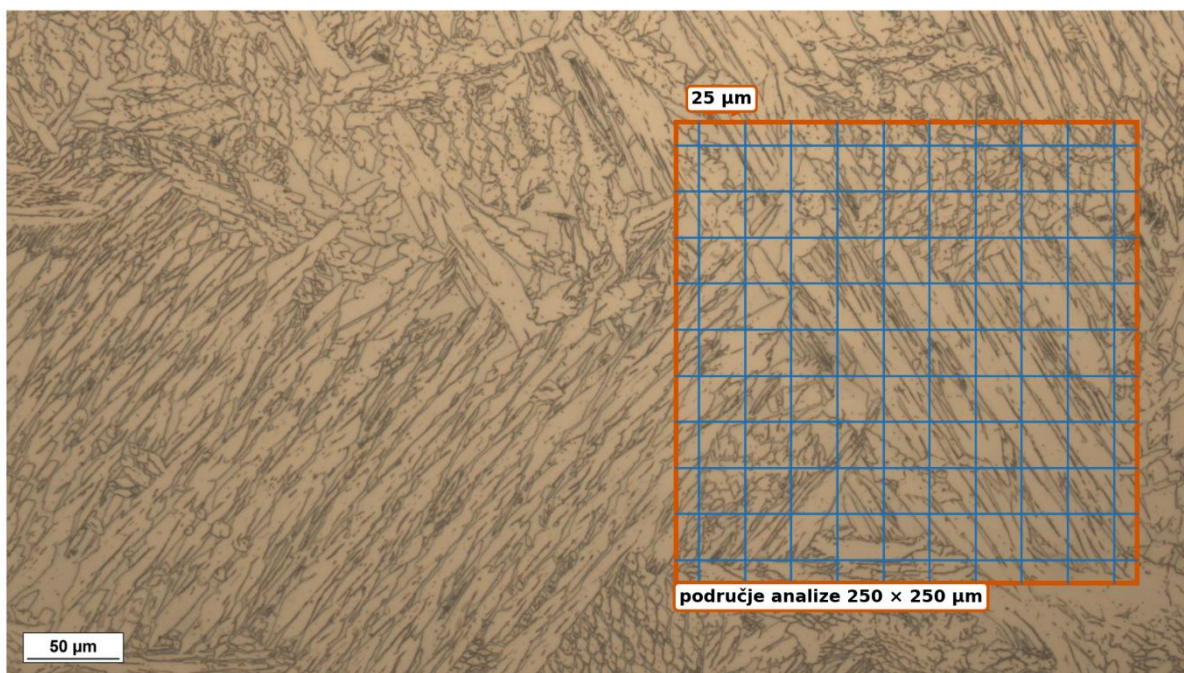
Uzorak 3 karakterizira povećani udio Widmanstättenovog austenita, a manji udio sekundarnog austenita. Alotriomorfni oblik slabije je transformiran u interkristalni, nego kod uzorka 1. Usmjerenost kristalnih zrna također je nešto izraženija. Mikrostruktura otkriva manji broj tamnih precipitata.

Uzorak 2 ima značajno veći udio Widmanstättenovog austenita uz vidljiva područja alotriomornog austenita u izvornom obliku. Udio interkristalnog oblika austenitnih zrna značajno je manji uz vidljive tamne precipitate.

Vrlo izražene i relativno velike lamele Widmanstättenovog austenita vidljive su kod uzorka 4. Udio interkristalnog austenita kod ovog uzorka uvjerljivo je najmanji. Usmjerenost zrna je vrlo izražena kao i tamni precipitati. Veličina zrna prividno je veća u usporedbi s drugim uzorcima.

Osim spomenutih točkastih precipitata za koje optičkom mikroskopijom nije bilo moguće utvrditi sastav, ni na jednom od uzoraka nisu uočene sekundarne mikrostrukturne faze poput σ , χ ili α' faze.

S ciljem kvantifikacije veličine zrna provedena je računalna analiza mikrostrukture pri povećanju od $200\times$. Veličina kristalnih zrna aproksimirana je analizom slike u programskom paketu ImageJ. Najprije je unutar svake slike ručno odabrano reprezentativno područje. Potom je položeno po deset vertikalnih i horizontalnih linija kako je prikazani na slici 73. Veličina kristalnih zrna konačno je aproksimirana duljinama presjeka granica zrna u horizontalnom i vertikalnom smjeru. Kao orijentacijski neovisna mjera veličine zrna uzeta je geometrijska sredina horizontalne i vertikalne vrijednosti.

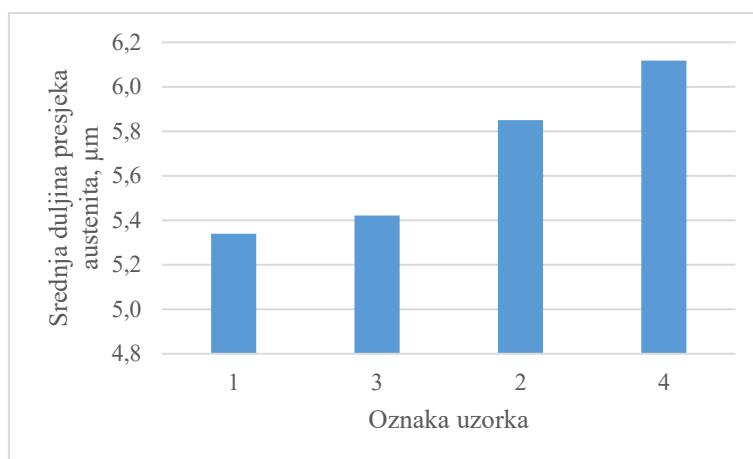


Slika 73. Primjer određivanja duljina presjeka granica zrna

Tablica 15. Srednja duljina presjeka granice zrna za uzorke 1, 2, 3 i 4

Uzorak	Udaljenost vode, mm	Srednja duljina presjeka granice zrna, µm
1	-	5,3
3	30	5,4
2	20	5,9
4	10	6,1

Iz tablice 15. vidljivo je da srednja duljina presjeka granice zrna raste od 5,3 µm kod uzorka 1, koji je hlađen najsporije, do 6,1 µm kod uzorka 4, hlađenoga najintenzivnije. Time je kvantitativno potvrđena vizualna ocjena prema kojoj uzorak 1 ima najsitnija, a uzorak 4 najkrupnija kristalna zrna. Zoran prikaz izmjerenih vrijednosti dan je na slici 74.



Slika 74. Usporedni prikaz srednje duljine presjeka granica kristalnih zrna za uzorke 1, 2, 3 i 4

4.4. Analiza mehaničkih svojstava

Treća hipoteza ovoga istraživanja pretpostavlja utjecaj parametara aktivnog hlađenja na mehanička svojstva izratka. Imajući na umu sklonost dupleks nehrđajućeg čelika prema tvorbi različitih mikrostrukturnih faza od kojih praktički sve imaju značajan utjecaj na konačna svojstva materijala, mehanička svojstva detaljno su ispitana na svim uzorcima. Mjerenje tvrdoće uz primjenu različitih opterećenja i statističku obradu rezultata pokazalo je relativno male razlike u tvrdoći među uzorcima. Ispitivanje udarnog rada loma ukazalo je na mjerljiv utjecaj razlike u mikrostrukturnom sastavu uzoraka. Konačno, provedeno je ispitivanje vlačne čvrstoće i granice razvlačenja te provedena komparativna analiza rezultata.

4.4.1. Rezultati i analiza izmjerenih vrijednosti mikrotvrdoće

Rezultati mjerenja mikrotvrdoće na središnjim dijelovima uzoraka (segmenti B, C i D) uz primjenu tri različita opterećenja prikazani su u tablicama 16., 18., 20. i 22. Mjesta indentacije su nasumična. Za opterećenja utezima mase od 10 g (HV0,01) i 100 g (HV0,1) provedeno je po 50 mjerenja, a za opterećenje utegom mase od 2 kg (HV2) provedeno je 30 mjerenja za svaki od tri navedena segmenta svih uzoraka.

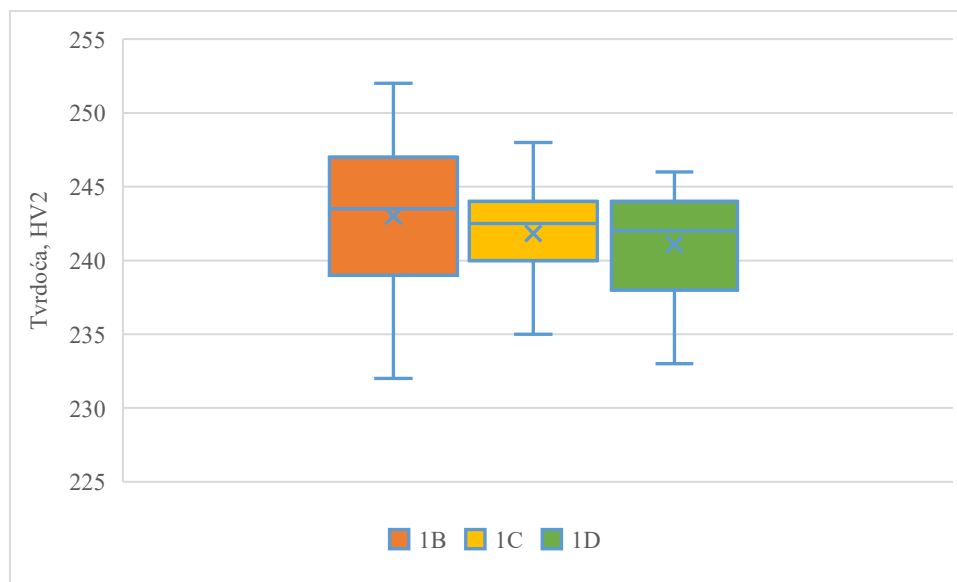
Rezultati su analizirani za svaki uzorak pojedinačno kako bi se ispitaio utjecaj primjene različitih opterećenja prilikom mjerenja. Dodatno, analizirana je raspodjela mikrotvrdoće po segmentima unutar istog uzorka s ciljem utvrđivanja heterogenosti mikrotvrdoće unutar istog uzorka. Također, provedena je i sumarna analiza izmjerenih vrijednosti kojom se utvrđuje utjecaj različitog toplinskog ciklusa, odnosno parametara aktivnog hlađenja uranjanjem među uzorcima.

Mjerenje je provedeno i na vršnom segmentu svakog uzorka (segment E) kako bi se ispitala tvrdoća u završnim slojevima koji su prošli kroz značajno manji broj ciklusa zagrijavanja. U ovom slučaju mjesta indentacije nisu bila nasumična, nego je tvrdoća mjerena po središnjoj liniji uzorka tako da je prvo mjerenje bilo u najvišem, završnom sloju, a ostala mjerenja redom po prethodnim slojevima. Razmak između mjernih točaka bio je oko 0,5 mm.

Tablica 16. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 1

Redni broj mjerenja	1B			1C			1D			1E
	HV0,01	HV0,1	HV2	HV0,01	HV0,1	HV2	HV0,01	HV0,1	HV2	HV2
1	334	280	232	323	274	243	285	276	246	233
2	336	285	252	311	266	248	304	272	245	244
3	321	280	240	312	274	243	299	274	245	243
4	299	266	248	309	275	245	296	285	246	248
5	316	267	246	301	268	242	302	275	234	246
6	297	272	248	319	270	243	299	263	236	238
7	307	275	240	316	264	245	276	266	242	241
8	317	273	249	307	272	240	301	272	236	236
9	336	258	239	318	270	246	294	276	244	235
10	332	268	237	308	275	242	301	279	243	238
11	350	269	235	301	267	235	291	272	242	235
12	314	283	242	325	272	243	268	261	246	242
13	336	274	252	312	272	241	288	261	238	239
14	301	275	242	306	277	241	309	268	242	245
15	334	270	239	301	276	245	314	268	243	243
16	323	268	246	306	265	240	293	275	240	242
17	334	275	244	319	256	244	293	263	243	240
18	311	274	238	316	268	241	304	275	242	243
19	334	278	247	312	269	239	297	264	240	245
20	309	267	247	307	281	236	311	262	238	247
21	340	273	248	304	275	243	291	279	233	247
22	323	270	239	323	277	238	289	271	240	240
23	318	268	246	314	272	244	286	265	246	245
24	334	287	240	325	271	244	321	263	237	243
25	312	276	238	323	274	242	296	267	243	243
26	367	294	236	323	279	240	319	278	240	245
27	330	279	243	319	268	243	297	266	241	242
28	332	280	246	314	277	243	291	273	240	247
29	323	274	247	314	281	241	289	272	244	242
30	325	272	244	329	272	235	301	268	238	246
31	314	270		321	268		302	266		
32	330	268		306	273		283	257		
33	323	296		299	279		294	267		
34	325	271		306	270		301	266		
35	306	291		297	272		291	272		
36	326	274		323	269		302	274		
37	301	278		304	263		296	279		
38	296	274		312	264		286	269		
39	334	273		312	271		306	273		
40	309	277		301	278		308	270		
41	321	272		330	280		314	272		
42	323	262		327	272		297	266		
43	306	283		321	281		325	269		
44	327	268		312	278		323	265		
45	329	284		298	271		304	271		
46	332	275		311	287		289	268		
47	340	288		302	280		306	278		
48	325	275		316	263		312	266		
49	323	276		336	261		309	272		
50	327	277		319	279		312	268		

Usporedba tvrdoće HV2 među segmentima B, C i D uzorka 1 prikazana je na slici 75. Vidljiv je trend pada tvrdoće po segmentima. Dakle, viši segmenti izratka bilježe niže vrijednosti tvrdoće. Ipak, ako se razlika u tvrdoći među segmentima uspoređi s veličinom rasipanja rezultata unutar segmenata, postaje jasno da je navedena korelacija prilično slaba.



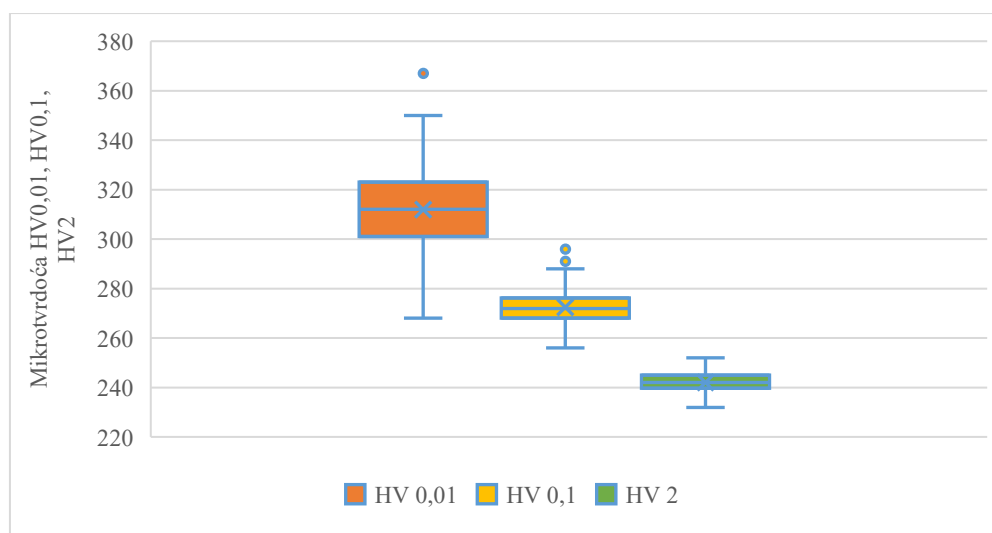
Slika 75. Usporedba tvrdoće HV2 između B, C i D segmenta uzorka 1

U tablici 17. dan je sumarni prikaz izmjerenih vrijednosti za uzorak 1. Dakle, vrijednosti mikrotvrdoće izmjerene uz određeno opterećenje na segmentima B, C i D zajedno su uzete u analizu. Tako je izračunata srednja vrijednost mikrotvrdoće za svako opterećenje, standardna devijacija izmjerenih vrijednosti te relativna standardna devijacija definirana kao omjer standardne devijacije i srednje vrijednosti.

Vidljivo je da, u skladu s očekivanjima, srednja vrijednost tvrdoće opada porastom opterećenja prilikom ispitivanja. Relativna standardna devijacija također opada s povećanjem opterećenja pri mjerenju. S obzirom na to da je analiziran relativno velik broj mjerenja, po 150 za HV0,01 i HV0,1 te 90 za HV2, moguće je uvrstiti u analizu i najveće izmjerene vrijednosti. Najveće izmjerene vrijednosti tvrdoće također potvrđuju pad porastom opterećenja indentora. Zorni prikaz analiziranih vrijednosti mikrotvrdoće za uzorak 1 dan je na slici 76.

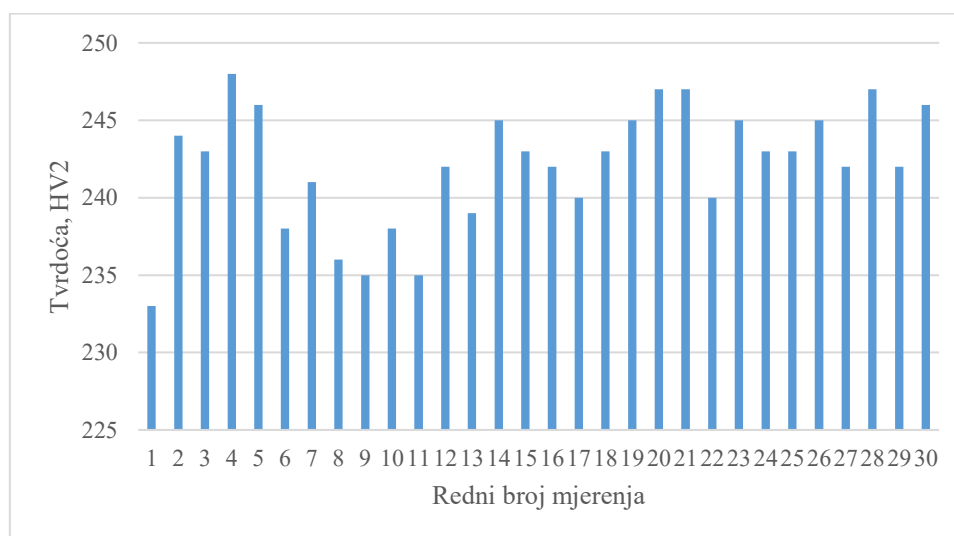
Tablica 17.....Sumarni prikaz izmjerenih vrijednosti za uzorak 1

Opterećenje pri mjerenju	HV0,01	HV0,1	HV2
Srednja vrijednost	312,0	272,5	242,0
Standardna devijacija	15,3	6,8	4,1
Relativna standardna devijacija, %	4,91	2,51	1,68
Najveća izmjerena vrijednost	367	296	252



Slika 76. Usporedba mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 1

Rezultati tvrdoće HV2 mjerene u segmentu 1E pokazuju da kod uzorka 1 nema značajnog odstupanja tvrdoće u završnim slojevima izratka. Rezultati su prikazani na slici 77.

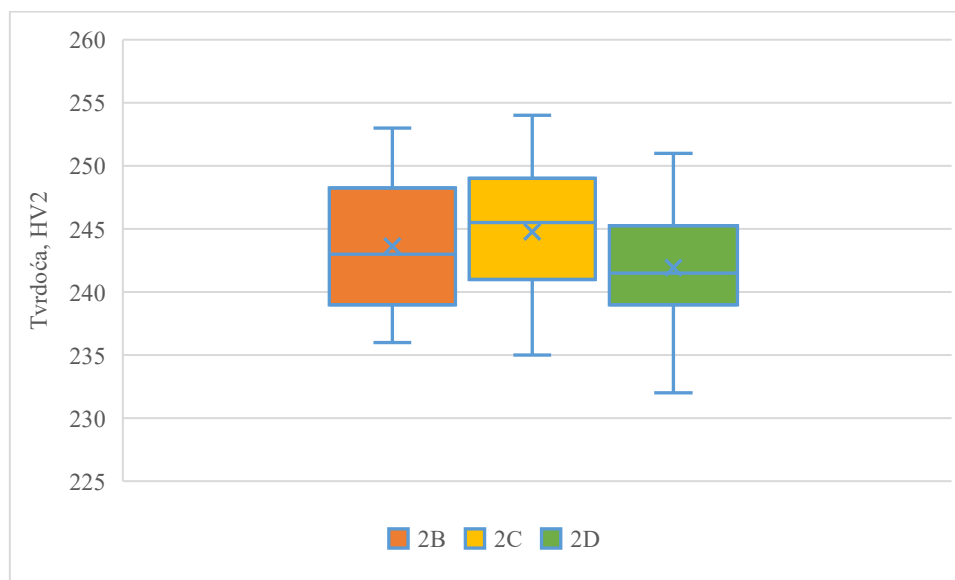


Slika 77. Tvrdoća HV2 mjerena po središnjoj liniji vršnog segmenta 1E

Tablica 18. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 2

Redni broj mjerenja	2B			2C			2D			2E
	HV0,01	HV0,1	HV2	HV0,01	HV0,1	HV2	HV0,01	HV0,1	HV2	HV2
1	321	281	250	332	278	254	293	272	240	262
2	314	276	249	309	272	241	325	281	251	255
3	312	278	248	346	270	241	307	281	243	243
4	330	276	252	301	272	236	309	274	246	243
5	321	288	249	302	270	241	291	258	240	242
6	319	273	240	323	266	245	297	271	245	245
7	307	278	238	342	268	250	301	278	248	247
8	309	275	239	338	281	243	288	274	236	247
9	302	268	253	338	272	246	312	272	239	238
10	327	276	250	342	266	238	299	264	236	245
11	312	274	242	318	271	247	288	272	242	245
12	319	282	239	334	263	236	309	268	232	247
13	297	275	240	319	272	253	299	268	238	247
14	329	283	238	329	264	243	314	277	238	243
15	311	276	246	309	270	245	301	272	239	246
16	302	276	243	340	273	249	311	281	242	246
17	279	268	241	329	277	247	311	265	246	243
18	325	276	238	334	285	249	297	270	241	240
19	323	275	236	330	281	235	294	263	242	243
20	318	270	244	319	274	246	297	261	241	242
21	302	283	245	336	267	251	293	278	241	246
22	329	277	242	332	268	251	309	273	240	241
23	312	271	240	327	272	243	301	266	248	235
24	332	272	239	338	280	243	304	266	243	245
25	299	272	246	314	283	251	304	266	239	240
26	321	271	246	329	261	246	293	270	245	243
27	316	279	243	323	271	246	283	272	246	240
28	306	275	252	336	276	243	297	271	242	238
29	314	280	243	338	287	236	306	263	249	242
30	318	272	238	342	269	248	306	269	240	240
31	314	285		354	256		293	273		
32	306	275		336	276		301	259		
33	318	259		325	264		302	269		
34	321	270		321	281		314	278		
35	358	272		334	281		293	281		
36	327	270		334	272		314	265		
37	301	289		342	282		288	266		
38	309	274		312	272		297	272		
39	311	284		319	268		291	268		
40	288	269		338	276		309	272		
41	309	271		318	287		318	283		
42	296	278		314	276		312	258		
43	294	279		319	262		288	284		
44	311	270		323	270		311	272		
45	316	271		309	277		309	278		
46	330	281		318	272		309	281		
47	311	285		318	274		288	263		
48	306	274		330	280		307	272		
49	301	262		329	270		318	269		
50	319	291		323	272		316	265		

Usporedba tvrdoće HV2 među segmentima B, C i D uzorka 2 prikazana je na slici 78. Raspodjela vrijednosti tvrdoće ukazuje da nema korelacije između tvrdoće i pozicije mjerenja unutar izratka.

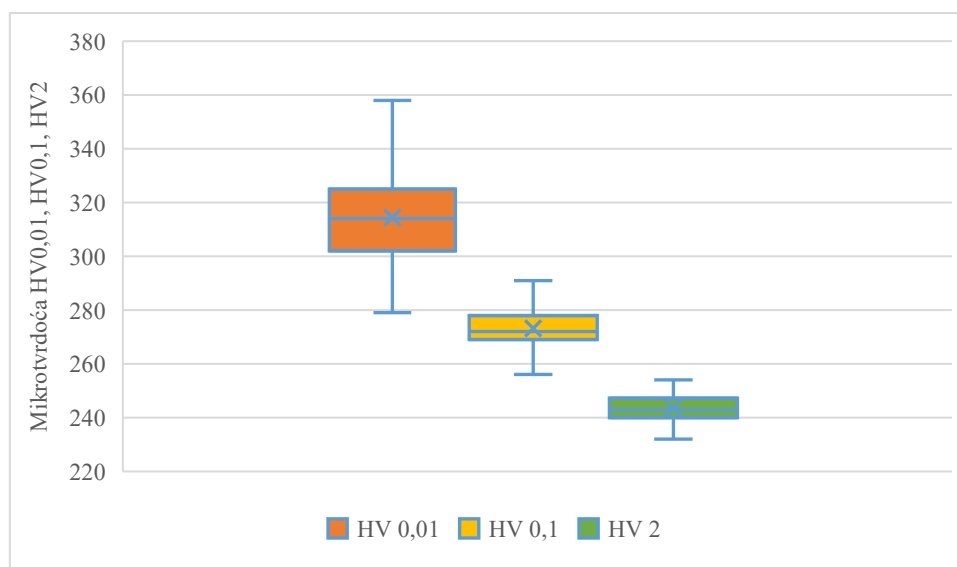


Slika 78. Usporedba tvrdoće HV2 između B, C i D segmenta uzorka 2

U tablici 19. prikazana je sumarna analiza izmjerenih vrijednosti uz različita opterećenja za B, C i D segment uzorka 2. Kao i kod uzorka 1, srednje vrijednosti i standardne devijacije mikrotvrdoće opadaju porastom opterećenja prilikom ispitivanja. Najveće izmjerene vrijednosti tvrdoće također potvrđuju trend pada uz porast opterećenja. Dobiveni rezultati vizualno su prikazani kutijastim dijagramom (engl. *box plot*) na slici 79.

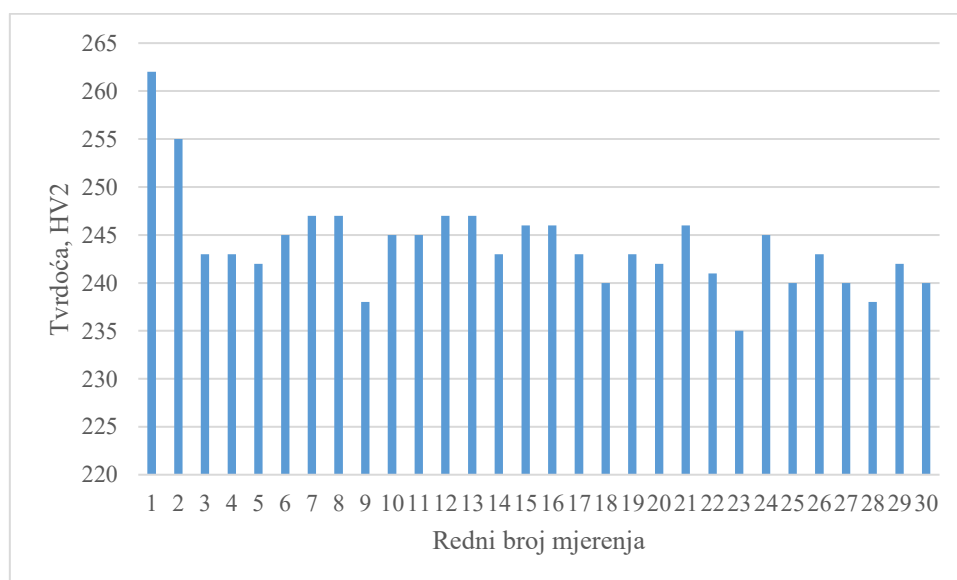
Tablica 19. Sumarni prikaz izmjerenih vrijednosti za uzorak 2

Opterećenje pri mjerenju	HV0,01	HV0,1	HV2
Srednja vrijednost	314,4	273,2	243,6
Standardna devijacija	15,4	6,9	4,9
Relativna standardna devijacija, %	4,91	2,51	2,03
Najveća izmjerena vrijednost	358	291	254



Slika 79. Usporedba mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 2

Prema slici 80., rezultati tvrdoće HV2 izmjerene u segmentu 2E pokazuju značajno povišene vrijednosti u završnom sloju izratka. Ipak, značajna odstupanja koncentrirana su u samo dva mjerenja pri samom vrhu uzorka. U ostatku segmenta E nema vidljivog trenda rasta ili pada tvrdoće.

