

УНИВЕРЗИТЕТ У БЕОГРАДУ
ТЕХНОЛОШКО - МЕТАЛУРШКИ ФАКУЛТЕТ

Мр Марија М. Димитријевић

**МОРФОЛОШКА АНАЛИЗА
ОШТЕЋЕЊА ВАТРОСТАЛНИХ
МАТЕРИЈАЛА ИЗЛОЖЕНИХ
ТЕРМОШОКУ**

Докторска дисертација

Београд, 2013

UNIVERSITY OF BELGRADE
FACULTY OF TECHNOLOGY AND METALLURGY

Mr Marija M. Dimitrijević

**MORPHOLOGICAL ANALYSIS OF
REFRACTORIES EXPOSED TO
DAMAGE THERMAL SHOCK**

Doctoral dissertation

Belgrade, 2013

Ментор:

Др Радмила Јанчић Heinemann, ванредни