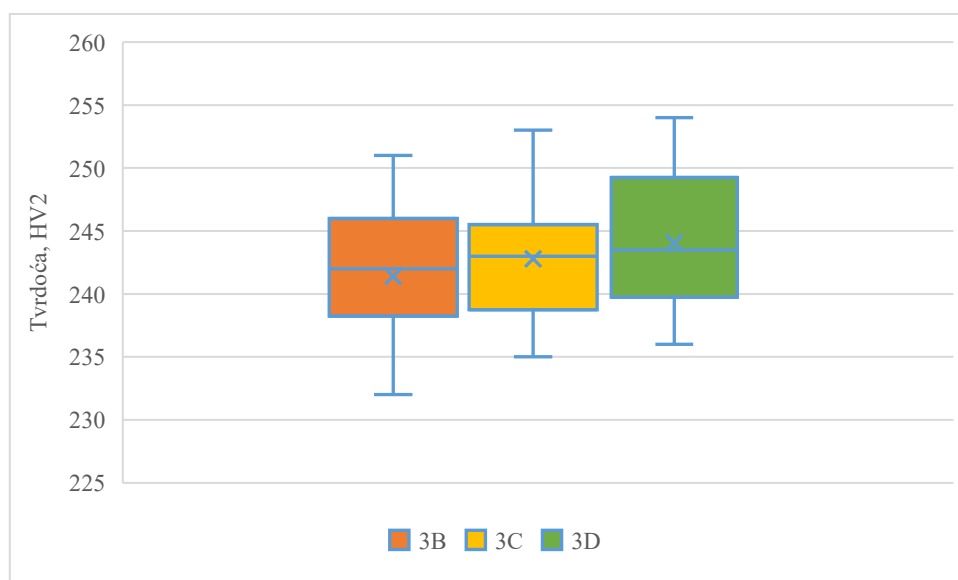


Slika 80. Tvrdoća HV2 mjerena po središnjoj liniji vršnog segmenta 2E

Tablica 20. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 3

Redni broj mjerenja	3B			3C			3D			3E
	HV0,01	HV0,1	HV2	HV0,01	HV0,1	HV2	HV0,01	HV0,1	HV2	HV2
1	302	280	235	336	287	243	299	276	240	272
2	311	277	242	307	271	238	301	273	254	262
3	350	275	240	312	266	253	279	280	239	252
4	304	271	242	334	276	244	297	281	251	251
5	302	257	236	302	262	235	293	261	244	246
6	325	270	235	306	270	244	299	291	236	243
7	312	275	239	316	267	248	299	274	240	240
8	325	268	232	346	275	237	314	271	254	239
9	301	286	245	336	275	238	282	274	236	246
10	306	273	246	301	264	248	306	281	243	245
11	291	273	232	318	272	239	327	279	244	242
12	301	272	249	330	277	245	299	266	241	240
13	311	277	240	316	270	249	286	286	253	247
14	314	267	235	316	271	240	302	282	243	245
15	314	281	244	316	268	243	307	282	246	241
16	309	272	251	301	270	242	350	277	236	248
17	320	271	246	312	275	239	306	275	245	242
18	307	282	240	309	272	244	297	271	236	243
19	323	284	242	311	277	245	307	268	250	235
20	316	280	241	334	276	243	323	265	244	245
21	336	272	240	323	274	237	314	273	246	246
22	302	274	245	311	274	247	307	280	240	244
23	301	272	235	321	261	243	319	267	253	233
24	325	261	246	297	270	244	304	272	254	240
25	325	279	246	314	268	247	307	274	236	236
26	323	270	246	316	278	249	309	264	243	243
27	307	269	246	323	276	237	307	270	248	239
28	304	272	244	318	271	243	309	280	237	235
29	299	271	243	296	277	238	302	279	249	233
30	329	265	239	311	275	242	304	274	241	235
31	321	257		323	265		307	267		
32	306	279		316	269		312	276		
33	326	275		336	260		301	272		
34	319	266		329	273		289	270		
35	327	276		325	266		311	270		
36	294	274		307	280		318	272		
37	302	260		296	264		294	269		
38	311	264		307	275		316	269		
39	306	274		297	275		307	266		
40	321	261		325	270		289	278		
41	312	271		294	273		316	263		
42	318	275		323	279		291	272		
43	307	269		316	269		304	276		
44	325	264		323	272		318	269		
45	316	281		318	265		286	276		
46	312	276		311	263		304	275		
47	301	268		307	276		299	266		
48	306	278		338	269		311	276		
49	309	273		311	266		323	270		
50	345	258		307	262		298	272		

Na slici 81. vidljiva je usporedba tvrdoće HV2 među segmentima B, C i D uzorka 3. Raspodjela vrijednosti tvrdoće ukazuje na blagu pozitivnu korelaciju između tvrdoće i visine mjerne točke u izratku. No, kao i kod uzorka 1, ta korelacija je upitna jer rasipanje mjernih rezultata značajno nadmašuje utvrđene razlike u tvrdoći među segmentima.

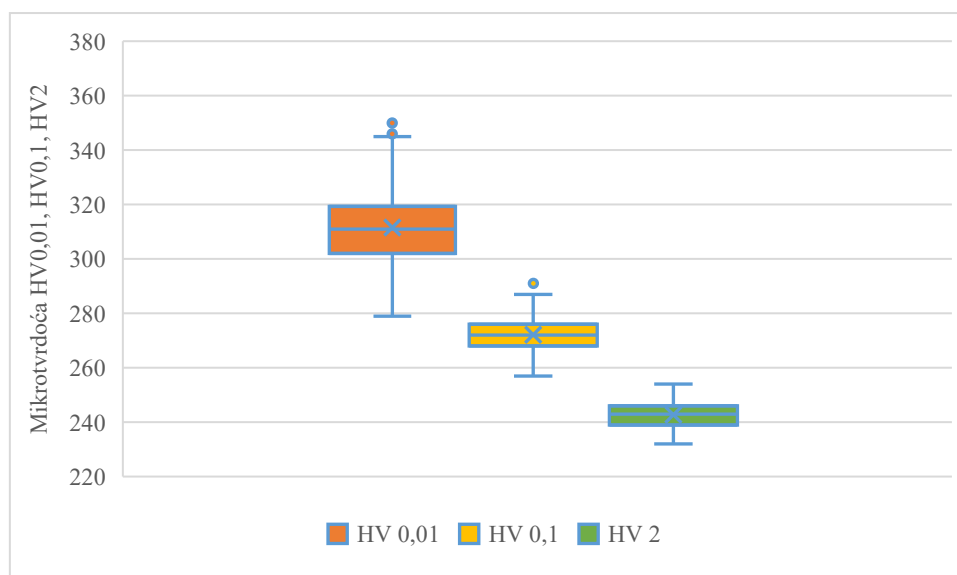


Slika 81. Usporedba tvrdoće HV2 između B, C i D segmenta uzorka 3

Sumarni prikaz izmjerenih vrijednosti za uzorak 3 prikazan je u tablici 21. I kod ovog uzorka zabilježena je signifikantna korelacija između primijenjenog opterećenja prilikom mjerenja i srednje vrijednosti i standardne devijacije izmjerenih vrijednosti mikrotvrdoće. Isto vrijedi i za maksimalne izmjerene vrijednosti pri svakom opterećenju. Vizualni prikaz dan je na slici 82.

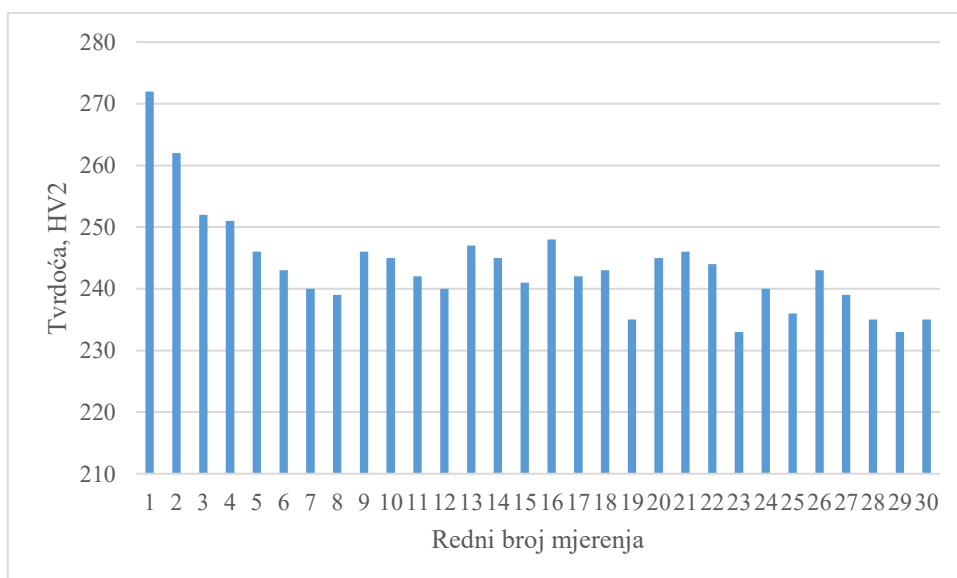
Tablica 21.Sumarni prikaz izmjerenih vrijednosti za uzorak 3

Opterećenje pri mjerenju	HV0,01	HV0,1	HV2
Srednja vrijednost	311,5	272,1	242,8
Standardna devijacija	13,1	6,2	5,2
Relativna standardna devijacija, %	4,21	2,29	2,15
Najveća izmjerena vrijednost	350	291	254



Slika 82. Usporedba mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 3

Slično kao i kod uzorka 2, rezultati tvrdoće HV2 izmjerene u najvišem segmentu izratka (3E) pokazuju značajno povišene vrijednosti u završnim slojevima. I u ovom su slučaju povišene vrijednosti zabilježene samo u prvim dvjema mjernim točkama dok je tvrdoća u ostatku segmenta jednoliko distribuirana. Rezultati su prikazani na slici 83.

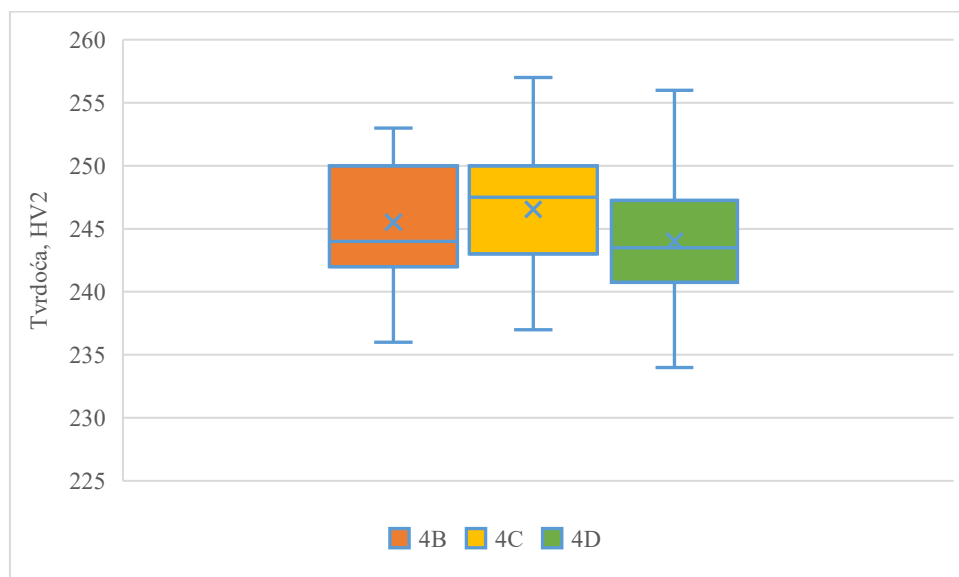


Slika 83. Tvrdoća HV2 mjerena po središnjoj liniji vršnog segmenta 3E

Tablica 22. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 4

Redni broj mjerenja	4B			4C			4D			4E
	HV0,01	HV0,1	HV2	HV0,01	HV0,1	HV2	HV0,01	HV0,1	HV2	HV2
1	309	273	243	283	274	245	311	266	235	237
2	314	281	244	270	267	242	297	263	254	248
3	340	277	250	309	276	257	334	279	238	247
4	314	281	241	279	282	243	302	275	245	246
5	327	278	242	297	257	247	334	266	242	249
6	325	284	238	288	267	250	327	271	243	244
7	361	277	244	316	268	250	316	271	243	247
8	316	267	252	297	263	249	291	269	241	238
9	323	282	253	309	281	247	302	273	249	248
10	332	275	252	288	268	244	301	272	243	249
11	321	272	240	282	258	238	294	264	248	248
12	325	272	246	294	276	248	325	259	237	251
13	323	271	249	301	274	249	307	275	241	245
14	318	276	244	297	255	245	299	261	251	252
15	309	272	242	304	260	237	311	281	256	253
16	302	272	244	286	273	239	307	277	247	249
17	311	278	245	288	264	243	323	260	247	243
18	304	278	236	304	279	242	323	265	241	247
19	323	273	249	302	263	252	309	269	250	242
20	336	277	245	294	276	251	316	274	248	244
21	321	275	244	330	277	248	323	279	238	243
22	302	273	241	294	260	245	306	256	247	250
23	334	262	252	318	259	252	301	276	245	243
24	312	281	243	296	268	253	293	275	238	240
25	318	274	242	302	273	248	304	278	246	246
26	323	266	250	283	279	252	297	272	247	245
27	316	270	252	297	270	237	306	267	243	243
28	302	270	250	306	269	249	302	268	240	244
29	307	262	250	280	269	250	321	278	234	248
30	301	262	243	283	263	244	304	268	244	242
31	330	281		309	276		312	277		
32	294	270		304	266		330	276		
33	316	274		291	269		314	261		
34	306	267		288	273		321	262		
35	299	281		325	258		327	265		
36	316	289		299	266		311	278		
37	318	277		306	257		312	261		
38	318	271		269	255		309	264		
39	309	272		312	267		309	276		
40	306	278		294	284		296	261		
41	314	286		296	280		304	275		
42	309	280		296	260		330	272		
43	316	276		304	275		311	262		
44	301	263		319	261		296	280		
45	311	278		314	274		309	266		
46	311	272		293	276		299	278		
47	318	263		311	265		304	274		
48	300	280		301	269		297	256		
49	302	273		304	285		302	269		
50	321	264		276	276		309	272		

Usporedba tvrdoće HV2 na segmentima B, C i D uzorka 4 prikazana je na slici 84. Uvidom u rezultate nije vidljiva korelacija između izmjerenih vrijednosti tvrdoće i visine mjerne točke u izratku što sugerira ravnomjernu raspodjelu tvrdoće po uzorku.

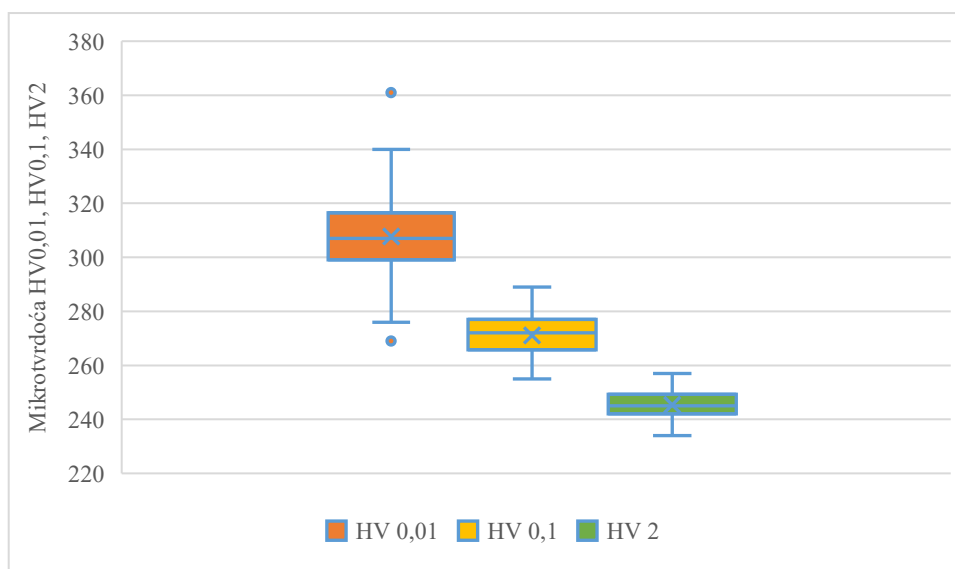


Slika 84. Usporedba tvrdoće HV2 između B, C i D segmenta uzorka 4

Analiza izmjerenih vrijednosti za uzorak 4 sumarno je prikazana u tablici 23. Signifikantna korelacija između primijenjenog opterećenja i srednje vrijednosti i standardne devijacije izmjerenih vrijednosti u skladu je s očekivanjima. Analogno vrijedi i za maksimalne izmjerene vrijednosti pri svakom opterećenju. Zorni prikaz dan je na slici 85.

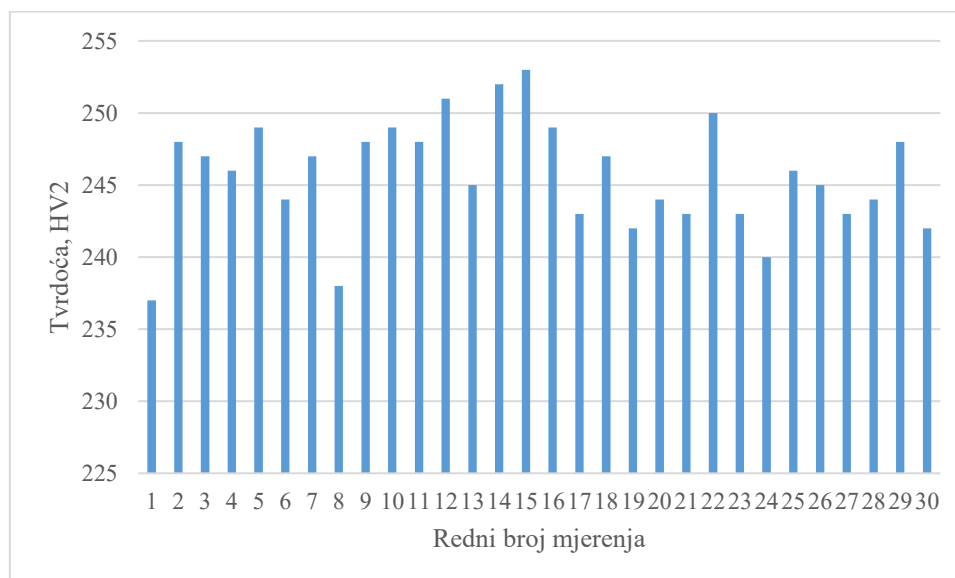
Tablica 23.Sumarni prikaz izmjerenih vrijednosti za uzorak 4

Opterećenje pri mjerenju	HV0,01	HV0,1	HV2
Srednja vrijednost	307,7	271,1	245,4
Standardna devijacija	14,3	7,4	5,0
Relativna standardna devijacija, %	4,66	2,73	2,05
Najveća izmjerena vrijednost	361	289	257



Slika 85. Usporedba mikrotvrdoće HV0,01, HV0,1 i HV2 za uzorak 4

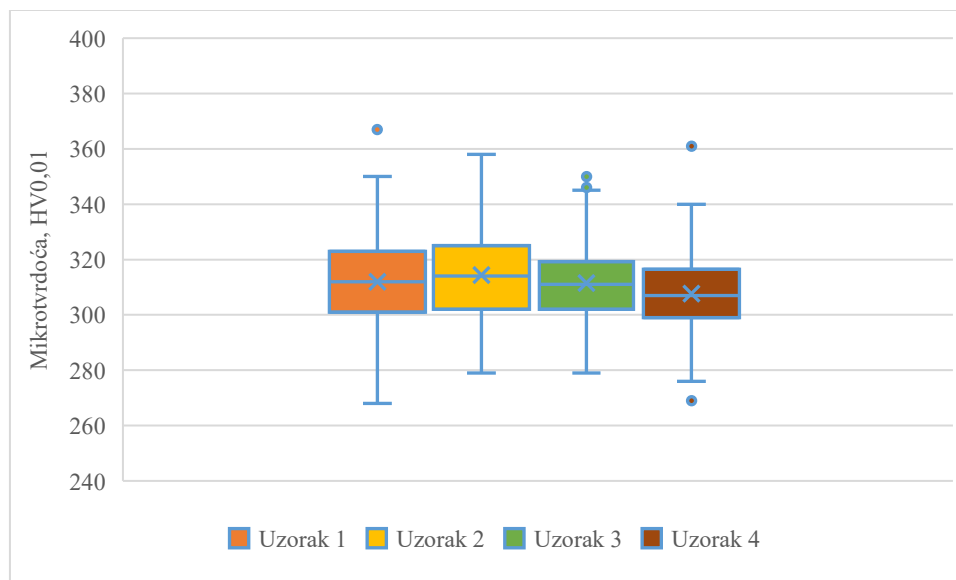
Na slici 86. prikazani su rezultati linijskog mjerenja tvrdoće HV2 u najvišem segmentu (oznake E) uzorka 4. Nigdje nisu zabilježena značajna odstupanja koja bi ukazivala na heterogenost tvrdoće izratka.



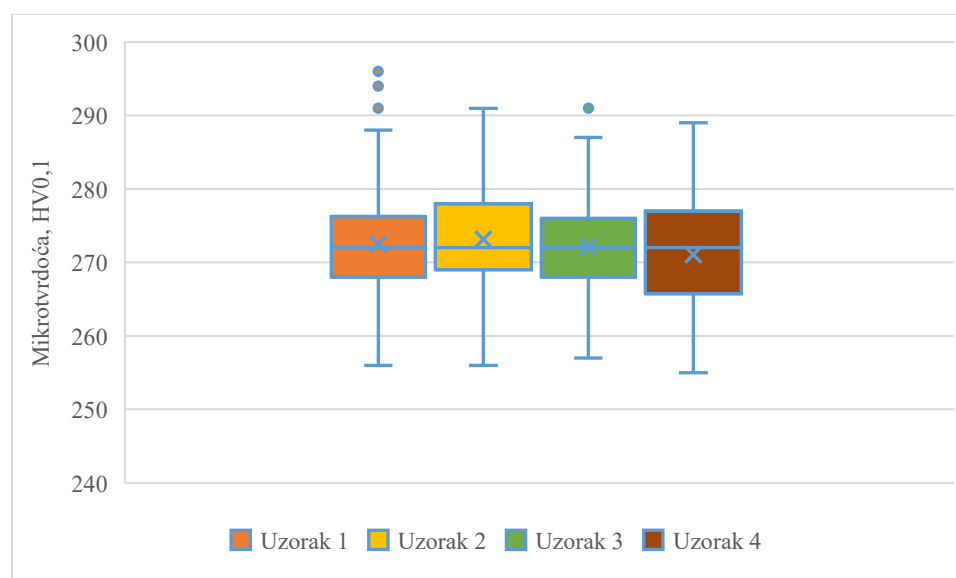
Slika 86. Tvrdoća HV2 mjerena po središnjoj liniji vršnog segmenta 4E

Komparativna analiza mikrotvrdoće uzoraka provedena je uspoređivanjem dobivenih vrijednosti zasebno za svako primijenjeno opterećenje. Prethodne analize pokazale su da je

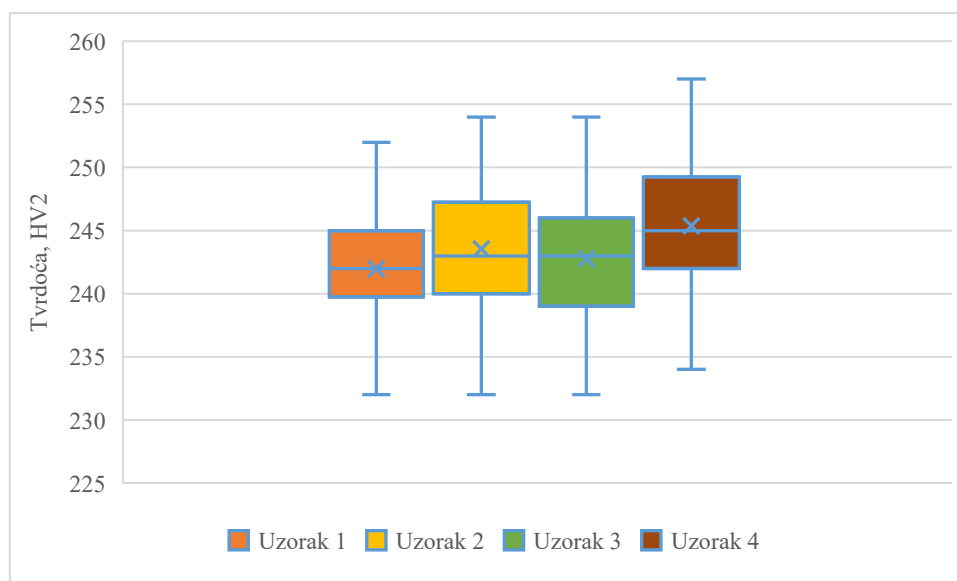
mikrotvrdoća homogeno raspodijeljena po segmentima unutar pojedinog uzorka, stoga su sve vrijednosti na središnjem dijelu uzorka (segmenti B, C i D) mjerene s istim opterećenjem uvrštene u ovu analizu. Tako je na slici 87. prikazana usporedba mikrotvrdoća HV0,01, na slici 88. uspoređena je mikrotvrdoća HV0,1, a slika 89. prikazuje usporedbu tvrdoće HV2 za uzorke 1, 2, 3 i 4.



Slika 87. Mikrotvrdoće HV0,01 za uzorke 1, 2, 3 i 4



Slika 88. Mikrotvrdoće HV0,1 za uzorke 1, 2, 3 i 4



Slika 89. Tvrdoće HV2 za uzorke 1, 2, 3 i 4

Pogledom na rezultate mjerenja mikrotvrdoće uz primjenu sva tri opterećenja jasno je da nema značajnih razlika među uzorcima. Iako su uzorci izrađeni uz različite toplinske cikluse te je analiza mikrostrukture ukazala na drukčije omjere austenita i ferita među uzorcima, te razlike očito nisu bile dovoljno značajne da se reflektiraju na izmjerenu mikrotvrdoću. Opseg i broj provedenih mjerenja dovoljno je velik da se razlike među uzorcima ne mogu pripisati slučajnom rasipanju rezultata.

Valja primijetiti da je prethodni nalaz naizgled u suprotnosti s nalazom predeksperimenta u kojem je zabilježena velika razlika u tvrdoći između uzorka izrađenog uz aktivno hlađenje uranjanjem i onoga izrađenog bez njega. Pritom je vrijednost uzorka pD bliska vrijednostima uzoraka iz glavnog eksperimenta, dok vrijednost uzorka pC nadmašuje srednje vrijednosti svih uzoraka glavnog eksperimenta pri svim trima primijenjenim opterećenjima. Budući da toplinski ciklus u predeksperimentu nije tako pomno kontroliran niti sniman kao u glavnom eksperimentu, ne može se sa sigurnošću utvrditi uzrok navedenoj razlici. Zbog toga se odstupanje zabilježeno na uzorku pC ne može pouzdano pripisati primjeni aktivnog hlađenja. Riječ je o izoliranom nalazu čiji uzrok na temelju dostupnih podataka nije moguće utvrditi. Nalaz predeksperimenta stoga se ne uzima kao dokaz utjecaja aktivnog hlađenja na tvrdoću, nego isključivo kao motivacija za postavljanje druge i treće hipoteze.

4.4.2. Rezultati i analiza izmjerenih vrijednosti udarnog rada loma

Ispitivanje udarnog rada loma provedeno je na epruvetama nominalnih dimenzija presjeka $3,3 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ sa standardnim V utorom prema normi ASTM E23. S ciljem provjere, svaka dimenzija presjeka epruvete izmjerena je u dvije točke. Epruvete orijentirane transverzalno u odnosu na smjer nanošenja slojeva tijekom aditivne proizvodnje označene su slovom V, a epruvete orijentirane longitudinalno označene su slovom H. Za svaki uzorak ispitano je po pet transverzalno orijentiranih i pet longitudinalno orijentiranih epruveta. U tablici 24. dane su izmjerene dimenzije te dobivene vrijednosti udarnog rada loma za transverzalno orijentirane epruvete, a u tablici 25. za longitudinalno orijentirane.

Tablica 24. Dimenzije epruveta i vrijednosti udarnog rada loma za transversalno orijentirane epruvete uzoraka 1, 2, 3 i 4

Uzorak	Širina 1, mm	Širina 2, mm	Debljina 1, mm	Debljina 2, mm	KV, J
1V.1	9,91	9,93	3,31	3,32	54
1V.2	9,91	9,92	3,31	3,3	54
1V.3	9,95	9,93	3,31	3,32	54
1V.4	9,9	9,92	3,35	3,34	53
1V.5	9,92	9,94	3,31	3,31	48
2V.1	9,91	9,89	3,31	3,3	50
2V.2	10,02	10,01	3,33	3,33	48
2V.3	10,02	10,05	3,35	3,35	49
2V.4	10,02	10,02	3,31	3,32	47
2V.5	10,02	10,02	3,32	3,33	49
3V.1	10,03	10,03	3,32	3,34	48
3V.2	10,01	10,02	3,32	3,33	47
3V.3	10,02	10,03	3,33	3,33	50
3V.4	10,05	10,04	3,33	3,33	48
3V.5	10,02	10,03	3,4	3,33	48
4V.1	10,07	10	3,29	3,3	39
4V.2	10,01	10,02	3,32	3,31	43
4V.3	10,02	10,01	3,31	3,32	41
4V.4	10,04	10,04	3,31	3,3	36
4V.5	10	9,98	3,32	3,31	32

Tablica 25. Dimenzije epruveta i vrijednosti udarnog rada loma za longitudinalno orijentirane epruvete uzoraka 1, 2, 3 i 4

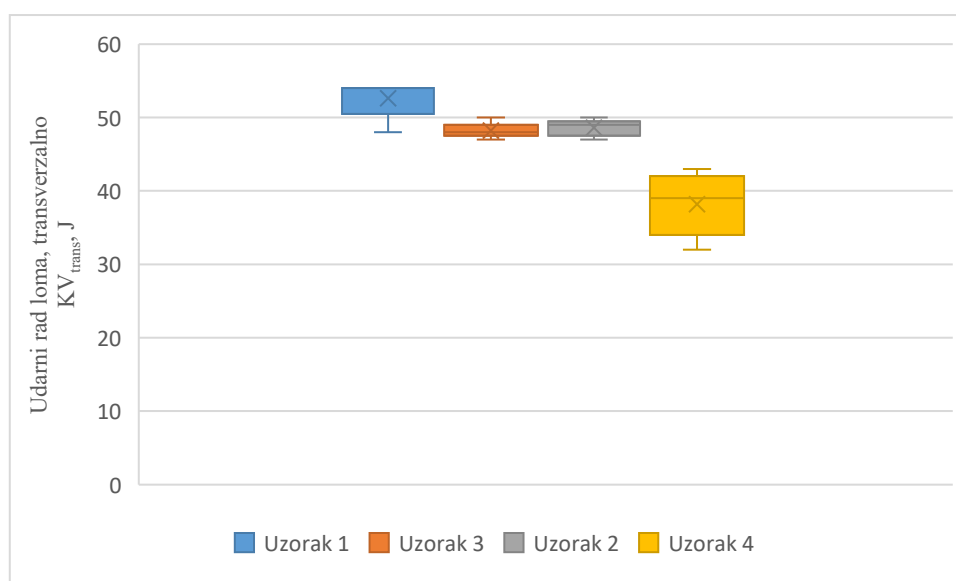
Uzorak	Širina 1, mm	Širina 2, mm	Debljina 1, mm	Debljina 2, mm	KV, J
1H.1	10,03	10,03	3,32	3,3	44
1H.2	10,05	10,03	3,3	3,33	43
1H.3	10,04	10,04	3,33	3,31	46
1H.4	10,07	10,07	3,32	3,31	49
1H.5	10,04	10,08	3,32	3,31	45
2H.1	10,02	10,04	3,32	3,32	42
2H.2	9,88	10,02	3,32	3,31	42
2H.3	9,75	9,76	3,31	3,32	39
2H.4	9,96	9,98	3,32	3,32	40
2H.5	10,02	9,99	3,31	3,33	39
3H.1	10,04	10,02	3,33	3,32	43
3H.2	10,02	10,03	3,34	3,33	43
3H.3	10,02	9,97	3,35	3,33	45
3H.4	9,96	10,01	3,3	3,34	40
3H.5	10,03	10,02	3,34	3,34	42
4H.1	10,01	10,02	3,31	3,3	42
4H.2	10	10	3,3	3,31	39
4H.3	10,01	10,01	3,31	3,3	38
4H.4	9,98	10	3,3	3,31	38
4H.5	10	10,01	3,31	3,31	43

Tablica 26. Sumarni prikaz srednjih vrijednosti i standardnih devijacija udarnog rada loma za uzorke 1, 2, 3 i 4

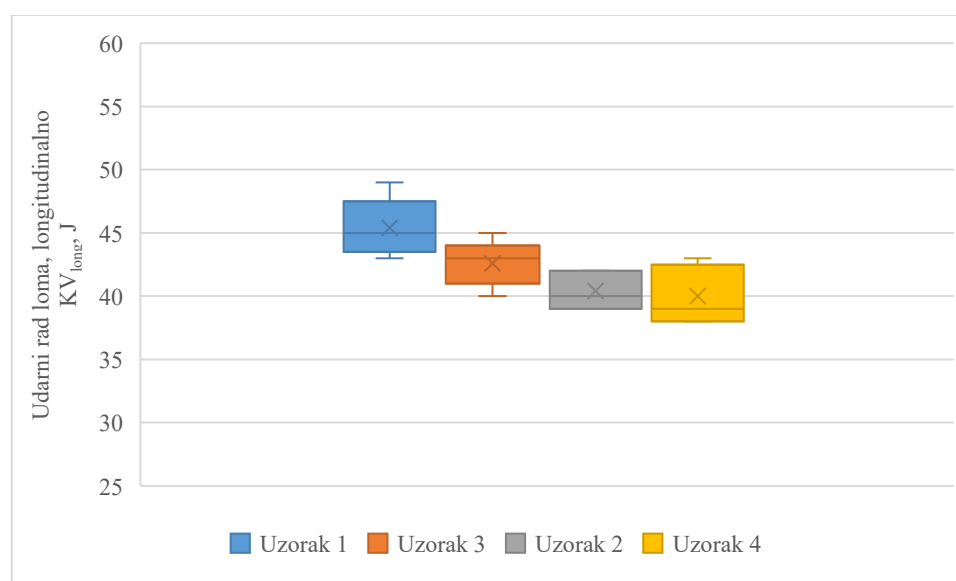
Uzorak		1	3	2	4
Transverzalno	Srednja vrijednost KV, J	52,6	48,2	48,6	38,2
	Standardna devijacija KV, J	2,6	1,1	1,1	4,3
Longitudinalno	Srednja vrijednost KV, J	45,4	42,6	40,4	40
	Standardna devijacija KV, J	2,3	1,8	1,5	2,3

U tablici 26. prikazane su srednje vrijednosti i standardne devijacije dobivenih vrijednosti udarnog rada loma za transverzalno i longitudinalno orijentirane uzorke. Vidljivo je da su vrijednosti koje su postigle transverzalno orijentirane epruvete značajno više od onih za longitudinalne, s iznimkom uzorka 4. Za uzorak 4 valja primijetiti povišene standardne devijacije rezultata odnosno veće rasipanje izmjerenih vrijednosti koje je potencijalni uzrok inverzije srednjih vrijednosti. Dakle, razlike u izmjerenim vrijednostima upućuju na značajnu anizotropnost žilavosti dupleks nehrđajućeg čelika proizvedenog aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom.

Zorni prikaz srednjih vrijednosti za transverzalne uzorke dan je na slici 90., a za longitudinalne na slici 91. Kod obje orijentacije epruveta može se uočiti trend pada srednjih vrijednosti udarnog rada loma sa skraćanjem vremena hlađenja prilikom izrade. Trend pada posebno je izražen kod longitudinalne orijentacije epruveta kod koje izračunati koeficijent determinacije R^2 čak iznosi 0,92. Dakle, 92 % promjena u srednjim vrijednostima udarnog rada loma dovodi se u vezu s razlikama u parametrima tijekom izrade uzoraka. Koeficijent determinacije R^2 kod transverzalnih uzoraka iznosi, također visokih, 0,81. Obje vrijednosti ukazuju na snažnu korelaciju dobivenih vrijednosti udarnog rada loma i primijenjenog toplinskog ciklusa pri izradi uzoraka.



Slika 90. Prikaz srednjih vrijednosti udarnog rada loma za transverzalno orijentirane epruvete uzoraka 1, 2, 3 i 4



Slika 91. Prikaz srednjih vrijednosti udarnog rada loma za longitudinalno orijentirane epruvete uzoraka 1, 2, 3 i 4

5. INTEGRALNA ANALIZA REZULTATA

U prethodnim su poglavljima rezultati pojedinačnih ispitivanja analizirani zasebno. U ovome je poglavlju provedena integralna analiza svih rezultata s ciljem uspostave matematičkih modela koji povezuju uvjete proizvodnje i parametre toplinskoga ciklusa s mikrostrukturom, mehaničkim svojstvima i geometrijskim značajkama izratka. Također, provedena je provjera postavljenih hipoteza i utvrđen znanstveni doprinos istraživanja.

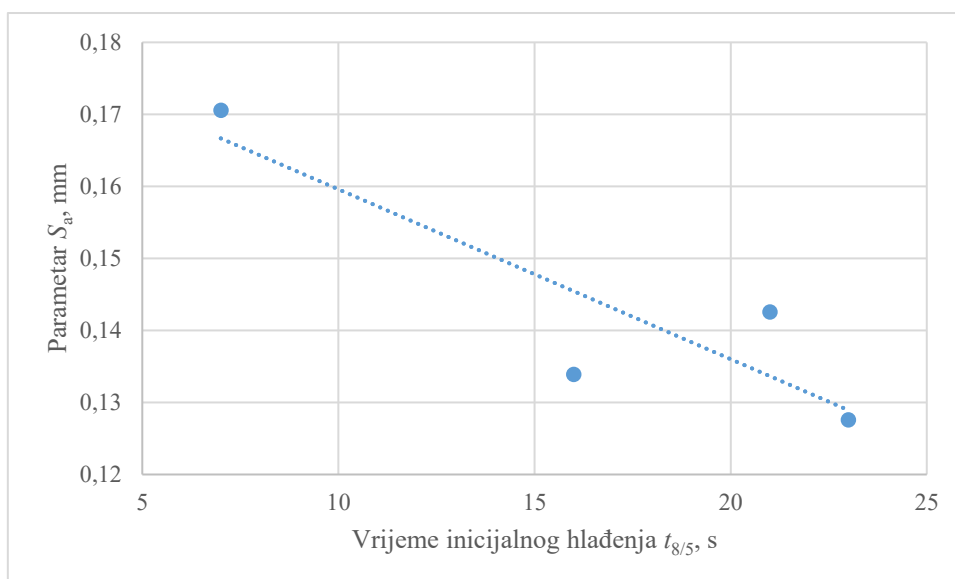
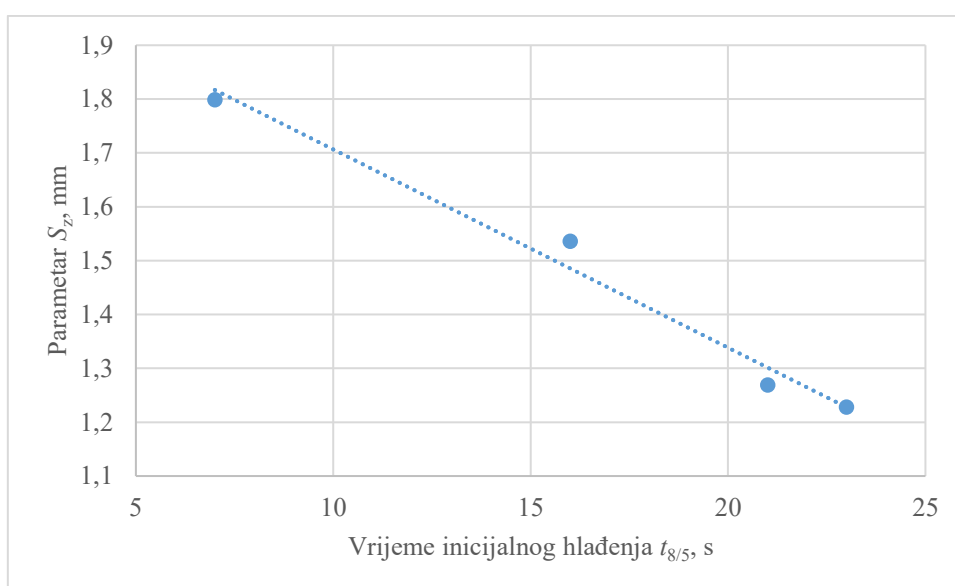
Rezultati provedenih ispitivanja pokazuju jasan uzročno-posljedični slijed. Udaljenost rashladnoga sredstva od električnoga luka, kao osnovni parametar metode aktivnog hlađenja uranjanjem, izravno određuje toplinski ciklus materijala. Smanjenjem te udaljenosti s beskonačne (bez aktivnoga hlađenja) na 30 mm, 20 mm i, konačno, 10 mm, skraćuje se vrijeme inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$ te ukupno vrijeme zadržavanja iznad 475 °C. Toplinski ciklus potom utječe na udio i morfologiju mikrostrukturnih faza, koje u konačnici određuju mehanička svojstva. Također, utjecaj dinamike skrućivanja taline vidljiv je na teksturi površine izratka.

5.1. Analiza primjenjivosti metode aktivnog hlađenja uranjanjem (H1)

Analiza dinamičkih karakteristika električnog luka, iako su snimane tijekom relativno malog vremenskog intervala, nije pokazala značajne nestabilnosti procesa. Proces je podjednako stabilan kod uzoraka proizvedenih uz aktivno hlađenje vodom kao i kod pasivno (prirodno) hlađenog uzorka. Iznimka je bio uzorak 4 kod kojega su zabilježene povremene nestabilnosti.

Analiza dinamičkih karakteristika električnog luka potvrdila je prvu hipotezu uz napomenu da je udaljenost vode od električnog luka od 10 mm vrlo blisko graničnoj udaljenosti kod koje aktivno hlađenje vodom više nije primjenjivo.

Kako je prikazano na slikama 92. i 93., razlike u parametrima teksture površine S_a i S_z najbolje su opisane razlikama u vremenu inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$. S obzirom na ograničenja mjerne opreme, vrijeme inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$ poslužilo je kao aproksimacija za brzinu skrućivanja taline koja utječe na geometrijske značajke prolaza.

Slika 92. Ovisnost parametra S_a o vremenu inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$ Slika 93. Ovisnost parametra S_z o vremenu inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$

Korelacija parametra S_a i vremena inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$, unutar ispitanog područja, opisana je linearnim regresijskim modelom

$$S_a = -0,002 \cdot t_{8/5} + 0,183 \quad (1)$$

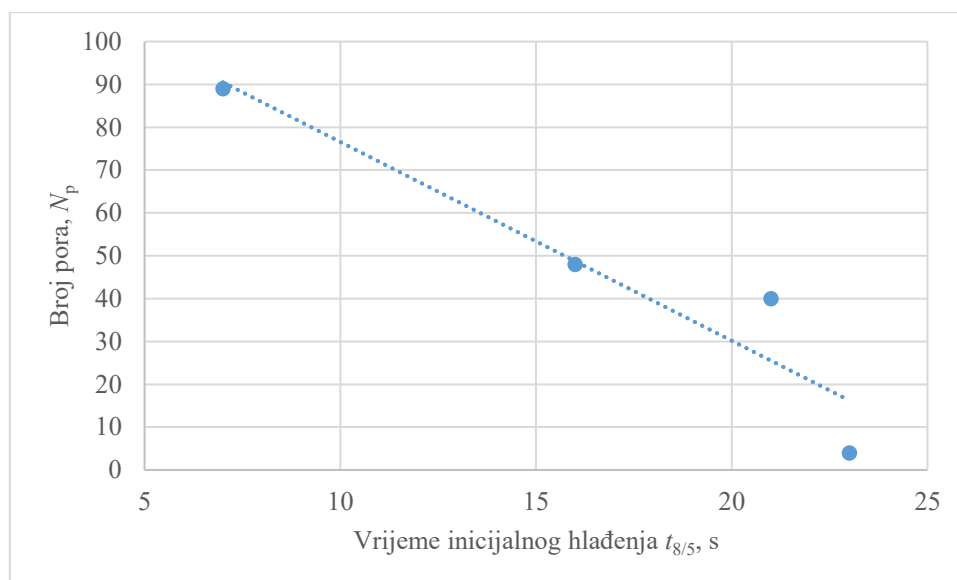
uz koeficijent determinacije $R^2 = 0,79$, a izraz

$$S_z = -0,037 \cdot t_{8/5} + 2,075 \quad (2)$$

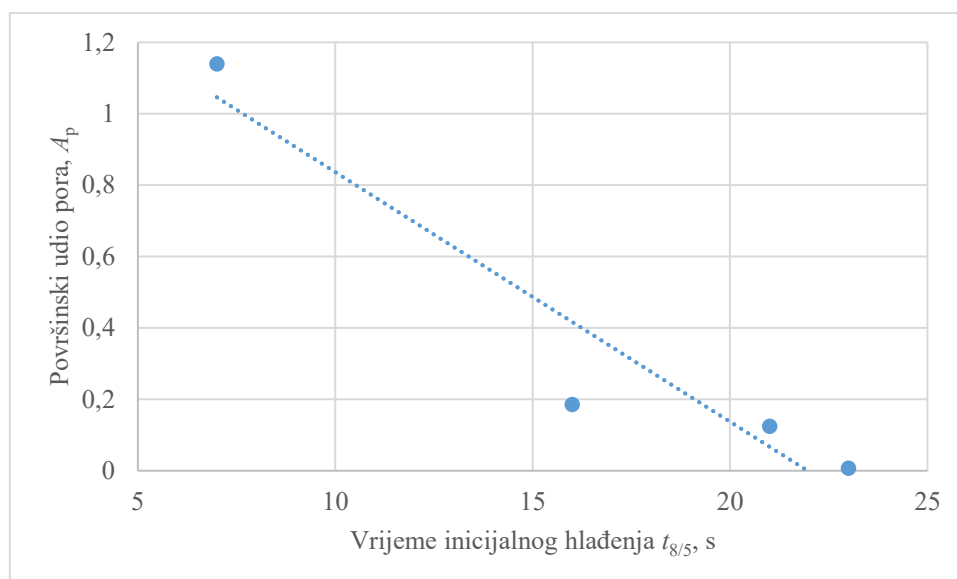
opisuje analognu korelaciju za parametar S_z , pri čemu koeficijent determinacije R^2 iznosi čak 0,98.

Jasno je, dakle, da intenzivnije hlađenje pogoršava kvalitetu površine, no ni kod jednog od uzoraka nije zabilježen značajan odmak od regresijskih pravaca koji bi sugerirao značajno pogoršanje kvalitete površine. Time je i analizom teksture površine potvrđena prva hipoteza.

Vrijeme inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$ najprikladnije je za opis razlike u uočenom broju poroznosti te njihovoj proiciranoj površini A_p na radiogramu izratka. Naime, proicirana površina pora na radiogramu poslužila je kao aproksimacija volumnog udjela pora u izratku. Navedeni odnosi prikazani su na slikama 94. i 95.



Slika 94. Ovisnost broja pora N_p o vremenu inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$



Slika 95. Ovisnost proicirane površine pora A_p o vremenu inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$

Prikladni linearni regresijski model koji povezuje $t_{8/5}$ i broj pora N_p glasi

$$N_p = -4,64 \cdot t_{8/5} + 122,97 \quad (3)$$

te opisuje navedenu korelaciju uz koeficijent determinacije $R^2 = 0,9$.

Ovisnost proicirane površine pora A_p o vremenu hlađenja $t_{8/5}$ prikazana je izrazom

$$A_p = -0,067 \cdot t_{8/5} + 1,536 \quad (4)$$

kod kojega R^2 iznosi 0,91.

Visoke vrijednosti koeficijenata determinacije ukazuju na snažan utjecaj vremena hlađenja na pojavu poroznosti u izratku te pokazuju da linearni regresijski modeli dobro opisuju ovu korelaciju unutar ispitanih parametara hlađenja. Nisu zabilježena značajna odstupanja od postavljenog modela te, stoga, rezultati ispitivanja homogenosti potvrđuju prvu hipotezu.

Ako se proicirana površina pora na radiogramu A_p dovede u korelaciju s udaljenošću vode od električnog luka d , ovisnost se može opisati eksponencijalnom regresijom. Linearni je model u ovom slučaju fizički neprihvatljiv. Naime, prirodno hlađeni uzorak 1 odgovara graničnom slučaju gdje udaljenost vode od električnog luka teži prema beskonačnosti ($d \rightarrow \infty$), što pravac ne može opisati jer divergira. Također, proicirana površina pora na radiogramu A_p veličina je

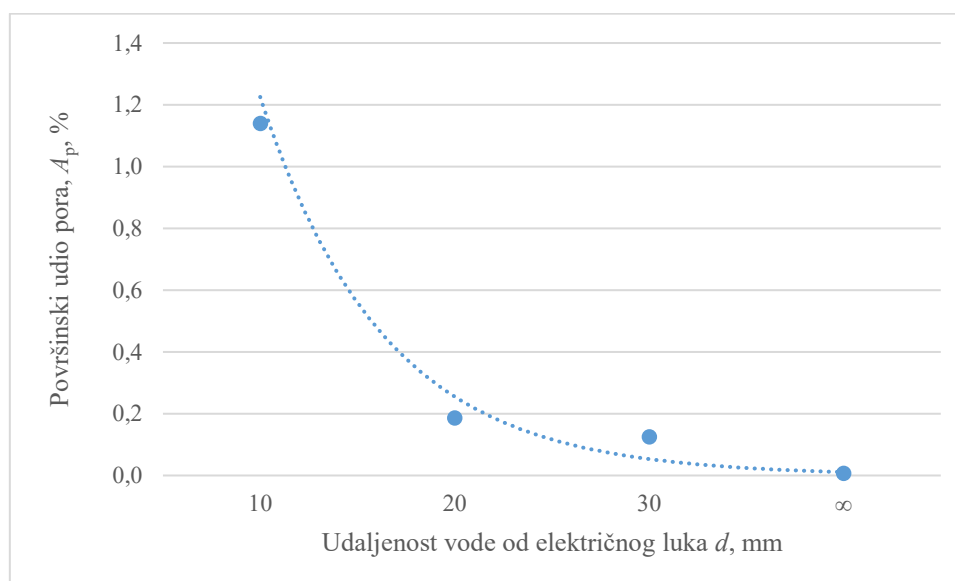
koja ne može biti negativna, nego joj prirodna donja granica odgovara vrijednosti izmjerenoj kod uzorka 1.

Stoga je primijenjen eksponencijalni model koji teži konačnoj baznoj vrijednosti

$$A_p = 0,007 + 6,13 \cdot e^{-0,169 \cdot d} \quad (5)$$

koji izmjerene vrijednosti opisuje uz koeficijent determinacije $R^2 = 0,99$.

Izraziti porast poroznosti pri najmanjoj udaljenosti ($A_p = 1,14$ % pri $d = 10$ mm, naspram $A_p = 0,186$ % pri $d = 20$ mm) u skladu je s prethodno utvrđenim nalazom da je udaljenost od 10 mm bliska graničnoj vrijednosti pri kojoj aktivno hlađenje uranjanjem više nije primjenjivo. Ovaj model to dodatno naglašava. Zbog ograničenog broja uzoraka parametri modela imaju ograničenu preciznost te ga treba tumačiti prvenstveno kao fizički utemeljen opis oblika ovisnosti unutar ispitnog raspona udaljenosti vode, od 10 mm do 30 mm. Ovisnost je prikazana na slici 96.

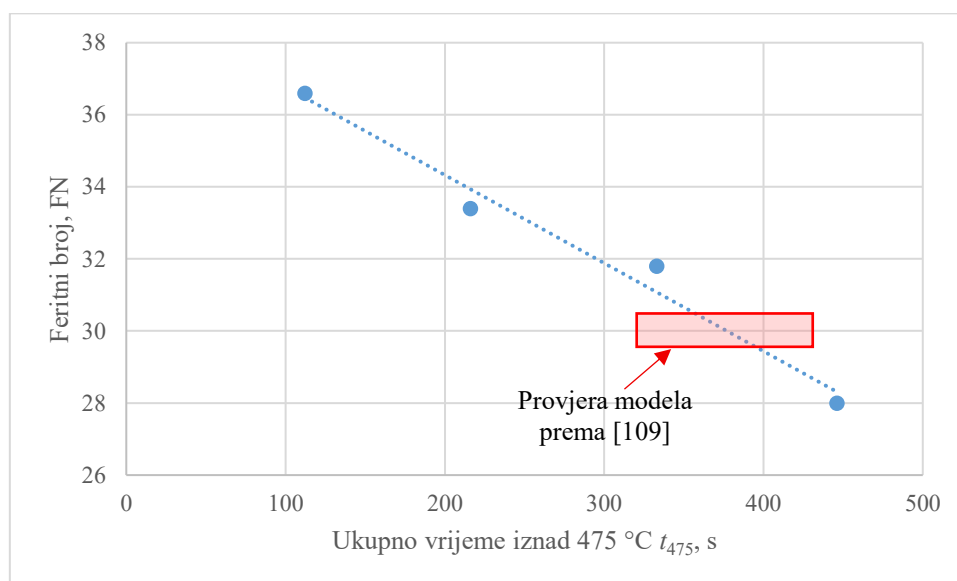


Slika 96. Ovisnost proicirane površine pora A_p o udaljenosti vode od električnog luka d

Knezović i suradnici [18] izbrojili su 33 pore pri najnižoj međuprolaznoj temperaturi (50 °C, najbrže efektivno hlađenje) nasuprot svega četiri pore pri najvišoj (150 °C). Iako ovisnost nije kvantificirana, jasno je da brže hlađenje vodi izraženijoj poroznosti što potvrđuje trend dobivenih modela.

5.2. Analiza utjecaja aktivnog hlađenja na mikrostrukturu (H2)

Izmjerene vrijednosti feritnog broja ne ukazuju na značajna odstupanja omjera ferita i austenita unutar izratka ako se isključi utjecaj nekoliko početnih i završnih slojeva. S druge strane, udio ferita značajno varira među uzorcima proizvedenim uz različite toplinske cikluse. Ukupno vrijeme zadržavanja iznad 475 °C t_{475} parametar je koji najbolje opisuje tu varijaciju. Ovisnost feritnog broja o vremenu zadržavanja iznad 475 °C t_{475} zorno je prikazana na slici 97.



Slika 97. Ovisnost feritnog broja o ukupnom vremenu zadržavanja iznad 475 °C

Korelacija je linearne naravi unutar ispitanog područja te je linearni regresijski model prikladan za njen opis. Izraz

$$FN = -0,02 \cdot t_{475} + 39,2 \quad (6)$$

opisuje korelaciju uz koeficijent determinacije $R^2 = 0,98$. Dakle, udio ferita čvrsto je povezan s ukupnim vremenom zadržavanja materijala na temperaturama iznad 475 °C što potvrđuje drugu hipotezu.

Hosseini i suradnici [23] zaključuju da dulje zadržavanje na povišenim temperaturama i veći broj ciklusa ponovnoga zagrijavanja povećava udio austenita, odnosno smanjuje udio ferita što potvrđuje trend dobivenog modela.

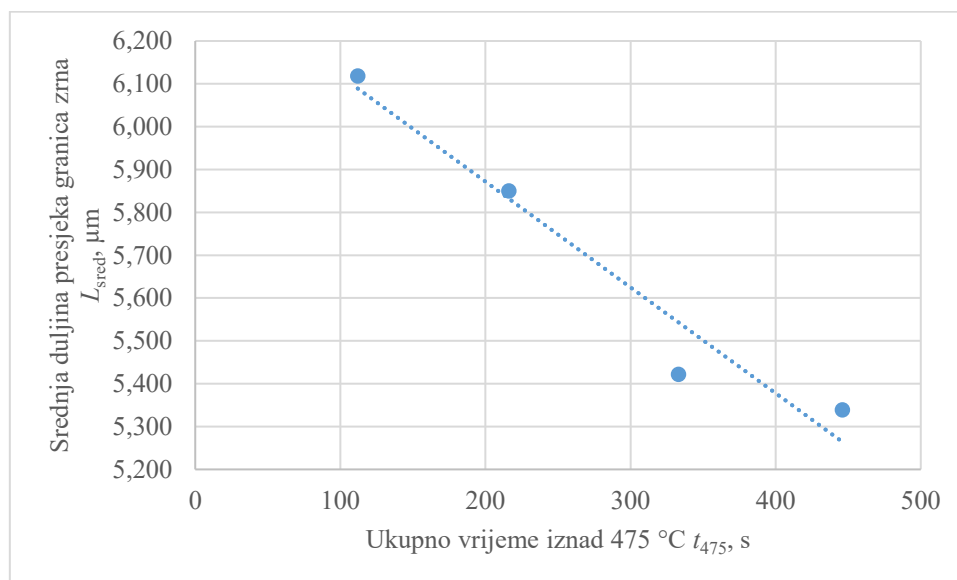
Posch i suradnici [109] zabilježili su feritni broj u iznosu od 30 FN za uzorke izrađene s unosom topline od 288 J/mm i međuprolaznom temperaturom manjom od 150 °C. Iako u istraživanju nije eksplicitno navedeno, na temelju međuprolazne temperature može se pretpostaviti da je ukupno vrijeme zadržavanja iznad 475 °C t_{475} bilo nešto manje nego kod uzorka 1 koji je izrađen uz međuprolaznu temperaturu od 200 °C. Time se navedena vrijednost od 30 FN uklapa u postavljeni model za feritni broj i vrijeme t_{475} . Potencijalno područje uklapanja označeno je crvenim pravokutnikom na slici 97.

Knezović i suradnici [18] kod uzoraka od istovjetnog materijala izrađenih uz međuprolaznu temperaturu od 150 °C zabilježili su volumni udio ferita od 33,9 %. Iako je u tom istraživanju udio ferita određen računalnom analizom slike mikrostrukture, a ne feritmetrom, dobivene vrijednosti također se podudaraju s modelom za feritni broj i t_{475} .

Optička mikroskopija nije zabilježila postojanje sekundarnih faza poput σ , χ ili α' faze ni u jednom od uzoraka, što je u skladu s očekivanjima koja se temelje na ekvivalentnim temperaturno-vremenskim krivuljama na TTT dijagramu. Mikrostrukturu uzoraka čini kontinuirana feritna matrica, a austenit se pojavljuje kao izlučena faza u tri morfološka oblika: alotriomorfnom, uzduž granica feritnih zrna, interkristalnom, unutar feritnih zrna, te Widmanstättenovom, u obliku lamela koje rastu s granica feritnog zrna prema unutrašnjosti. Smanjenjem vremena inicijalnog hlađenja $t_{8/5}$ i ukupnog vremena zadržavanja na temperaturama iznad 475 °C t_{475} morfologija se postupno mijenja od pretežno sitnoga interkristalnog austenita kod uzorka 1 prema grubom Widmanstättenovom i alotriomorfnom austenitu kod uzoraka 2, 3 i 4, uz istodobno smanjenje udjela interkristalnog austenita. Takvo ponašanje u skladu je s poznatim mehanizmom prema kojemu brzo hlađenje potiskuje difuzijsko stvaranje austenita i pogoduje njegovu rastu pretežno displacivnim Widmanstättenovim mehanizmom kod kojega difuzija ima manji utjecaj. Zabilježene razlike u morfologiji kristalnih zrna u ovisnosti o toplinskom ciklusu potvrđuju drugu hipotezu.

Sun i suradnici [117] u svom istraživanju potvrđuju porast udjela Widmanstättenovog austenita s porastom brzine hlađenja. Hosseini i suradnici [23] pak naglašavaju da opetovano zagrijavanje potiče rast udjela interkristalnog sekundarnog austenita. Utvrdili su da dupleks nehrđajući čelik pri većim brzinama hlađenja formira feritnu matricu s pretežno alotriomorfom i Widmanstättenovim austenitom. Oba istraživanja potvrđuju nalaze analize morfologije kristalnih zrna u ovome radu.

Veličina zrna aproksimirana je geometrijskom sredinom horizontalnih i vertikalnih duljina presjeka granica zrna. Dobiveni parametar L_{sred} je čvrsto koreliran s ukupnim vremenom zadržavanja iznad 475 °C kako je prikazano dijagramom na slici 98.



Slika 98. Ovisnost srednje duljine presjeka granica zrna L_{sred} o ukupnom vremenu iznad 475 °C t_{475}

Linearni regresijski model prikladno opisuje prikazanu ovisnost uz izraz

$$L_{\text{sred}} = -0,0025 \cdot t_{475} + 6,366 \quad (7)$$

za srednju duljinu presjeka granica zrna. Korelacija je vrlo snažna s koeficijentom determinacije R^2 od 0,95.

Visoke vrijednosti koeficijenata determinacije ukazuju na snažan utjecaj vremena t_{475} na veličinu kristalnih zrna što je u skladu s drugom hipotezom.

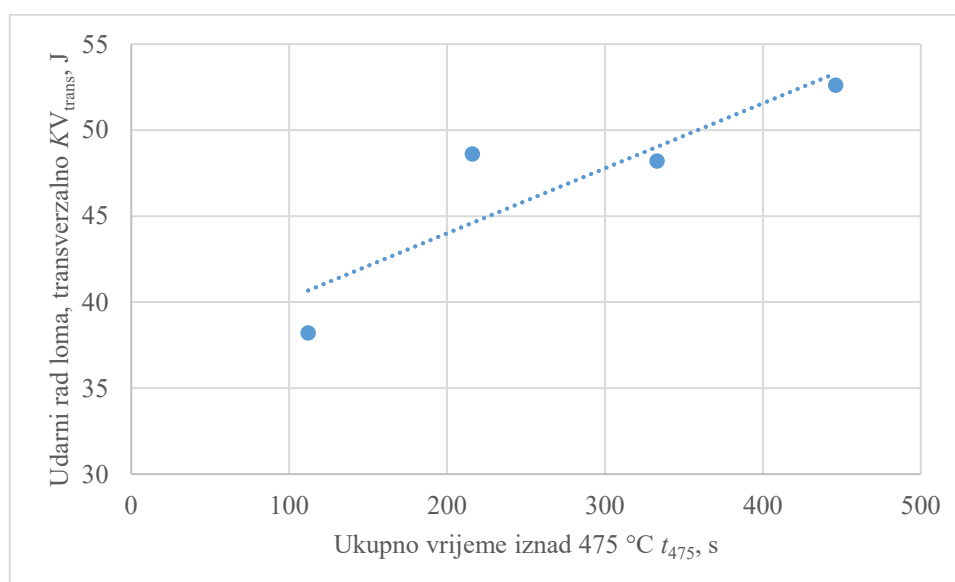
Prividni paradoks da brže hlađenje uzrokuje krupnija zrna objašnjen je nalazima Prathivraja i Oyyaravelua [87] koji navode da se brzim hlađenjem potiče rast krupnoga Widmanstättenova austenita. Istraživanje veličinu zrna opisuje kvalitativno, bez funkcionalne ovisnosti, pa dobivene modele nije moguće kvantitativno validirati. Ipak, jasno potvrđuje smjer djelovanja vremena t_{475} na veličinu kritalnih zrna.

5.3. Analiza utjecaja aktivnog hlađenja na mehanička svojstva (H3)

Analiza mikrotvrdoće materijala nije ukazala na značajne razlike među uzorcima. Naime, zabilježene razlike u izmjerenim vrijednostima zanemarivo su male kada se razmotre u okviru standardne devijacije rezultata. Značajna razlika u srednjim vrijednostima mikrotvrdoće uočena je kod primjene različitih opterećenja pri mjerenju što je svojstveno samoj mjernoj metodi. Smanjenjem opterećenja, a time i veličine otiska indentora, povećava se standardna devijacija izmjerenih vrijednosti što upućuje na heterogenost mikrostrukture materijala. Analiza tvrdoće u različitim dijelovima izratka ne upućuje na ovisnost izmjerenih vrijednosti o poziciji unutar uzorka, osim u završnom sloju. Stoga, analiza tvrdoće materijala nije potvrdila treću hipotezu.

Sun i suradnici [117] izvještavaju o vrlo ujednačenim mikrotvrdoćama uzoraka (raspon od 225 HV_{0,2} do 239 HV_{0,2}) unatoč različitim brzinama hlađenja tijekom proizvodnje. Time je potvrđen nalaz o neosjetljivosti mikrotvrdoće na umjerene promjene udjela ferita.

Žilavost materijala ocijenjena je analizom vrijednosti udarnog rada loma u transverzalnom i longitudinalnom smjeru u odnosu na slojeve materijala. Najprikladniji parametar toplinskog ciklusa s kojim je udarni rad loma čvrsto koreliran je ukupno vrijeme zadržavanja iznad 475 °C t_{475} . Na slici 99. zorno je prikazana ovisnost udarnog rada loma u transverzalnom smjeru KV_{trans} i vremena t_{475} .



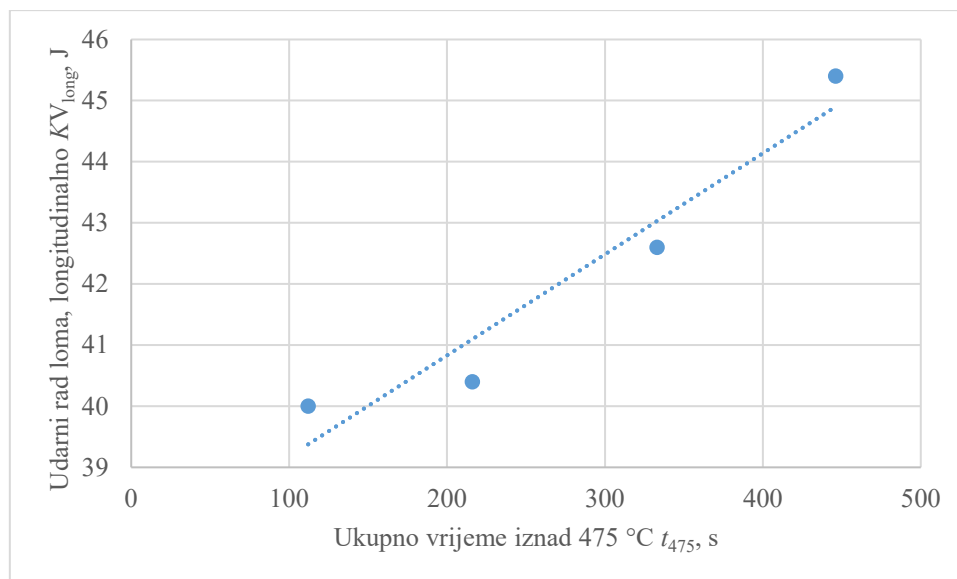
Slika 99. Ovisnost udarnog rada loma KV_{trans} i vremena t_{475}

Izraz koji povezuje navedena dva parametra je

$$KV_{\text{trans}} = 0,038 \cdot t_{475} + 36,44 \quad (8)$$

uz koeficijent determinacije $R^2 = 0,79$.

Ovisnost izmjerenih vrijednosti udarnog rada loma u longitudinalnom smjeru KV_{long} o vremenu t_{475} prikazana je na slici 100.



Slika 100. Ovisnost udarnog rada loma KV_{long} i vremena t_{475}

Linearni regresijski model

$$KV_{\text{long}} = 0,017 \cdot t_{475} + 37,52 \quad (9)$$

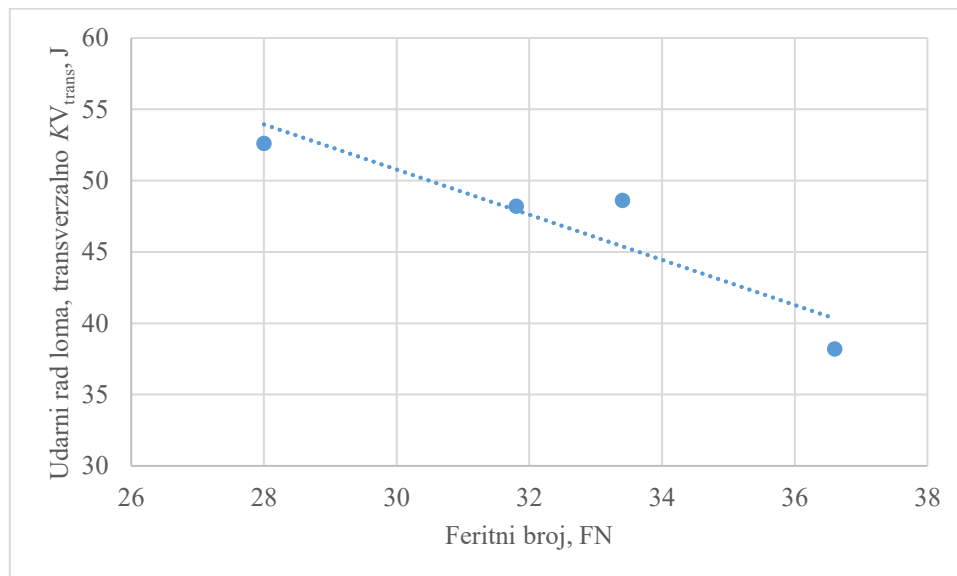
opisuje korelaciju KV_{long} i t_{475} uz koeficijent determinacije od 0,93. Naravno, valjanost obaju modela ograničena je na ispitano procesno područje.

Udarni rad loma ispitan u oba smjera snažno korelira s toplinskim ciklusom što potvrđuje treću hipotezu ovoga istraživanja. Korelacija je posebno izražena u longitudinalnom smjeru.

Budući da toplinski ciklus, sukladno uzročno-posljedičnom slijedu, utječe na mikrostrukturne karakteristike, a one, potom, na mehanička svojstva materijala, opravdano je ispitati korelaciju udarnog rada loma i feritnog broja. Unutar postojećih procesnih parametara i dobivenih udjela mikrostrukturnih faza korelacija KV_{trans} i feritnog broja FN opisana je izrazom

$$KV_{\text{trans}} = -1,583 \cdot FN + 98,26 \quad (10)$$

te prikazana na slici 101. Koeficijent determinacije R^2 iznosi 0,85 što znači da je 85 % razlika u udarnom radu loma među uzorcima objašnjeno razlikama u feritnom broju.

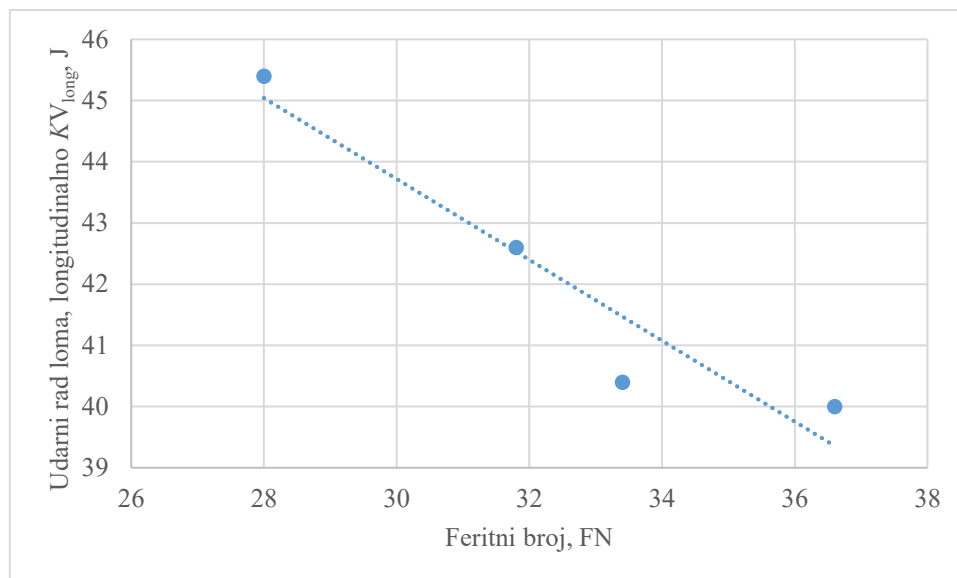


Slika 101. Ovisnost udarnog rada loma KV_{trans} o feritnom broju FN

U slučaju longitudinalne orijentacije regresijski model

$$KV_{\text{long}} = -0,661 \cdot FN + 63,54 \quad (11)$$

opisuje korelaciju uz $R^2 = 0,91$. Korelacija je zorno prikazana na slici 102.



Slika 102. Ovisnost udarnog rada loma KV_{long} o feritnom broju FN

Udarni rad loma, bilo transversalni, bilo longitudinalni, snažno ovisi o feritnom broju, tj. udjelu ferita. Bitno je napomenuti da je ova ovisnost ograničena na parametre toplinskog ciklusa primijenjene u ovom eksperimentu. Ako bi drukčiji toplinski ciklus uzrokovao izlučivanje krhkih sekundarnih faza, ova korelacija više ne bi bila primjenjiva.

6. ZAKLJUČNA RAZMATRANJA

Hipoteza 1. Metoda aktivnog hlađenja uranjanjem, uz optimalne parametre, primjenjiva je za izradu elemenata od dupleks nehrđajućeg čelika postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom.

Prva hipoteza potvrđena je svim trima ispitivanjima koja su pokazala zadovoljavajuću razinu stabilnosti procesa kod svih uzoraka. Aktivno hlađenje uranjanjem primjenjivo je za aditivnu proizvodnju električnim lukom i žicom izradaka od dupleks nehrđajućeg čelika u području udaljenosti vode od električnog luka od 10 mm do 30 mm.

- Udaljenost rashladnog sredstva od električnog luka osnovni je parametar metode aktivnog hlađenja uranjanjem. Izvedeni parametri su vrijeme inicijalnog hlađenja pri prvom ciklusu $t_{8/5}$, ukupno vrijeme zadržavanja iznad 475 °C t_{475} te ukupno vrijeme zadržavanja iznad 800 °C t_{800} .
- Optimalno područje udaljenosti rashladnog sredstva od električnog luka iznosi od 10 mm do 30 mm. Udaljenost od 10 mm donja je granica primjenjivosti pri kojoj je zabilježen šesterostruki porast proicirane površine pora na radiogramu.
- Dinamička karakteristika električnog luka potvrdila je podjednaku stabilnost procesa kod aktivno i prirodno hlađenih uzoraka uz opasku da su povremene nestabilnosti zabilježene pri udaljenosti vode od 10 mm.
- Parametri teksture površine S_a i S_z linearno ovise o vremenu hlađenja $t_{8/5}$ ($R^2 = 0,79$ za S_a odnosno $R^2 = 0,98$ za S_z). Intenzivnije hlađenje pojačava nejednolikost teksture površine.
- Broj pora N_p i njihova proicirana površina na radiogramu A_p linearno ovise o vremenu hlađenja $t_{8/5}$ ($R^2 = 0,90$ odnosno $R^2 = 0,91$). Intenzivnije hlađenje povećava poroznost, no ni pri najmanjoj udaljenosti rashladnog sredstva broj pora nije ugrozio integritet izratka, premda trend rasta jasno upućuje na postojanje granice primjenjivosti.

Hipoteza 2. Promjenom parametara aktivnog hlađenja uranjanjem pri aditivnoj proizvodnji električnim lukom i žicom moguće je utjecati na udio pojedinih mikrostrukturnih faza dupleks nehrđajućeg čelika.

Analiza mikrostrukture potvrdila je utjecaj toplinskog ciklusa na omjer ferita i austenita, morfološki oblik austenitnih zrna te njihovu veličinu. Promjenom parametara aktivnog hlađenja moguće je utjecati na mikrostrukturu i udjele pojedinih faza kod dupleks nehrđajućeg čelika proizvedenog aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom.

- Feritni broj raste sa skraćivanjem vremena hlađenja, od 28 FN kod prirodno hlađenog uzorka do 37 FN pri najmanjoj udaljenosti vode, uz vrlo snažnu linearnu korelaciju s parametrima toplinskog ciklusa ($R^2 = 0,98$) unutar ispitanog raspona. Brže hlađenje potiskuje difuzijsku pretvorbu ferita u austenit te zadržava viši udio ferita.
- Ferit u svim uzorcima čini kontinuiranu matricu, a austenit se izlučuje u tri morfološka oblika, alotriomorfom, interkristalnom i Widmanstättenovom. Porastom brzine hlađenja morfologija prelazi od pretežno sitnog interkristalnog austenita prema grubom Widmanstättenovom i alotriomorfom, uz smanjenje udjela interkristalnog austenita.
- Najmanja prosječna veličina austenitnih zrna izmjerena je kod najsporije hlađenog uzorka. Ubrzanjem hlađenja vidljiv je prijelaz prema grubljoj Widmanstättenovoj morfologiji.
- Ni u jednom uzorku nije utvrđena prisutnost štetnih sekundarnih faza (α' , σ , χ i druge). To potvrđuju analiza mikrostrukture i procjena temeljena na TTT dijagramu, prema kojoj je, čak i uz konzervativnu pretpostavku zbrajanja vremena zadržavanja kroz sve cikluse zagrijavanja, ukupno vrijeme na kritičnim temperaturama nedostavno za njihov nastanak.

Hipoteza 3. *Promjenom parametara aktivnog hlađenja uranjanjem pri aditivnoj proizvodnji električnim lukom i žicom moguće je utjecati na mehanička svojstva dupleks nehrđajućeg čelika.*

Analiza mehaničkih svojstava djelomično je potvrdila treću hipotezu. Dok je u slučaju udarnog rada loma korelacija s toplinskim ciklusom jasna i čvrsta, tvrdoća materijala ne ukazuje na ovisnost o parametrima hlađenja. S obzirom na to da analizom mikrostrukture nije potvrđena prisutnost tvrdih i krhkih sekundarnih faza, razlika omjera ferita i austenita među uzorcima očito nije bila dovoljna da bi uzrokovala značajnu razliku u tvrdoći.

- Mikrotvrdoća se nije značajno mijenjala s toplinskim ciklusom. Razlike u srednjim vrijednostima među uzorcima zanemarive su u odnosu na rasipanje rezultata. Izostanak promjene tvrdoće posredno potvrđuje odsutnost sekundarnih faza.
- Srednje vrijednosti mikrotvrdoće kao i standardna devijacija opadaju s porastom opterećenja pri mjerenju, dosljedno kod svih uzoraka i svih opterećenja.
- Udarni rad loma linearno ovisi o parametrima toplinskog ciklusa i opada sa skraćivanjem vremena hlađenja unutar ispitanog procesnog područja. Kod longitudinalne orijentacije epruveta vrijednosti udarnog rada loma padaju s približno 45 J na 40 J, a kod transverzalne s približno 53 J na 38 J. Parametar toplinskog ciklusa koji najbolje opisuje tu ovisnost jest ukupno vrijeme zadržavanja iznad 475 °C t_{475} , uz koeficijent determinacije 0,93 za longitudinalnu i 0,79 za transverzalnu orijentaciju epruveta.
- Utvrđena je izražena anizotropnost žilavosti. Transverzalno orijentirane epruvete kod uzoraka 1, 3 i 2 postižu 15 %, 13 % odnosno 20 % više vrijednosti udarnog rada loma od longitudinalnih, uz iznimku najbrže hlađenog uzorka, kod kojega je razlika unutar rasipanja rezultata.

6.1. Evaluacija izvornog znanstvenog doprinosa

1. Primjena i validacija metode aktivnog hlađenja uranjanjem za izratke od dupleks nehrđajućeg čelika izrađene postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom.

Iako je aktivno hlađenje u kontekstu aditivne proizvodnje metala prepoznato kao mogući način regulacije toplinskoga ciklusa, njegova primjena na dupleks nehrđajući čelik zahtijeva poseban oprez zbog izrazite osjetljivosti toga materijala na uvjete zagrijavanja i hlađenja. Naime, konačna mikrostruktura dupleks nehrđajućega čelika, osobito omjer feritne i austenitne faze, veličina i morfologija kristalnih zrna te mogućnost nastanka nepoželjnih precipitata, izravno ovise o toplinskoj povijesti materijala tijekom izrade.

U tom je smislu u ovom radu, prema dostupnim spoznajama, prvi put sustavno dokumentirana i eksperimentalno validirana primjena metode aktivnog hlađenja uranjanjem specifično za izratke od dupleks nehrđajućeg čelika izrađene aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom. Validacija se pritom ne odnosi samo na tehničku izvedivost hlađenja, nego i na potvrdu da se navedenom metodom može utjecati na toplinski ciklus tijekom izrade, a posljedično i na geometrijske značajke, mikrostrukturu i mehanička svojstva izratka.

Posebna vrijednost ovoga doprinosa proizlazi iz činjenice da aktivno hlađenje uranjanjem omogućuje intenzivnije i neposrednije odvođenje topline u odnosu na pasivno hlađenje. Time se otvara mogućnost preciznijeg upravljanja akumulacijom topline, međuslojnom temperaturom i ukupnim vremenom zadržavanja u kritičnim temperaturnim područjima što je osobito važno za dupleks nehrđajući čelik.

2. *Kvantifikacija optimalnih vrijednosti parametara metode aktivnog hlađenja uranjanjem i aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom na temelju procjene stabilnosti procesa te geometrijskih značajki i homogenosti izratka od dupleks nehrđajućeg čelika.*

U okviru istraživanja analiziran je utjecaj udaljenosti površine rashladnog sredstva od električnog luka na stabilnost procesa, geometrijske značajke nanesenih slojeva te homogenost izrađenoga uzorka. Time je omogućeno određivanje raspona parametara u kojem se ostvaruje povoljan kompromis između intenziteta hlađenja i očuvanja stabilnosti procesa taljenja materijala.

Utvrđeno je da optimalno područje udaljenosti rashladnog sredstva od električnog luka iznosi 10 mm do 30 mm. Navedeni raspon predstavlja područje u kojem je hlađenje dovoljno intenzivno da utječe na smanjenje akumulacije topline i regulaciju toplinskoga ciklusa, ali istodobno nije toliko izraženo da bi nepovoljno djelovalo na stabilnost električnog luka, kontinuitet slojeva ili geometrijski oblik izratka. Drugim riječima, definirano je područje procesnih uvjeta u kojem se ostvaruje ravnoteža između toplinske učinkovitosti hlađenja i tehnološke stabilnosti postupka aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom.

Znanstvena vrijednost ovoga doprinosa proizlazi iz povezivanja parametara hlađenja s mjerljivim pokazateljima stabilnosti procesa i karakteristika izratka. Na taj je način pokazano da se aktivno hlađenje uranjanjem ne može promatrati samo kao dodatni pomoćni sustav, nego kao procesni parametar koji izravno sudjeluje u oblikovanju konačnih značajki izratka. Definirani raspon od 10 mm do 30 mm stoga predstavlja eksperimentalno utemeljeno optimalno područje primjene aktivnog hlađenja uranjanjem unutar ispitanih uvjeta izrade.

3. *Definicija interakcije parametara metode aktivnog hlađenja uranjanjem i udjela mikrostrukturnih faza te mehaničkih svojstava (tvrdoća, čvrstoća i žilavost) izratka od dupleks čelika izrađenog postupkom aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom.*

Na temelju dobivenih eksperimentalnih rezultata uspostavljeni su empirijski regresijski modeli kojima se opisuju odnosi između odabranih parametara toplinskoga ciklusa i analiziranih svojstava. Navedeni modeli omogućuju kvantitativnu procjenu utjecaja promjene uvjeta hlađenja na konačna svojstva izratka unutar ispitnog raspona procesnih parametara. Time je omogućena predikcija ponašanja materijala i izratka u ovisnosti o parametrima aktivnog hlađenja.

Kod aditivne proizvodnje dupleks nehrđajućeg čelika važno je istodobno osigurati povoljan omjer ferita i austenita, izbjeći nepovoljne mikrostrukturne promjene te zadržati odgovarajuća mehanička svojstva. U tom kontekstu uspostavljeni regresijski modeli omogućuju bolje razumijevanje međusobne povezanosti toplinskoga ciklusa, mikrostrukture i svojstava, što je preduvjet za znanstveno utemeljenu optimizaciju procesa.

Dodatni doprinos rada proizlazi iz uvođenja novog koncepta opisa toplinskoga ciklusa pri aditivnoj proizvodnji električnim lukom i žicom. Za razliku od uobičajenog promatranja pojedinačnih vremena hlađenja, primjerice $t_{8/5}$, u ovom je radu toplinski ciklus dodatno opisan kroz kumulativno vrijeme zadržavanja materijala u odabranim temperaturnim područjima. Za dupleks nehrđajući čelik posebno su značajne temperature 475 °C i 800 °C, stoga su odabrani parametri bili t_{475} i t_{800} . Takav pristup osobito je prikladan za aditivnu proizvodnju električnim lukom i žicom jer se materijal tijekom izrade višekratno zagrijava i hladi. Uvođenjem parametara t_{475} i t_{800} omogućena je kvantitativna procjena vremena provedenog u temperaturnim područjima relevantnima za mikrostrukturne promjene i mogući nastanak štetnih precipitata. Iz toga proizlazi i implementacija ekvivalentnih temperaturno-vremenskih krivulja na TTT dijagramu, kojima se složeni toplinski ciklus pojednostavljuje na oblik pogodan za usporedbu, interpretaciju i povezivanje s mikrostrukturnim svojstvima izratka.

6.2. Prijedlog budućih istraživanja

Buduća istraživanja valja usmjeriti prema proširenju procesnog okvira aktivnog hlađenja uranjanjem uzimajući u obzir veće udaljenosti rashladnog sredstva od električnog luka. Time bi se ispitaio utjecaj manjih brzina hlađenja te modelirao utjecaj toplinskog ciklusa na mikrostrukturu i mehanička svojstva u području izlučivanja sekundarnih mikrostrukturnih faza. Kvantifikacija graničnih vrijednosti parametara aktivnog hlađenja pri kojima dolazi do izlučivanja sekundarnih faza kod dupleks nehrđajućeg čelika od velike je važnosti za industrijsku primjenu ove proizvodne tehnologije.

Drugi smjer budućih istraživanja jest primjena alternativnih načina prijenosa metala koji, osim elektromagnetskim silama, i mehanički kontroliraju prijenos rastaljenih kapljica u talinu. Bolja kontrola taline otvara mogućnost ujednačenije teksture površine izratka što povećava atraktivnost aditivne proizvodnje električnim lukom i žicom u industrijskoj proizvodnji.

Imajući na umu da je u ovom istraživanju korišteni dodatni materijal inicijalno namijenjen za zavarivanje, a ne za aditivnu proizvodnju električnim lukom i žicom, poželjno je istražiti utjecaj suvremenih specijaliziranih dodatnih materijala. Takvi materijali, sa svojim nižim udjelom gamagenih elemenata, omogućuju postizanje ujednačenijeg omjera ferita i austenita te time potencijalno proširuju spektar aplikacije ove tehnologije.

LITERATURA

- [1] Ding D, Pan Z, Cuiuri D, Li H. Wire-feed additive manufacturing of metal components: technologies, developments and future interests. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2015;(1-2):465-81.
- [2] Garašić I, Kožuh Z, Jurić I, Torer I. Primjena MAG CBT postupka za aditivnu proizvodnju električnim lukom i žicom. In: *Zbornik radova MTECH 2017*. 2017. p. 104-15.
- [3] Martina F, Williams S. Wire+arc additive manufacturing vs. traditional machining from solid: a cost comparison. Version 1.0. Cranfield: Welding Engineering and Laser Processing Centre, Cranfield University; 2015.
- [4] Jurić I, Kurtela M, Garašić I, Eržišnik J, Županić M. Primjena aluminijevih legura i CMT postupka zavarivanja za aditivnu proizvodnju električnim lukom i žicom. In: *Zbornik radova MTECH 2019*. 2019. p. 157-66.
- [5] Gokhale NP, Kala P. Thermal analysis of TIG-WAAM based metal deposition process using finite element method. *Materials Today: Proceedings*. 2021;44:453-9.
- [6] Lin JJ, Lv YH, Liu YX, Xu BS, Sun Z, Li ZG, Wu YX. Microstructural evolution and mechanical properties of Ti-6Al-4V wall deposited by pulsed plasma arc additive manufacturing. *Materials & Design*. 2016;102:30-40.
- [7] Lin J, Lv Y, Liu Y, Sun Z, Wang K, Li Z, Wu Y, Xu B. Microstructural evolution and mechanical property of Ti-6Al-4V wall deposited by continuous plasma arc additive manufacturing without post heat treatment. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2017;69:19-29.
- [8] Xiong J, Lei Y, Chen H, Zhang G. Fabrication of inclined thin-walled parts in multi-layer single-pass GMAW-based additive manufacturing with flat position deposition. *Journal of Materials Processing Technology*. 2017;240:397-403.

- [9] Chernovol N, Lauwers B, Van Rymenant P. Development of low-cost production process for prototype components based on Wire and Arc Additive Manufacturing (WAAM). *Procedia CIRP*. 2020;95:60-5.
- [10] Sequeira Almeida PM, Williams S. Innovative Process Model of Ti-6Al-4V Additive Layer Manufacturing Using Cold Metal Transfer (CMT). In: *Proceedings of the twenty-first annual international solid freeform fabrication symposium*; 2010; Austin (TX), USA. Austin (TX): University of Texas at Austin; 2010.
- [11] Mohammadian N, Turenne S, Brailovski V. Surface finish control of additively-manufactured Inconel 625 components using combined chemical-abrasive flow polishing. *Journal of Materials Processing Technology*. 2018;252:728-38.
- [12] Jurić I, Garašić I, Bušić M, Kožuh Z. Influence of Shielding Gas Composition on Structure and Mechanical Properties of Wire and Arc Additive Manufactured Inconel 625. *JOM: The Journal of the Minerals, Metals & Materials Society*. 2019;71(2):703-8.
- [13] Ayarkwa KF, Williams SW, Ding J. Assessing the effect of TIG alternating current time cycle on aluminium wire+arc additive manufacture. *Additive Manufacturing*. 2017;18:186-93.
- [14] Chen X, Li J, Cheng X, He B, Wang H, Huang Z. Microstructure and mechanical properties of the austenitic stainless steel 316L fabricated by gas metal arc additive manufacturing. *Materials Science and Engineering: A*. 2017;703:567-77.
- [15] Hengsbach F, et al. Duplex stainless steel fabricated by selective laser melting - Microstructural and mechanical properties. *Materials & Design*. 2017;133:136-42.
- [16] Jurić I, Garašić I, Klaić M, Udžbinac D. Primjena dupleks čelika za aditivnu proizvodnju električnim lukom i žicom. *Zavarivanje*. 2018;61(5/6):137-42.
- [17] Knezović N, Topić A, Garašić I, Jurić I. Application of Wire and Arc Additive Manufacturing for Fabrication of Duplex Stainless Steel Product. In: *Proceedings of the 30th International DAAAM Symposium "Intelligent Manufacturing & Automation"*. Vienna: DAAAM International; 2019. p. 599-604.

- [18] Knezović N, Garašić I, Jurić I. Influence of the Interlayer Temperature on Structure and Properties of Wire and Arc Additive Manufactured Duplex Stainless Steel Product. *Materials*. 2020;13(24):5795-811.
- [19] Xiong J, Li Y, Li R, Yin Z. Influences of process parameters on surface roughness of multi-layer single-pass thin-walled parts in GMAW-based additive manufacturing. *Journal of Materials Processing Technology*. 2018;252:128-36.
- [20] Xiong J, Zhang G, Qiu Z, Li Y. Vision-sensing and bead width control of a single-bead multi-layer part: material and energy savings in GMAW-based rapid manufacturing. *Journal of Cleaner Production*. 2013;41:82-8.
- [21] Shen C, Reid M, Liss K-D, Pan Z, Ma Y, Cuiuri D, van Duin S, Li H. Neutron diffraction residual stress determinations in Fe₃Al based iron aluminide components fabricated using wire-arc additive manufacturing (WAAM). *Additive Manufacturing*. 2019;29:100774-82.
- [22] Sun J, Hensel J, Köhler M, Dilger K. Residual stress in wire and arc additively manufactured aluminum components. *Journal of Manufacturing Processes*. 2021;65:97-111.
- [23] Hosseini VA, Högström M, Hurtig K, et al. Wire-arc additive manufacturing of a duplex stainless steel: thermal cycle analysis and microstructure characterization. *Welding in the World*. 2019;63:975-87.
- [24] Stützer J, Totzauer T, Wittig B, Zinke M, Jüttner S. GMAW Cold Wire Technology for Adjusting the Ferrite-Austenite Ratio of Wire and Arc Additive Manufactured Duplex Stainless Steel Components. *Metals*. 2019;9:564-77.
- [25] Kannan AR, Shanmugam NS, Rajkumar V, Vishnukumar M. Insight into the microstructural features and corrosion properties of wire arc additive manufactured super duplex stainless steel (ER2594). *Materials Letters*. 2020;270:127680-4.
- [26] Scotti FM, Teixeira FR, da Silva LJ, de Araújo DB, Reis RP, Scotti A. Thermal management in WAAM through the CMT Advanced process and an active cooling technique. *Journal of Manufacturing Processes*. 2020;57:23-35.

- [27] da Silva LJ, Souza DM, de Araújo DB, et al. Concept and validation of an active cooling technique to mitigate heat accumulation in WAAM. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2020;107:2513-23.
- [28] Banhart J, Peroni M, Ashrafi H. Additive manufacturing of cellular structures using laser powder bed fusion: A review. *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 2023;152:100729-45.
- [29] Siddhalingeswar IG, Mitra A, Bhatt J. 3D printing in pharmaceuticals: Regulatory perspective toward personalized medicine. *Pharmaceutical Research*. 2018;35:2454-65.
- [30] Nycz A, Kishore V, Lindahl J, Duty C. Additive manufacturing of heat exchangers: A review of design, fabrication, and performance. *Journal of Manufacturing Processes*. 2022;84:1493-508.
- [31] Stiuso J, Ridwan M, Li Y, Palardy G. Additive manufacturing of metallic components for aerospace applications: A review of process-structure-property relationships. In: *AIAA Scitech 2021 Forum*; 2021. p. 3236-48.
- [32] Williams SW, Martina F, Addison AC, Ding J, Pardal G, Colegrove P. Wire + arc additive manufacturing. *Materials Science and Technology*. 2016;32:641-7.
- [33] Ralph B, inventor. Method of making decorative articles. United States patent US1568080A. 1925.
- [34] Rodrigues TA, Duarte V, Miranda RM, Santos TG, Oliveira JP. Process-property relationships in wire arc additive manufacturing: A comprehensive review. *Materials Letters*. 2022;322:100737-45.
- [35] Cunningham CR, Flynn JM, Shokrani A, Dhokia V, Newman ST. Invited review article: Strategies and processes to reduce the cost of wire arc additive manufacturing. *CIRP Annals*. 2011;60:179-202.
- [36] Tomar B, Shiva S, Nath T. A review on wire arc additive manufacturing: Processing parameters, defects, quality improvement and recent advances. *Materials Today Communications*. 2022;31:103739-58.

- [37] Amsterdam and the MX3D Smart Bridge 3D printing project. Robotic HiTech Solutions. Dostupno na: <https://www.robotic-hitechsolutions.com/amsterdam-and-the-mx3d-smart-bridge-3d-printing-project/> [pristupljeno 21. 11. 2023.].
- [38] Wang J, Zhang Y, Liu Y, Wu B, Ding J. Effect of post-heat treatment on microstructure and mechanical properties of wire arc additively manufactured Stellite 6. *Materials Science and Engineering: A*. 2023;868:144467-75.
- [39] Chen X, Zhang H, Wang Y, Li J, Wu Q. Microstructure and mechanical properties of wire arc additively manufactured dual-phase stainless steel with optimized processing parameters. *Materials Science and Engineering: A*. 2023;885:145177-89.
- [40] Li Y, Huang X, Liu C, Zhang H, Mao Y. A review on the influence of process parameters in wire arc additive manufacturing (WAAM) of metallic materials. *Materials Today: Proceedings*. 2022;70:1084-98.
- [41] Wu B, Ding D, Pan Z, Cuiuri D, Li H. Effects of shielding gas composition on the microstructure and mechanical properties of 316L stainless steel fabricated by wire arc additive manufacturing. *Materials Letters*. 2023;334:131317-25.
- [42] Colegrove PA, Donoghue J, Martina F, Williams SW, Ding J. Mitigation of residual stresses in large-scale wire + arc additive manufacturing through process control. *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*. 2017;19:354-64.
- [43] Xu X, Ding J, Ganguly S, Williams S. Preliminary investigation of building strategies for T-joints in wire + arc additive manufacturing. *Procedia Manufacturing*. 2017;10:932-41.
- [44] Li R, Wang B, Ding D, Pan Z, Li H. Advanced control strategies for wire arc additive manufacturing: A review. *CIRP Annals*. 2023;72:963-86.
- [45] Yuan L, Pan Z, Ding D, He F, Duin SV, Li H. Fabrication of metallic parts with overhanging structures using wire and arc additive manufacturing. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. 2023;194:268-81.
- [46] Wang X, Zhang Y, Li J, Wu Q, Ding D. Molten pool stability and solidification characteristics in wire arc additive manufacturing with pulsed arc parameters. *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 2024;219:925-38.

- [47] Kumar P, Kumar N, Kumar R, Jain NK. Effect of process parameters on the mechanical properties of wire arc additive manufactured (WAAM) Al-Si alloy. *Journal of Materials Research and Technology*. 2023;22:1821-35.
- [48] Li Y, Wu B, Ding D, Pan Z, Cuiuri D. Influence of shielding gas on the microstructure and mechanical properties of wire arc additively manufactured stainless steel. *Construction and Building Materials*. 2023;400:574-86.
- [49] Zhang H, Liu C, Wu Q, Wang Y, Li H. Thermal behavior and microstructure evolution of wire arc additively manufactured aluminum alloys under different process parameters. *Journal of Manufacturing Processes*. 2023;108:927-41.
- [50] Xu X, Ganguly S, Ding J, Williams S. Effect of post-processing on microstructure and mechanical properties of wire arc additively manufactured nickel-based superalloys. *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*. 2023;46:124-36.
- [51] Zhang Y, Wu Q, Ding D, Li H, Pan Z. Microstructure and mechanical properties of wire arc additively manufactured Hastelloy C276: A comparative study with wrought material. *Materials Science and Engineering: A*. 2019;744:430-41.
- [52] Yuan L, Pan Z, Ding D, Yu Z, van Duin S, Li H, Li W, Norrish J. Fabrication of metallic parts with overhanging structures using the robotic wire arc additive manufacturing. *Journal of Manufacturing Processes*. 2021;63:24-34.
- [53] Xia C, Pan Z, Zhang S, Polden J, Li H, Xu Y, Chen S. Mask R-CNN-based welding image object detection and dynamic modelling for WAAM. *Transactions on Intelligent Welding Manufacturing*. 2020.
- [54] Qin J, Wang Y, Ding J, Williams S. Optimal droplet transfer mode maintenance for wire + arc additive manufacturing (WAAM) based on deep learning. *Journal of Intelligent Manufacturing*. 2022;33(7):2179-91.
- [55] Krishnaveni S, Kunchala BR, Gamini S, Anilkumar TCh. Machine learning-based bead modeling of wire arc additive manufacturing (WAAM) using an industrial robot. *Materials Today: Proceedings*. 2023.

- [56] Yildiz AS, Koc B, Yilmaz O. Thermal behavior determination for wire arc additive manufacturing process. *Procedia Manufacturing*. 2021;54:233-7.
- [57] Muralimohan C. Machine Learning Approach for the Prediction of Defect Characteristics in Wire Arc Additive Manufacturing. *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 2023;76(2):447-55.
- [58] Sandeep KJ, et al. Development of correlation between temperature, liquid life span, molten pool, and porosity during Wire Arc Additive Manufacturing: A finite element approach. *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*. 2022;38:274-87.
- [59] Shaloo M, Schnall M, Klein T. A Review of Non-Destructive Testing (NDT) Techniques for Defect Detection: Application to Fusion Welding and Future Wire Arc Additive Manufacturing Processes. *Materials*. 2022;15:3697.
- [60] Zhang T, Xu C, et al. Research of surface oxidation defects in copper alloy wire arc additive manufacturing based on time-frequency analysis and deep learning method. *Journal of Materials Research and Technology*. 2023;25:511-21.
- [61] Li Y, Polden J, et al. A defect detection system for wire arc additive manufacturing using incremental learning. *Journal of Industrial Information Integration*. 2022;27:100291.
- [62] Lo K-H, Totemeier TC, Gunn RG, editors. *Duplex Stainless Steels: Microstructure, Properties and Applications*. Cambridge: Woodhead Publishing; 2005.
- [63] Haghdadi N, Cizek P, Hodgson PD, Beladi H. Microstructure dependence of impact toughness in duplex stainless steels. *Materials Science and Engineering: A*. 2019;745:369-78.
- [64] Rede V. Utjecaj mikrostrukture zavara dupleks čelika na otpornost prema trošenju [doktorski rad]. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2004.
- [65] Zhang D, Liu A, Yin B, Wen P. Additive manufacturing of duplex stainless steels - A critical review. *Journal of Manufacturing Processes*. 2022;73:496-517.
- [66] Hassel TA, Marken LA, Arbo SM, Rørvik G, Du Q, Brøtan V, Sørby K. Microstructure Development in Duplex Stainless Steels from Additive Manufacturing with Coaxial

- Directed Energy Deposition and Heat Treatment. Metallurgical and Materials Transactions A. 2025;56:474-505.
- [67] Charles J, Bernhardsson S, Karlsson AK, editors. Duplex Stainless Steels: Microstructure, Properties and Applications. Cambridge: Woodhead Publishing; 2009. p. 25-45.
- [68] Tóth T, Krasnorutskyi S, Hensel J, Dilger K. Electron beam welding of 2205 duplex stainless steel using pre-placed nickel-based filler material. International Journal of Pressure Vessels and Piping. 2021;191:104354.
- [69] Liu X, Zhang X. Correlation of ferrite-phase reconfiguration and mechanical properties in thermally aged duplex stainless steel. Materials Characterization. 2022;183:111573.
- [70] Gutiérrez-Vargas G, Ruiz A, López-Morelos VH, Kim J-Y, González-Sánchez J, Medina-Flores A. Evaluation of 475 °C embrittlement in UNS S32750 super duplex stainless steel using four-point electric conductivity measurements. Nuclear Engineering and Technology. 2021;53:2982-9.
- [71] Shamanth V, Ravishankar KS. Dissolution of alpha-prime precipitates in thermally embrittled S2205 duplex steels during reversion-heat treatment. Results in Physics. 2015;5:297-303.
- [72] Di Cocco V, Iacoviello F, Ischia G. Duplex stainless steels “475 °C embrittlement”: Influence of the chemical composition on the fatigue crack propagation. Procedia Structural Integrity. 2017;3:299-307.
- [73] Pitacco E, Bertolini R, Ghinatti E, Pezzato L, Gennari C, Calliari I, Pigato M. Effect of open die forging and cooling rate on the precipitation of secondary phases and corrosion properties of a cast UNS S32760 super duplex stainless steel. Journal of Materials Research and Technology. 2024;33:9992-10002.
- [74] Schuster R, Keplinger A, Jacob A, Kreyca J, Solyom L, Maawad E, Povoden-Karadeniz E. In-situ XRD investigation of σ phase precipitation kinetics during isothermal holding in a hyper duplex stainless steel. Materials Characterization. 2023;203:113124.

- [75] Wang R. Precipitation of sigma phase in duplex stainless steel and recent development on its detection by electrochemical potentiokinetic reactivation: A review. *Corrosion Communications*. 2021;2:41-54.
- [76] Li JK, Fu BG, Dong TS, Li GL, Sheng WQ, Liu YY, Liu JG. Effect of cold rolling reduction on the precipitation behavior of σ phase in 2906 duplex stainless steel. *Journal of Materials Research and Technology*. 2023;24:6238-45.
- [77] Conceição dos Santos AG, Ignácio NF, Fernandes MS, Baía DM, Moreira FN, da Silva Assis WL, Rios PR. Computational modeling of a 3D matrix of duplex stainless steel and its ultimate strength in function of the sigma phase evolution. *Journal of Materials Research and Technology*. 2021;15:2625-32.
- [78] Hajra RN, Han BJ, Park JW, Kim WH, Lee J, Ko W-S, Kim JH. In-situ study of σ phase evolution in 25Cr-7Ni duplex stainless steel (DSS): Unrevealing critical insight. *Materials & Design*. 2024;244:113141.
- [79] McGilesen I, Poplawsky JD, Santala MK, Tucker JD. Measurement of G-phase volume fraction and number density in duplex stainless steels using transmission electron microscopy. *Materials Today Communications*. 2024;38:107926.
- [80] Liu X, Liu C, Wu J, Zhang X, Zhu X, Wang J. Morphological instability of the G-phase induced a different contribution to hardening of ferrite phase in a duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2022;832:142421.
- [81] Maetz J-Y, Douillard T, Cazottes S, Verdu C, Kléber X. $M_{23}C_6$ carbides and Cr_2N nitrides in aged duplex stainless steel: A SEM, TEM and FIB tomography investigation. *Micron*. 2016;84:43-53.
- [82] Du J-K, Wang C-H, Wang K-C, Chen K-K. TEM analysis of 2205 duplex stainless steel to determine orientation relationship between $M_{23}C_6$ carbide and austenite matrix at 950°C. *Intermetallics*. 2014;45:80-3.
- [83] Jiang B, Liang N, Peng Q, Lin X, Jiao Z, Xu L, He Y, Wang L, Qiao L. Irradiation-induced corrosion tendencies evolution at the phase boundaries containing carbides in duplex stainless steel. *Corrosion Science*. 2022;208:110662.

- [84] Yang K, Guo X, San X. Dissolution and redistribution behavior of Cu-rich phase: Implications for corrosion resistance in Cu-bearing duplex stainless steel in chloride media. *International Journal of Electrochemical Science*. 2024;19:10634.
- [85] Fan Y, Liu T, Xin L, Han Y, Lu Y, Shoji T. Thermal aging behaviors of duplex stainless steels used in nuclear power plant: A review. *Journal of Nuclear Materials*. 2021;544:152693.
- [86] Wu S, Zhang Y, Xue M, Cheng F. Grain refinement of flux-cored wire arc additively manufactured duplex stainless steel through in-situ alloying of Ti. *Materials Characterization*. 2024;209:113749.
- [87] Prathivraj S, Oyyaravelu R. Effect of interpass temperature on austenite ferrite ratio of wire arc additive manufactured 2507 Super Duplex Stainless Steel. *Materials Letters*. 2024;361:136125.
- [88] Zuo W, Chen M-T, Zhao O, Su A, Liu S-W, Yun X, Xu F. Structural performance of wire arc additively manufactured duplex stainless steel single-lap shear bolted connections. *Engineering Structures*. 2024;319:118706.
- [89] Chen M-T, Chen Y, Zuo W, Yun X, Zhao O, Liu S-W, Xu F. Experimental investigation on the tensile behavior of wire additively manufactured duplex stainless steel plates. *Engineering Structures*. 2024;321:118764.
- [90] Specifikacija materijala MIGWELD 2209. Metalweld. Dostupno na: <https://www.metalweld.pl/en/migweld-2209> [pristupljeno 11. 4. 2025.].
- [91] Melia MA, Duran JG, Koepke JR, Saiz DJ, Jared BH, Schindelholz EJ. How build angle and post-processing impact roughness and corrosion of additively manufactured 316L stainless steel. *npj Materials Degradation*. 2020;4:21.
- [92] Lee S, Pegues JW, Shamsaei N. Fatigue behavior and modeling for additive manufactured 304L stainless steel: The effect of surface roughness. *International Journal of Fatigue*. 2020;141:105856.
- [93] Li C, Liu ZY, Fang XY, Guo YB. Residual Stress in Metal Additive Manufacturing. *Procedia CIRP*. 2018;71:348-53.

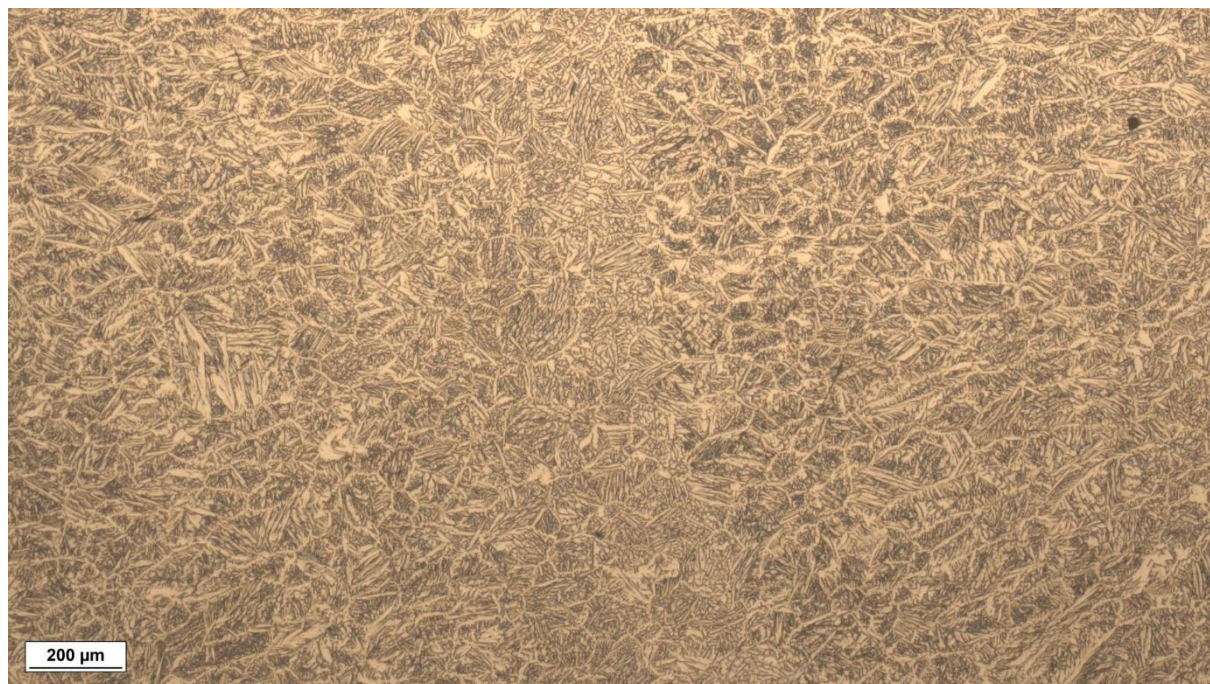
- [94] Mercelis P, Kruth J. Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting. *Rapid Prototyping Journal*. 2006;12(5):254-65.
- [95] Zhang X, Wang K, Zhou Q, Kong J, Peng Y, Ding J, Dao C, Yang D, Huang Y, Zhang T, Williams SW. Element partitioning and electron backscatter diffraction analysis from feeding wire to as-deposited microstructure of wire arc additive manufacturing with super duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2020;773:138856.
- [96] Wang L, Zhang Y, Yan W. Evaporation Model for Keyhole Dynamics During Additive Manufacturing of Metal. *Physical Review Applied*. 2020;14(6):064039.
- [97] Valiente Bermejo MA, Thalavai Pandian K, Axelsson B, Harati E, Kisielewicz A, Karlsson L. Microstructure of laser metal deposited duplex stainless steel: Influence of shielding gas and heat treatment. *Welding in the World*. 2021;65:525-41.
- [98] Murkute P, Pasebani S, Isgor OB. Metallurgical and electrochemical properties of super duplex stainless steel clads on low carbon steel substrate produced with laser powder bed fusion. *Scientific Reports*. 2020;10:10162.
- [99] Kumar S, Krisam S, Jacob A, Kiraly F, Keplinger A, Abart R, Poveden-Karadeniz E. Microstructures and element distributions in an aged hyper duplex stainless steel and corresponding hardness variation. *Materials and Design*. 2020;194:108951.
- [100] Jiang D, Birbilis N, Hutchinson CR, Brameld M. On the microstructure and electrochemical properties of additively manufactured duplex stainless steels produced using laser-powder bed fusion. *Corrosion*. 2020;76(9):871-83.
- [101] Nigon GN, Isgor OB, Pasebani S. Effect of build orientation and annealing on corrosion resistance of additively manufactured duplex stainless steel in 3.5% NaCl. *Journal of the Electrochemical Society*. 2020;167(14):141508.
- [102] Sung C, Shin B-H, Chung W. Effect of solution annealing on austenite morphology and pitting corrosion of super duplex stainless steel UNS S32750. *International Journal of Electrochemical Science*. 2021;16(8):210813.

- [103] Huang X, Qiu W, Niu B, Zou X, Pan L, Kwok CT. Role of complex nonmetallic inclusions on the localized corrosion resistance of wire arc additively manufactured super duplex stainless steel. *Journal of Materials Research and Technology*. 2024;28:799-813.
- [104] Huang X, Kwok CT, Niu B, Luo J, Zou X, Cao Y, Yi J, Pan L, Qiu W, Zhang X. Anisotropic behavior of super duplex stainless steel fabricated by wire arc additive manufacturing. *Journal of Materials Research and Technology*. 2023;27:1651-64.
- [105] Souza EC de, Rossitti SM, Fortulan CA, Rollo JMD de A. Influence of Ferrite Phase Content on the Electrochemical Properties of Duplex Stainless Steels. *Materials Research*. 2017;20(1):21-9.
- [106] Lemezina A. Karakterizacija dupleks strukture dobivene aditivnom proizvodnjom električnim lukom i žicom [diplomski rad]. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2021.
- [107] Ćurković L, Rede V, Grilec K. Utjecaj opterećenja na tvrdoću silicijeve karbidne keramike. *Kemija u industriji*. 2010;59(10):483-8.
- [108] Akbarzadeh Chiniforoush E, Hamed Zargari H, Reza Jandaghi M, Moverare J, Warsi R, Gür CH. A sustainable strategy for wire arc additive manufacturing of high-performance duplex stainless Steel: Microstructural refinement and mechanical anisotropy reduction. *Materials Science and Engineering: A*. 2025;943:148785.
- [109] Posch G, Chladil K, Chladil H. Material properties of CMT-metal additive manufactured duplex stainless steel blade-like geometries. *Welding in the World*. 2017;61:873-82.
- [110] Reisgen U, Sharma R, Mann S, Oster L. Increasing the manufacturing efficiency of WAAM by advanced cooling strategies. *Welding in the World*. 2020;64:1409-16.
- [111] da Silva LJ, Souza DM, de Araújo DB, Reis RP, Scotti A. Concept and validation of an active cooling technique to mitigate heat accumulation in WAAM. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2020;107:2513-23.
- [112] Kozamernik N, Bračun D, Klobčar D. WAAM system with interpass temperature control and forced cooling for near-net-shape printing of small metal components. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2020;110:1955-68.

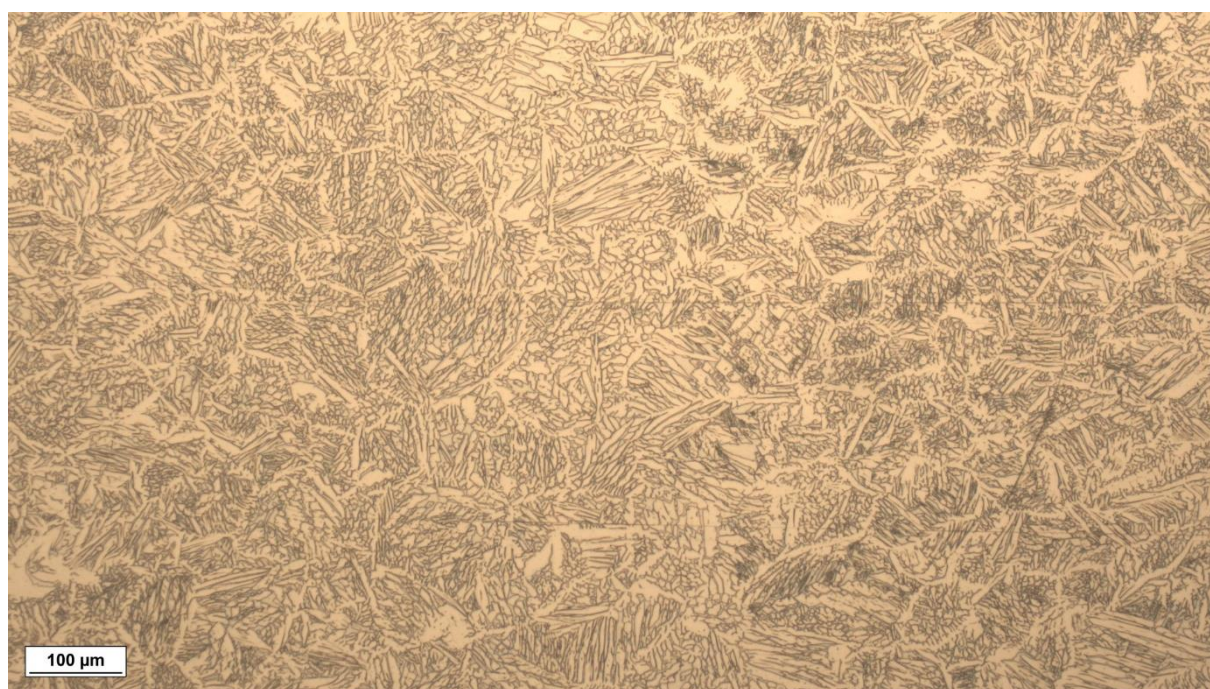
- [113] Silva LJ. Near-immersion active cooling for wire + arc additive manufacturing: from concept to application [doktorski rad]. Uberlândia (Brazil): Federal University of Uberlândia; 2019.
- [114] Badoniya P, Srivastava M, Jain PK. Effect of interlayer forced cooling strategies on wire arc additively manufactured SS 316L. *Materials Today Communications*. 2025;43:111758.
- [115] Ma C, Li C, Yan Y, Liu Y, Wu X, Li D, Han Y, Jin H, Zhang F. Investigation of the in-situ gas cooling of carbon steel during wire and arc additive manufacturing. *Journal of Manufacturing Processes*. 2021;67:461-77.
- [116] Li F, Chen S, Shi J, Zhao Y, Tian H. Thermoelectric Cooling-Aided Bead Geometry Regulation in Wire and Arc-Based Additive Manufacturing of Thin-Walled Structures. *Applied Sciences*. 2018;8(2):207.
- [117] Sun J, Liu L, Zhang L, Hong J, Liu F, Wang D, Zhou F, Yang Y. Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Wire Arc Additively Manufactured DSS2209 Duplex Stainless Steel. *Materials*. 2025;18(17):4066.

PRILOG 1

MIKROSTRUKTURA MATERIJALA SNIMLJENA OPTIČKIM MIKROSKOPOM



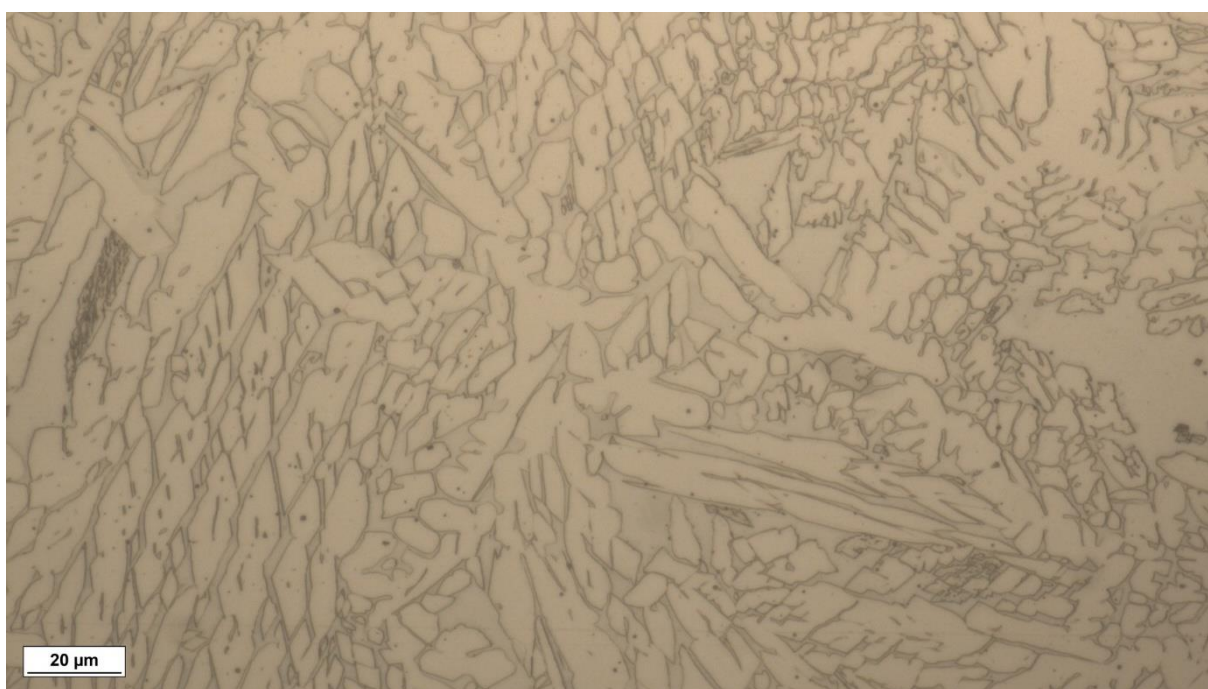
Mikrostruktura uzorka 1 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 50×



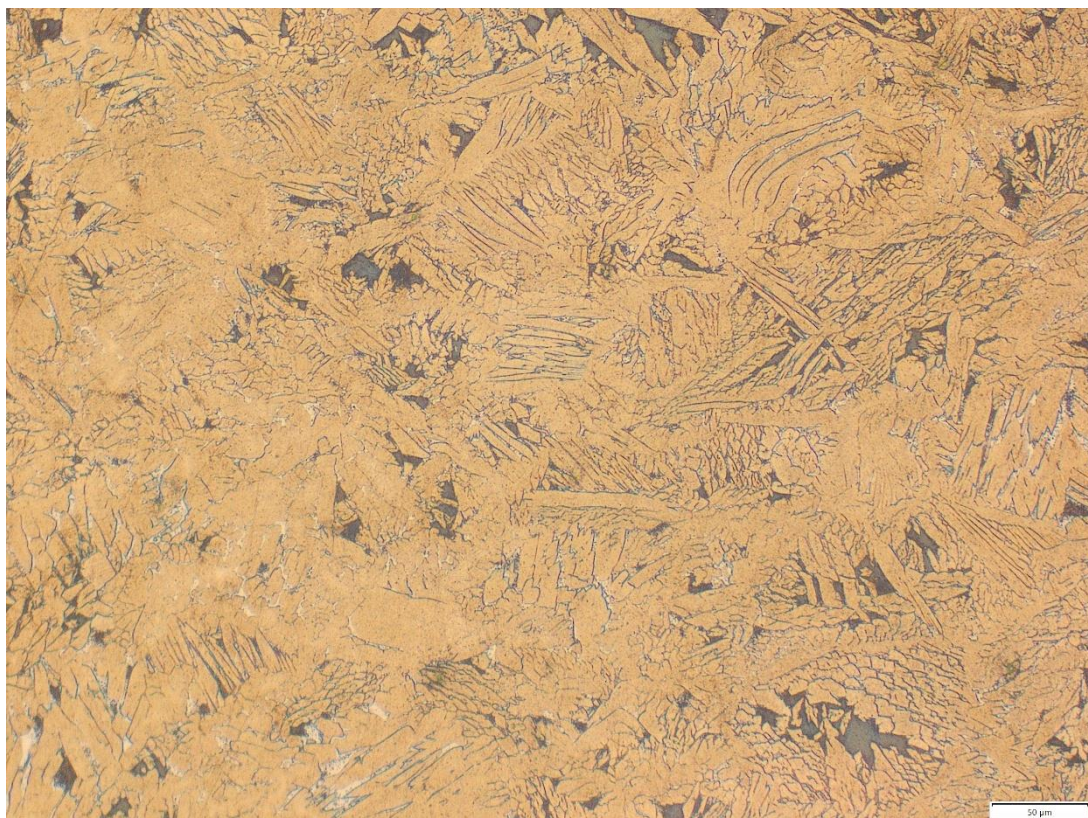
Mikrostruktura uzorka 1 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 100×



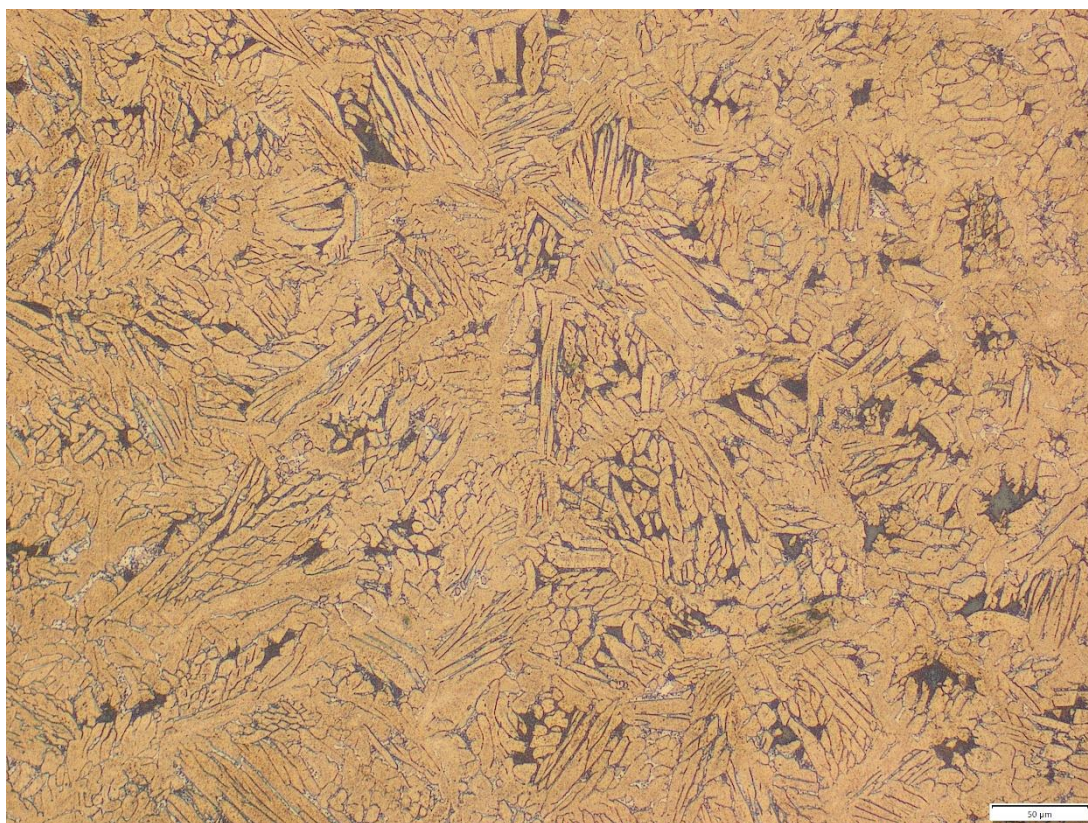
Mikrostruktura uzorka 1 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 200×



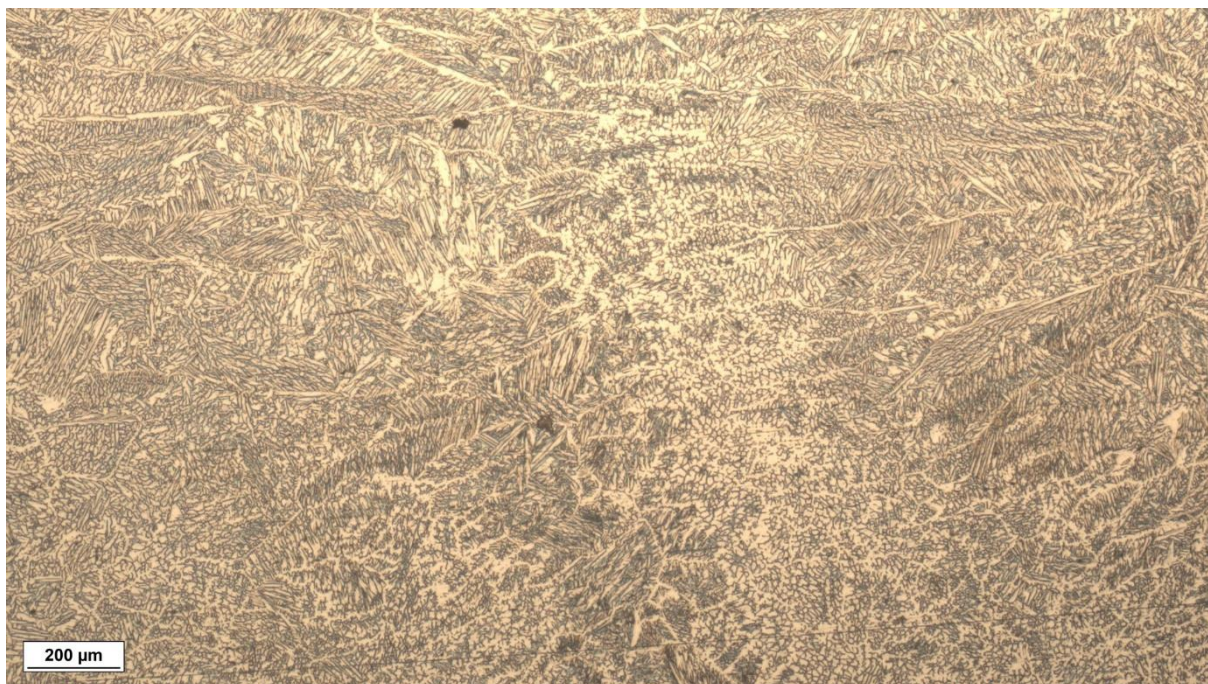
Mikrostruktura uzorka 1 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 500×



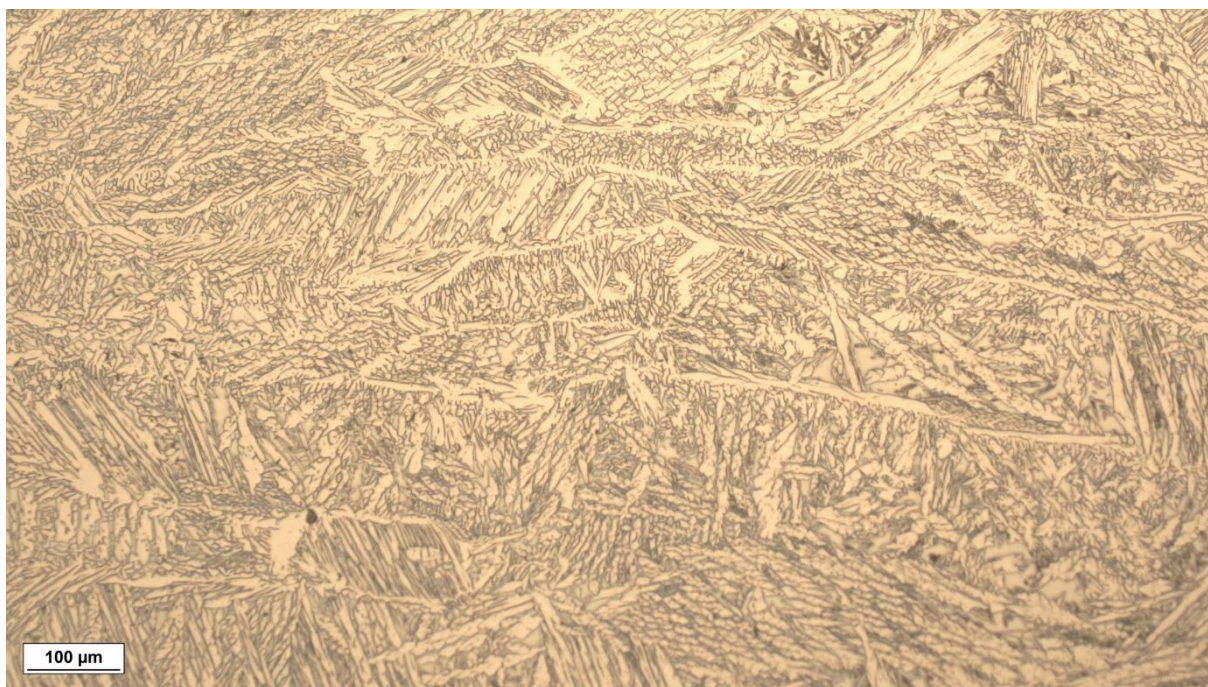
Mikrostruktura uzorka 1 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 200×



Mikrostruktura uzorka 1 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 200×



Mikrostruktura uzorka 3 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 50×



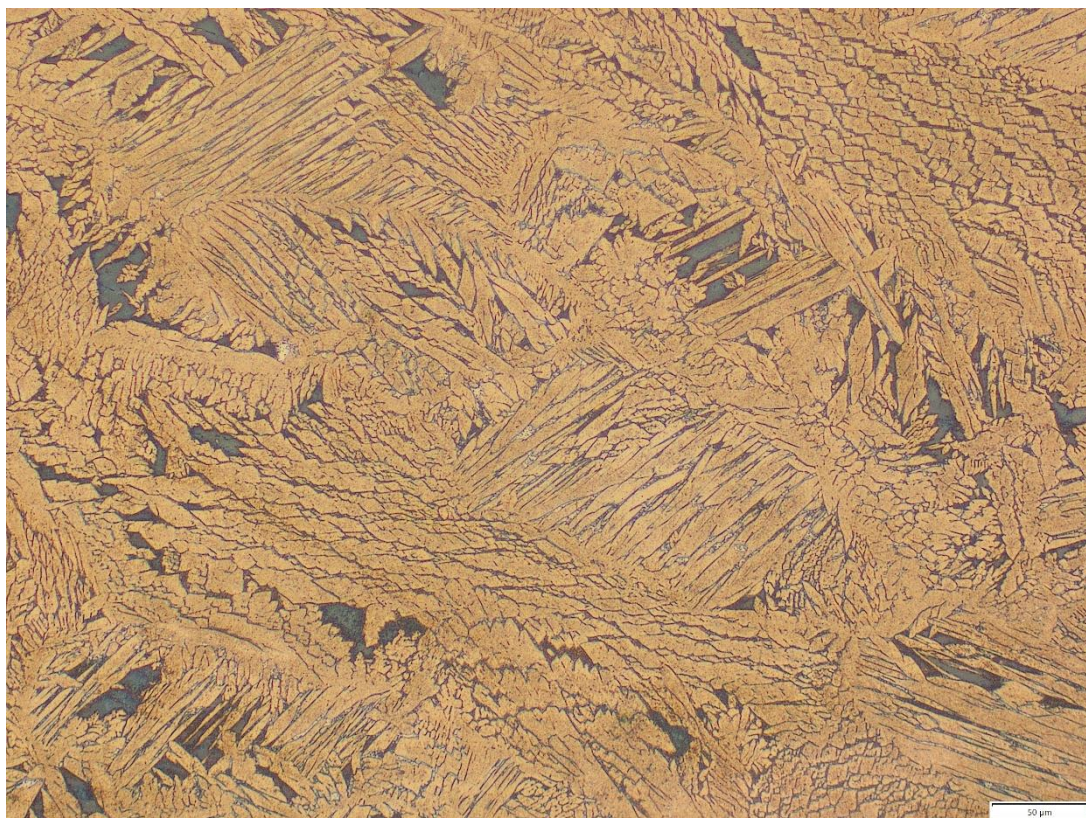
Mikrostruktura uzorka 3 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 100×



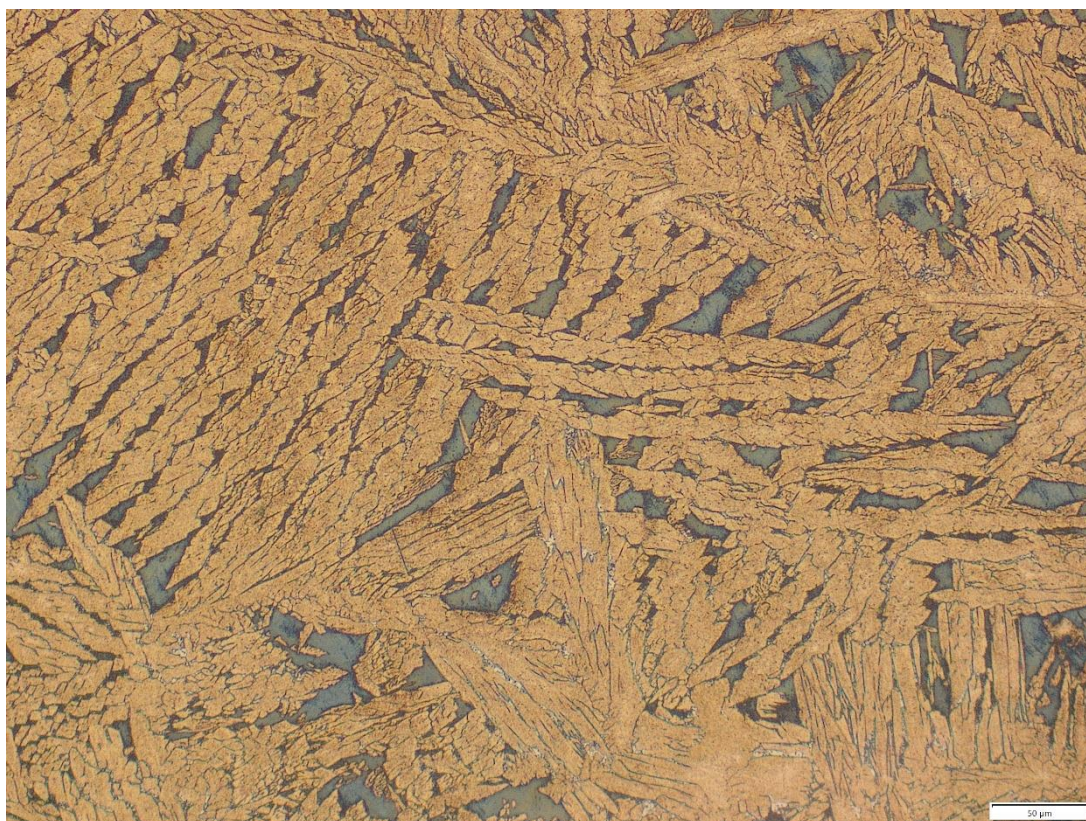
Mikrostruktura uzorka 3 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 200×



Mikrostruktura uzorka 3 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 500×



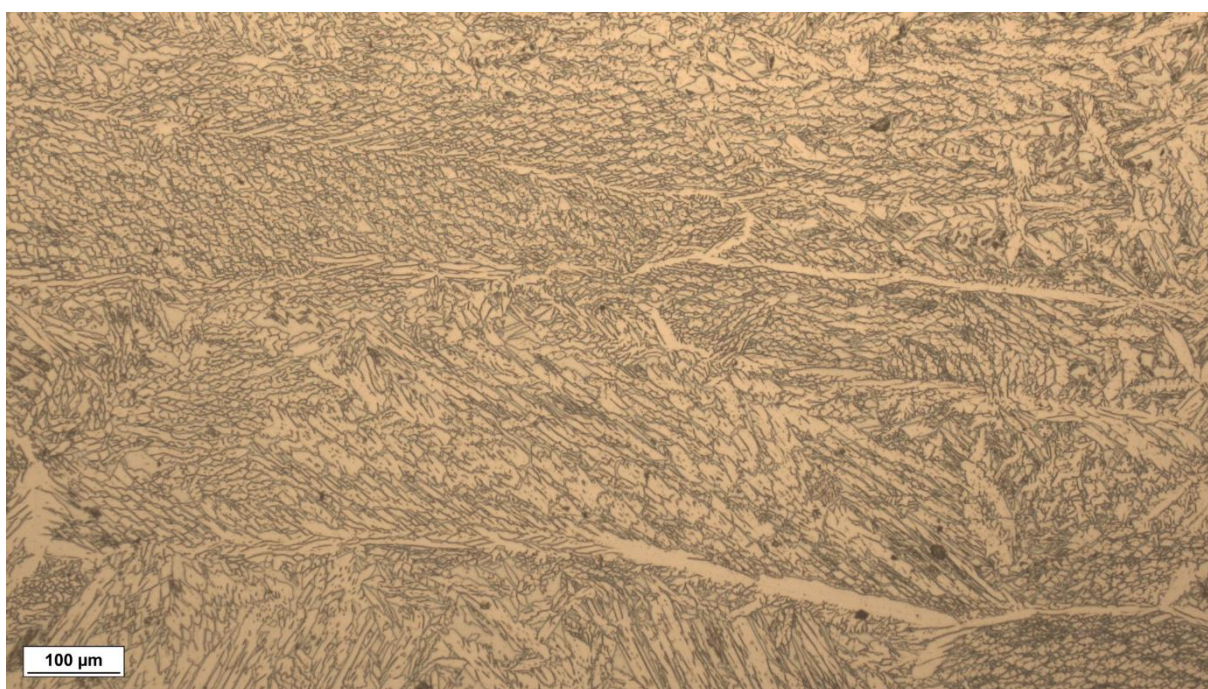
Mikrostruktura uzorka 3 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 200×



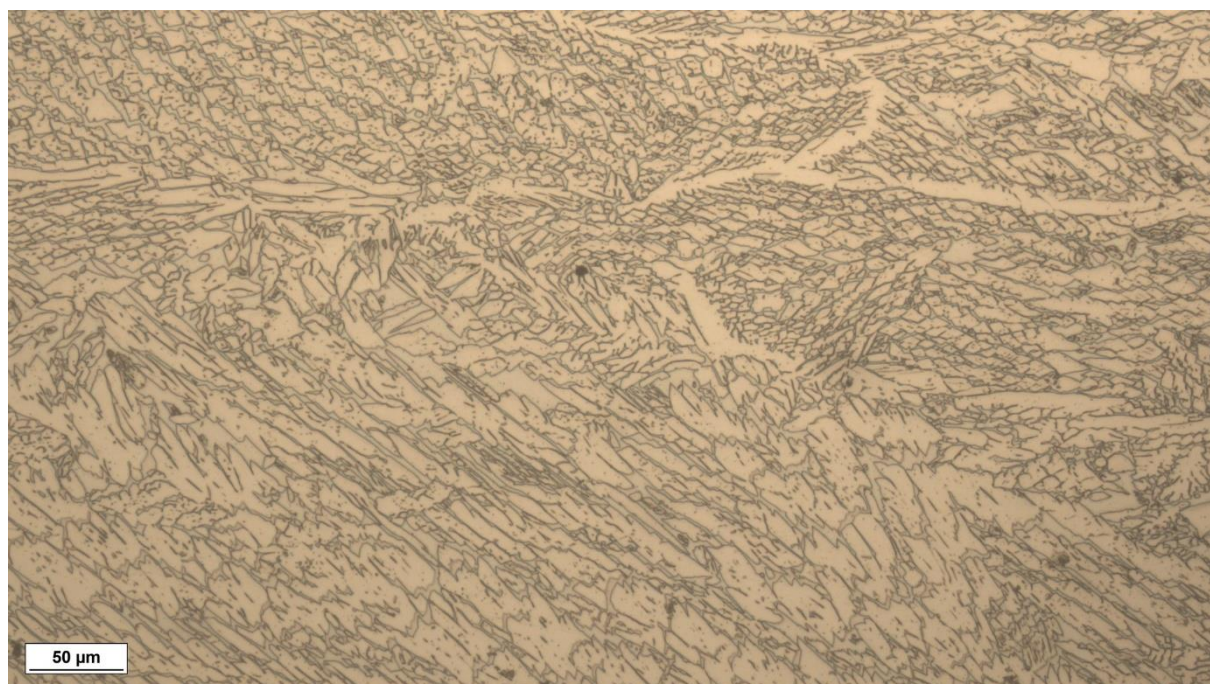
Mikrostruktura uzorka 3 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 200×



Mikrostruktura uzorka 2 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 50×



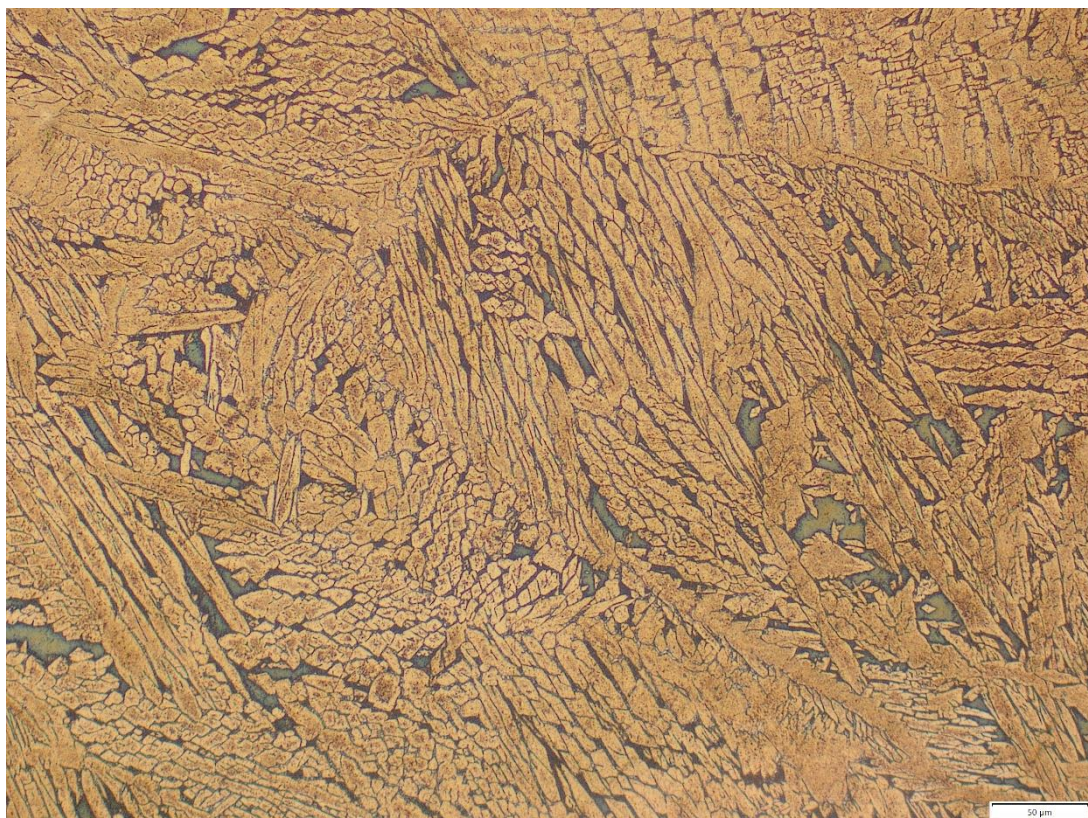
Mikrostruktura uzorka 2 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 100×



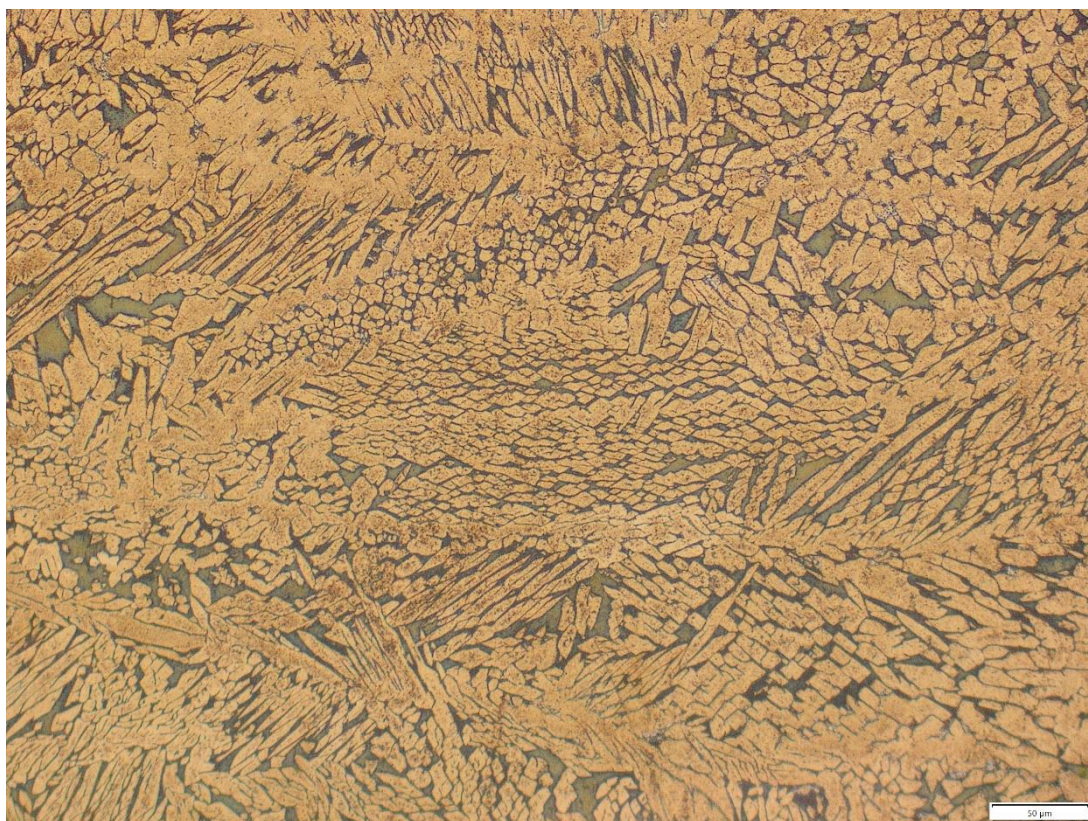
Mikrostruktura uzorka 2 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 200×



Mikrostruktura uzorka 2 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 500×



Mikrostruktura uzorka 2 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 200×



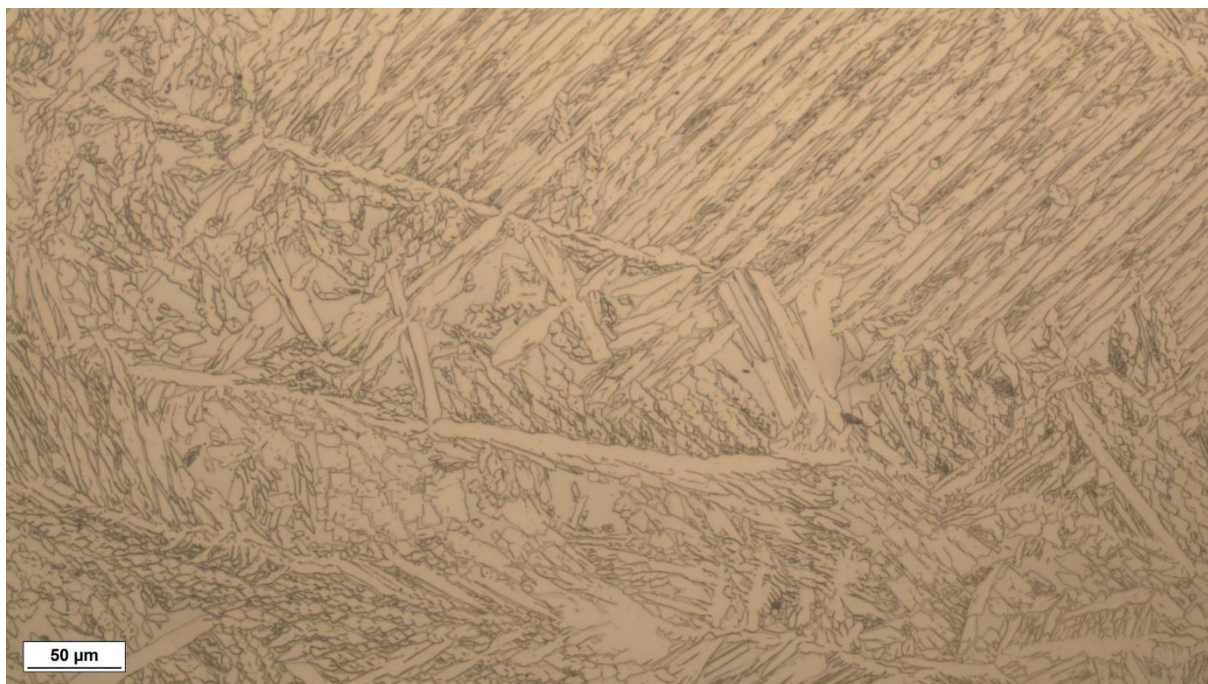
Mikrostruktura uzorka 2 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 200×



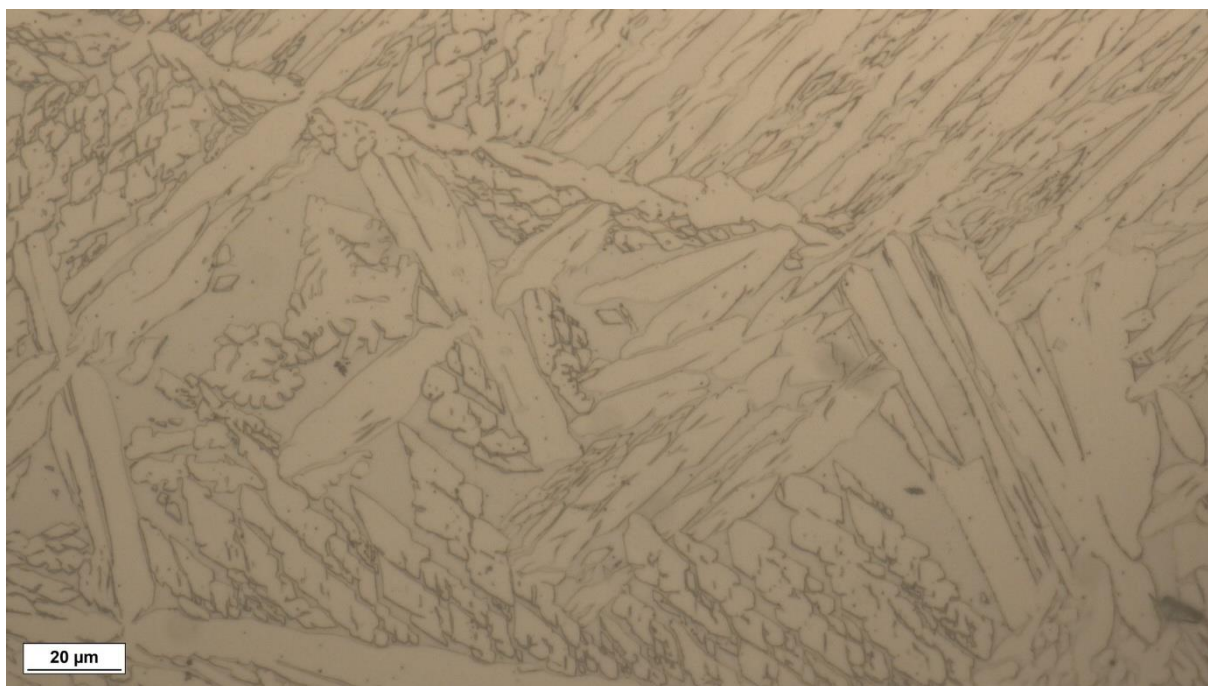
Mikrostruktura uzorka 4 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 50×



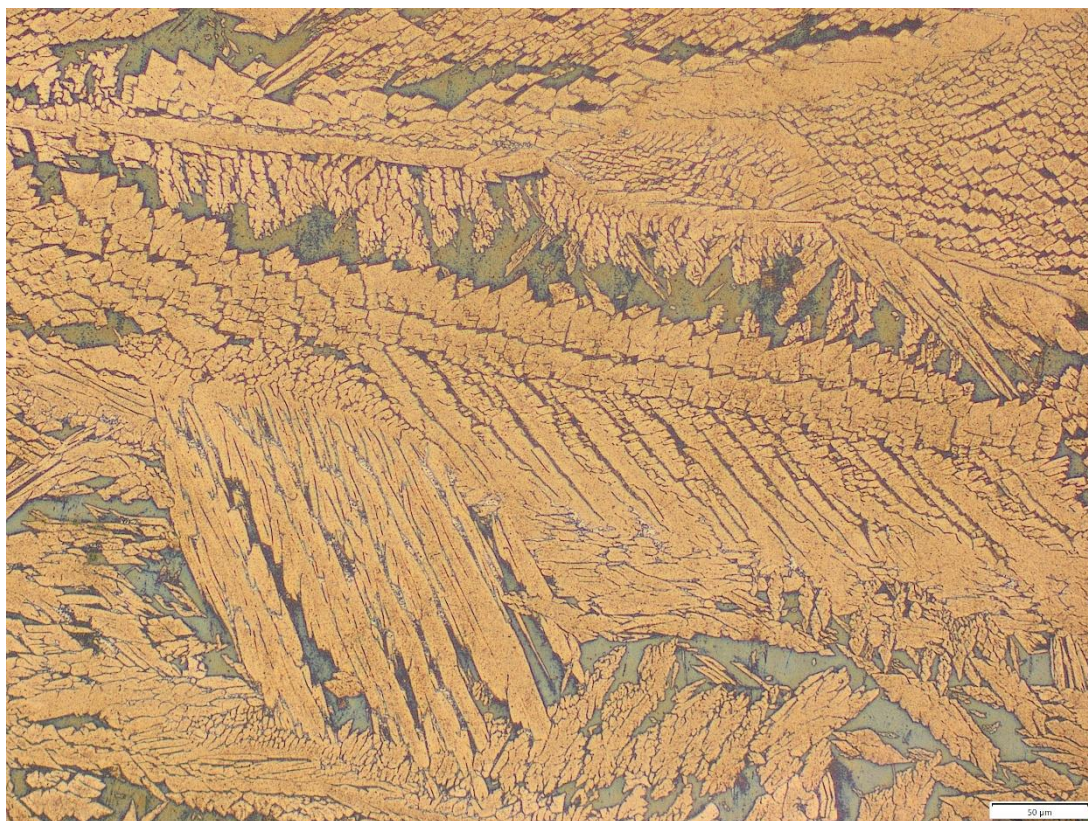
Mikrostruktura uzorka 4 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 100×



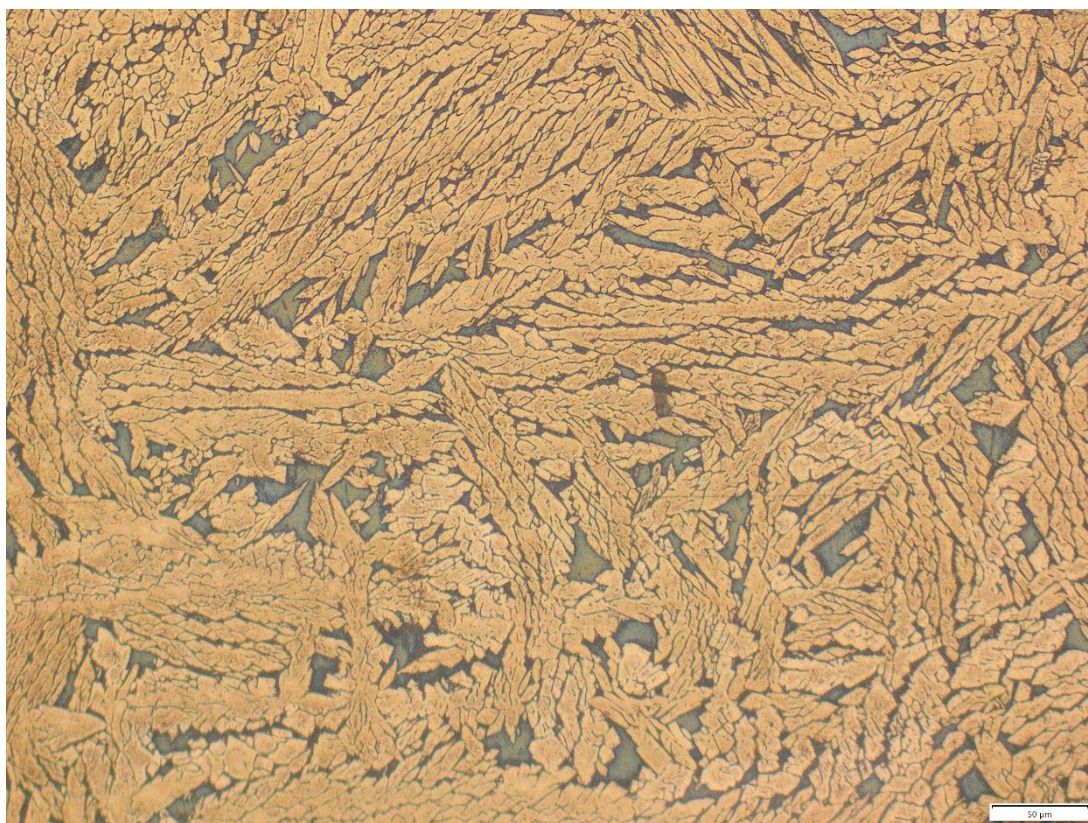
Mikrostruktura uzorka 4 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 200×



Mikrostruktura uzorka 4 nagriženog oksalnom kiselinom, povećanje 500×



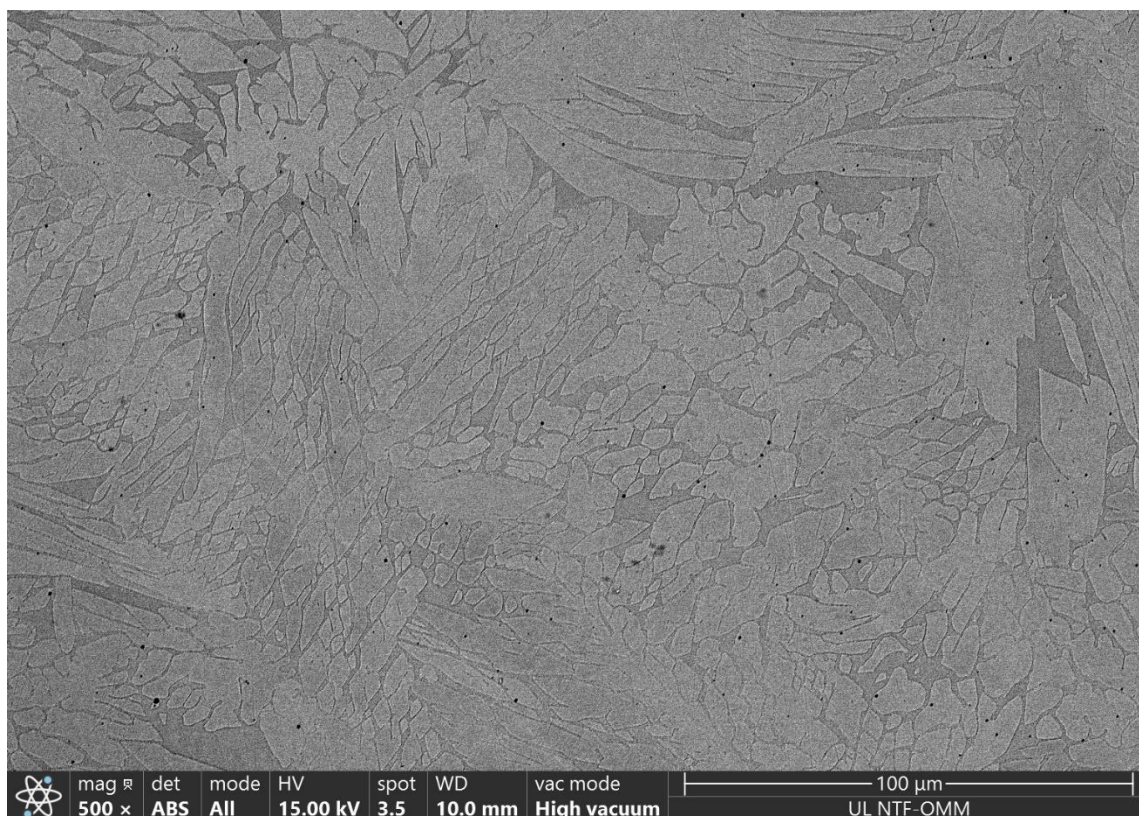
Mikrostruktura uzorka 4 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 200×



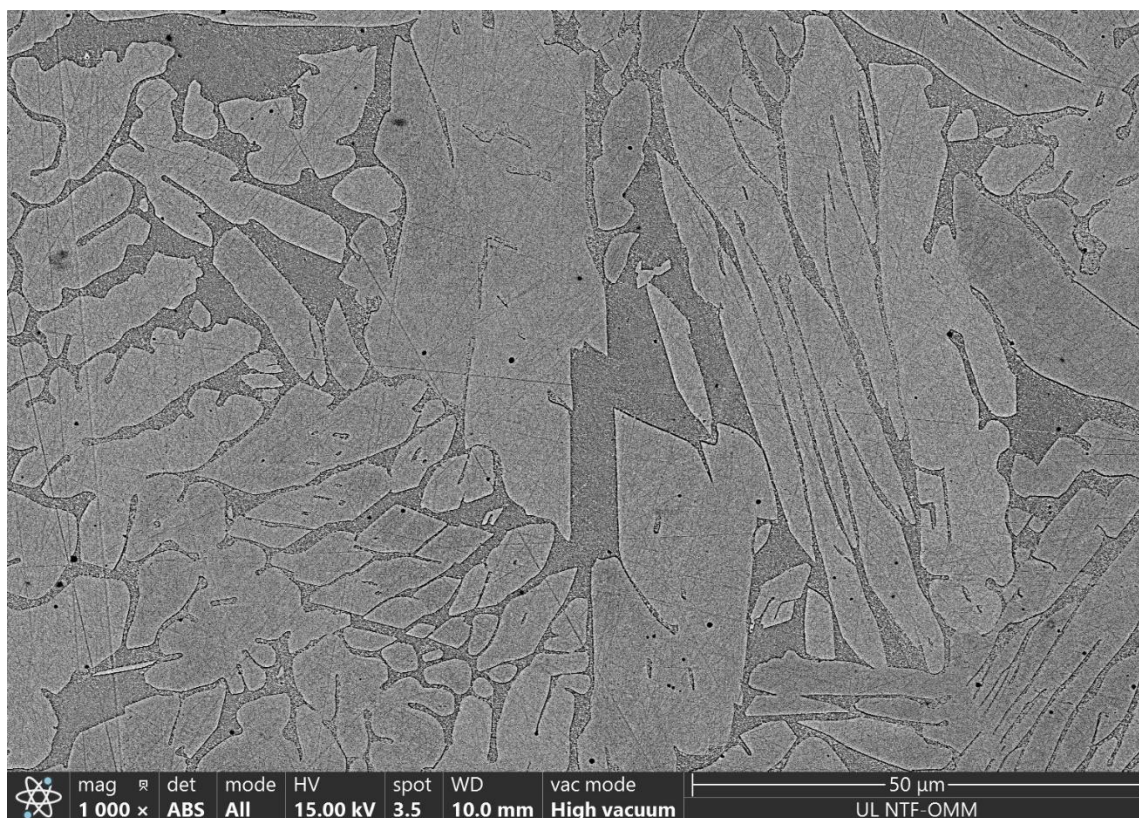
Mikrostruktura uzorka 4 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 200×

PRILOG 2

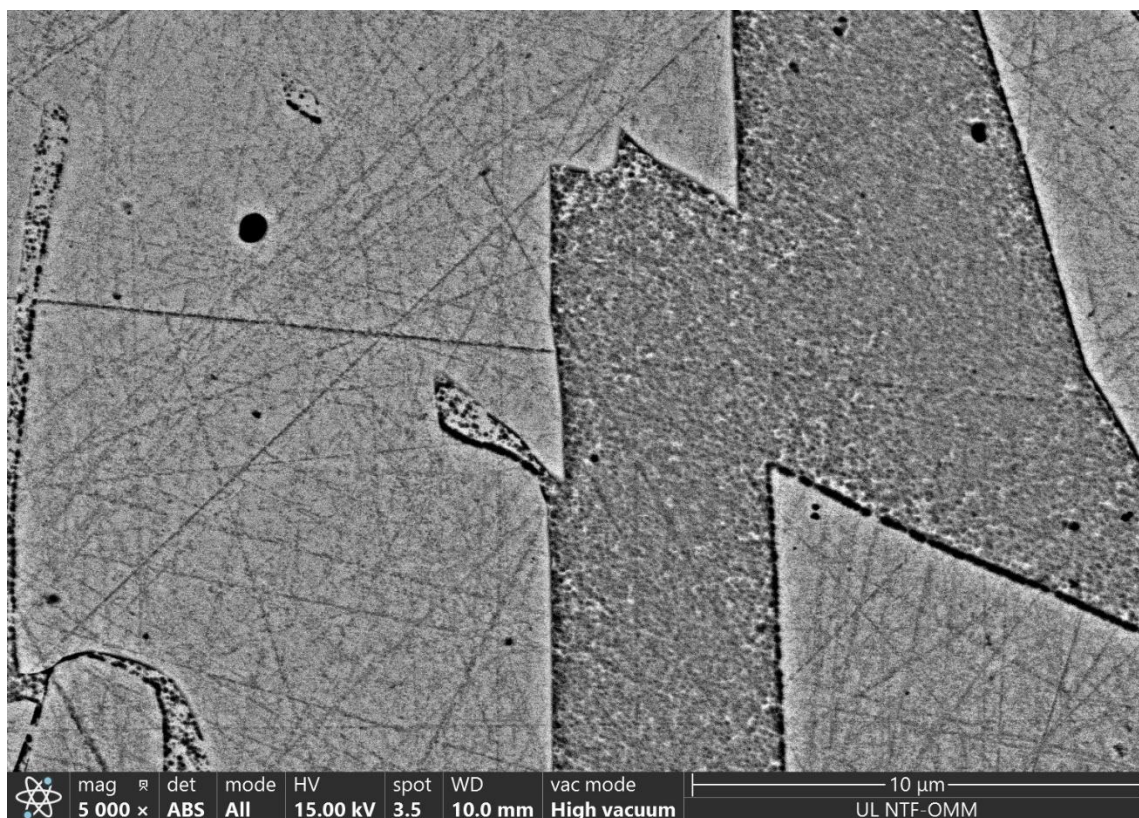
MIKROSTRUKTURA MATERIJALA SNIMLJENA PRETRAŽNIM ELEKTRONSKIM MIKROSKOPOM



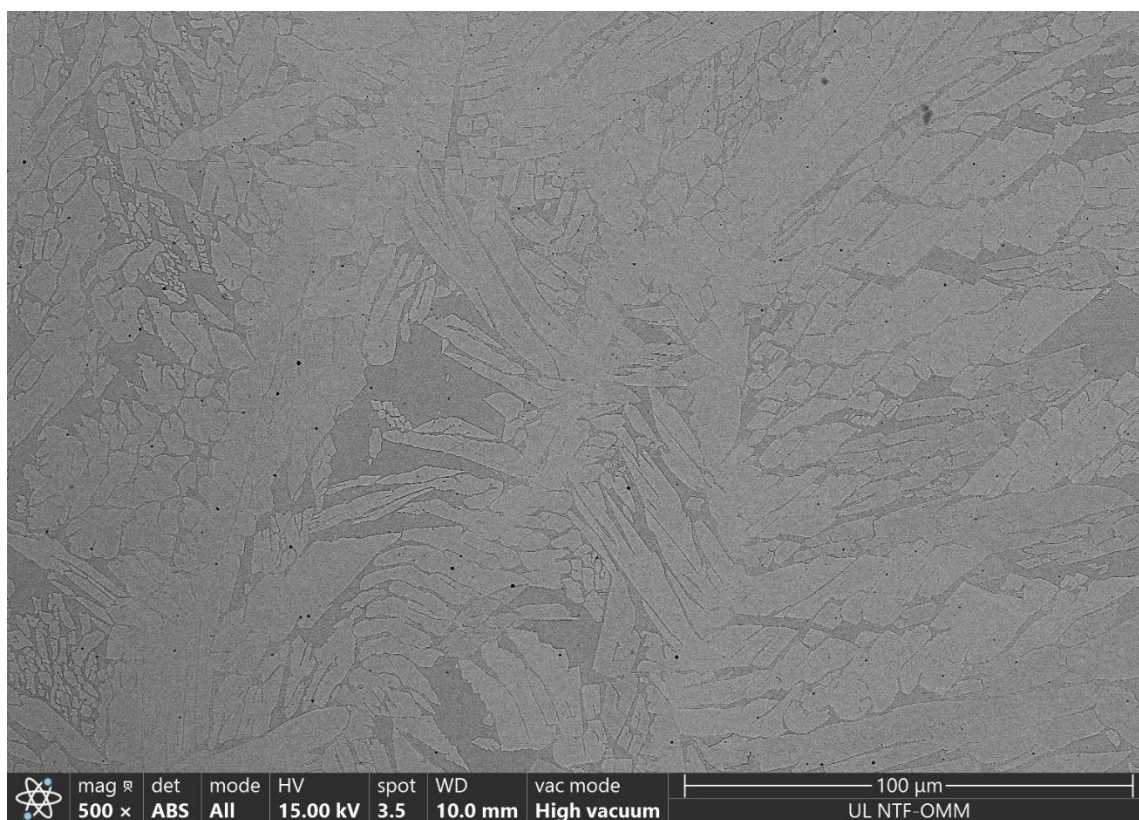
Mikrostruktura uzorka 1 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 500×



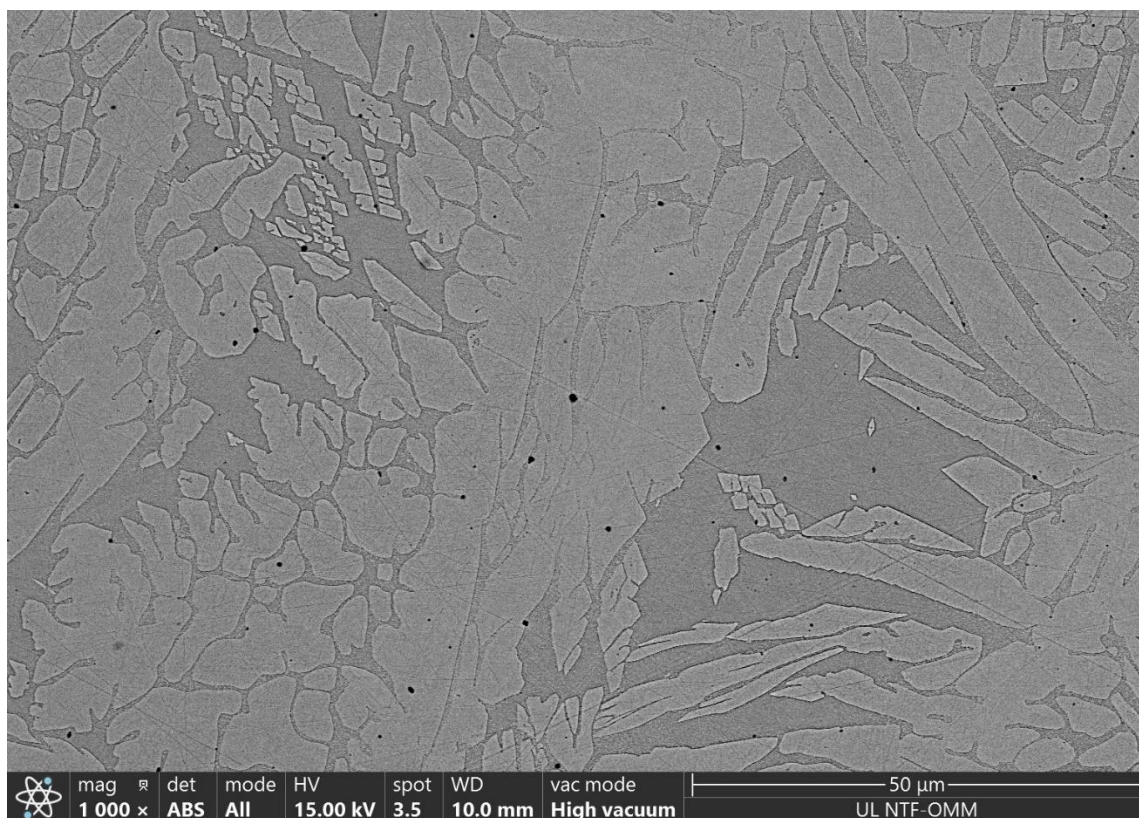
Mikrostruktura uzorka 1 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 1000×



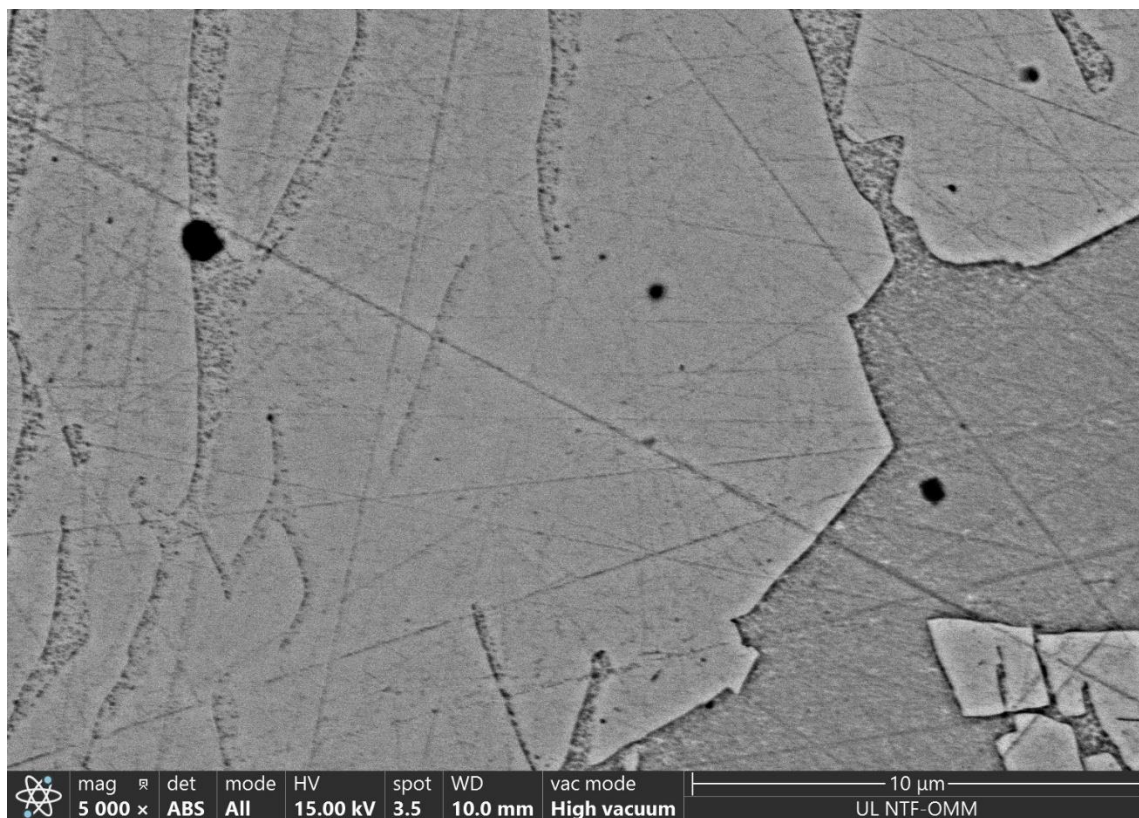
Mikrostruktura uzorka 1 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 5000×



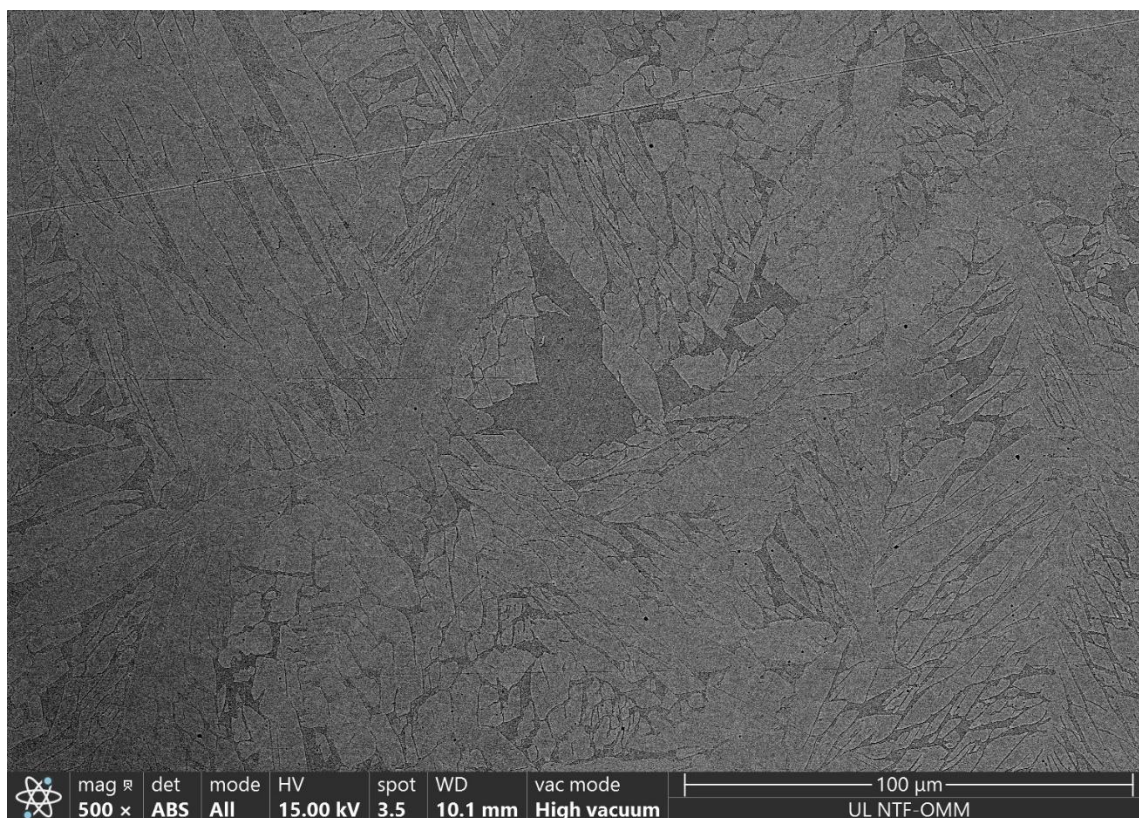
Mikrostruktura uzorka 3 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 500×



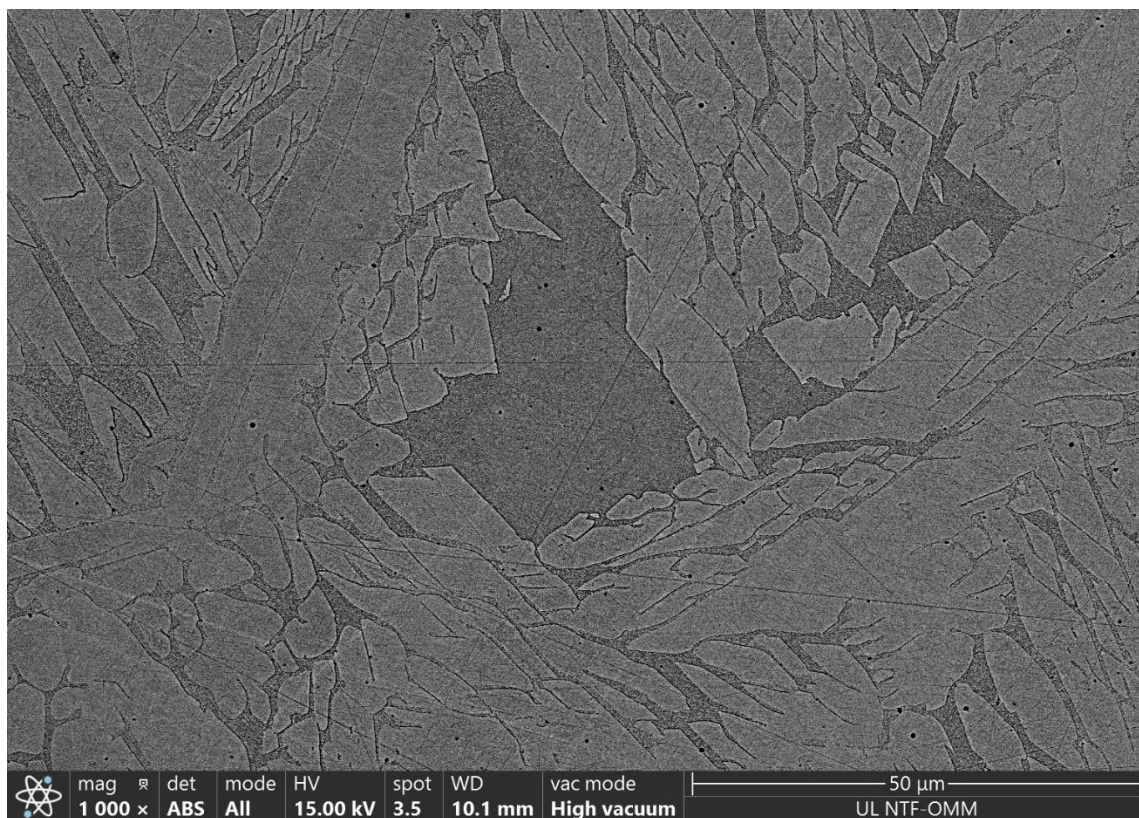
Mikrostruktura uzorka 3 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 1000×



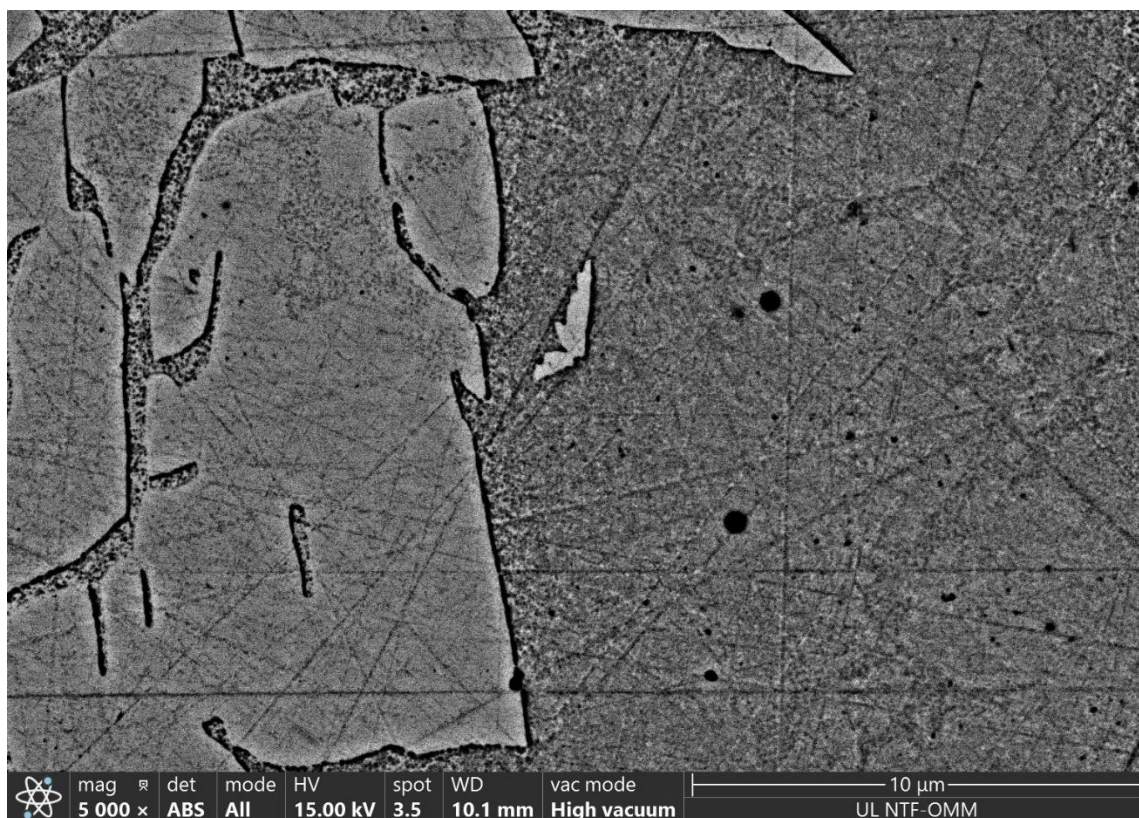
Mikrostruktura uzorka 3 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 5000×



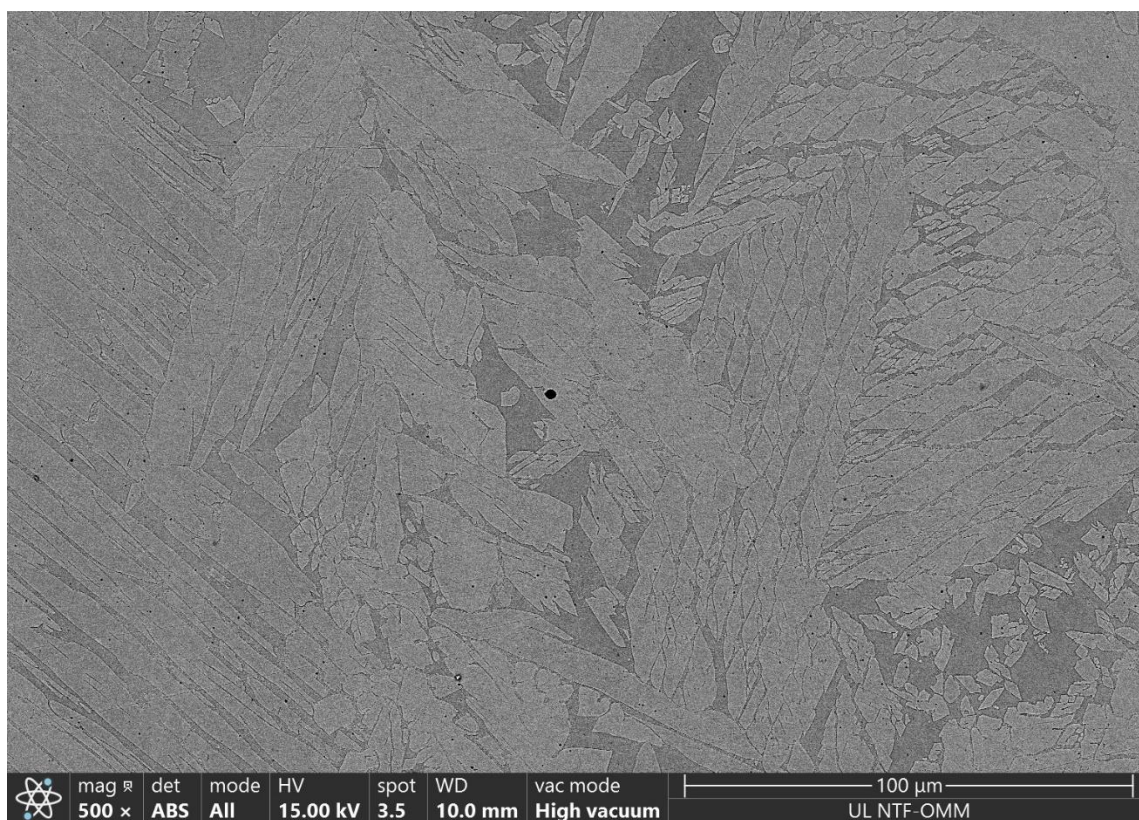
Mikrostruktura uzorka 2 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 500×



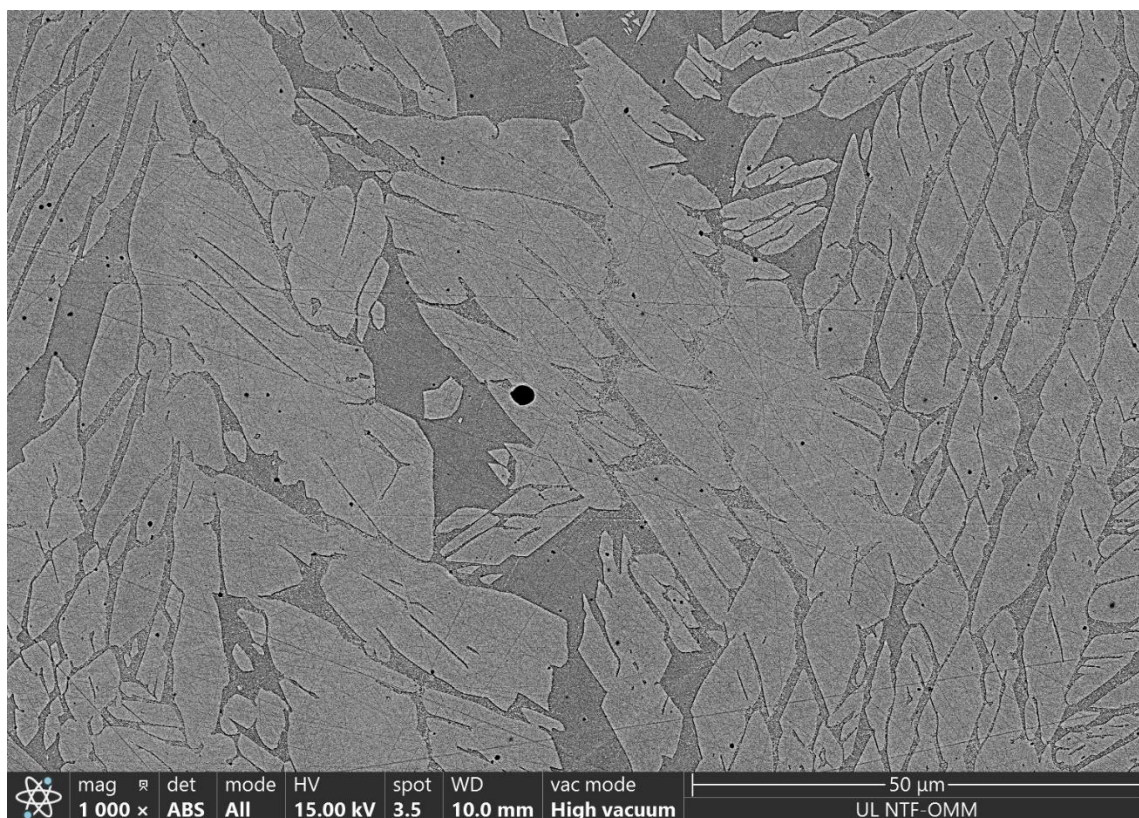
Mikrostruktura uzorka 2 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 1000×



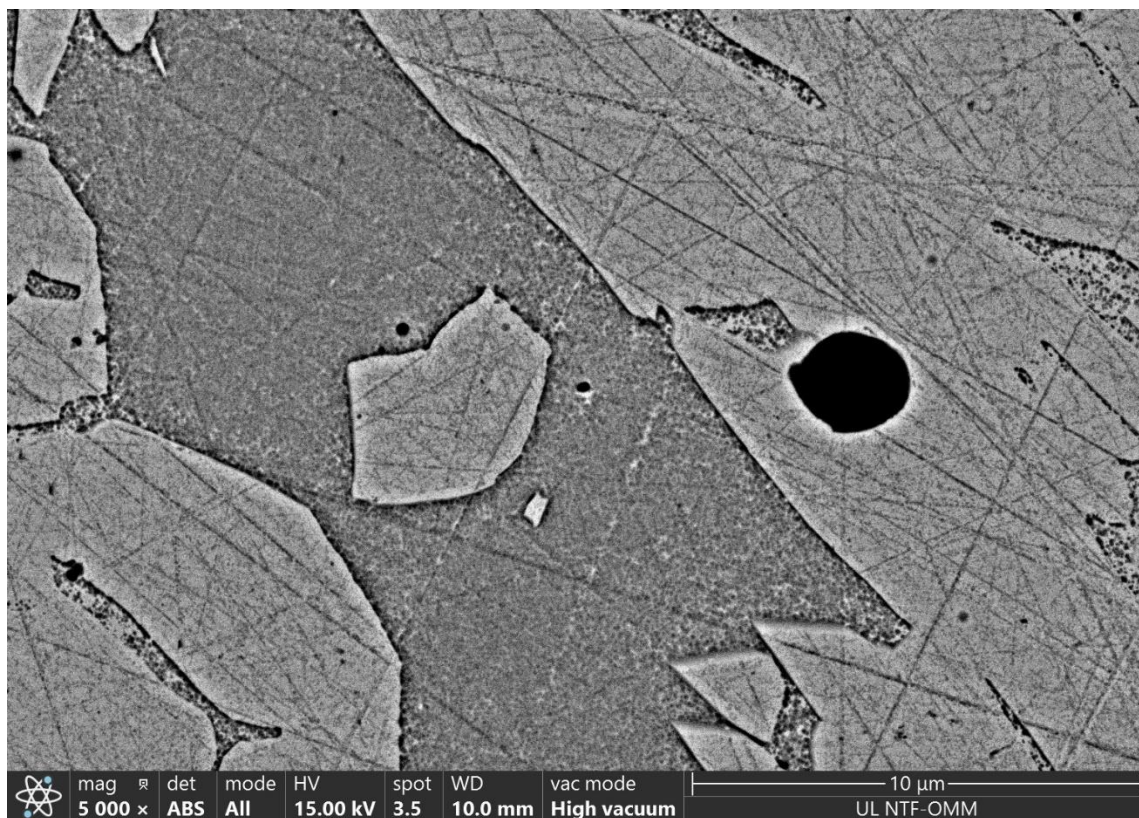
Mikrostruktura uzorka 2 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 5000×



Mikrostruktura uzorka 4 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 500×



Mikrostruktura uzorka 4 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 1000×



Mikrostruktura uzorka 4 nagriženog Berahinim reagensom, povećanje 5000×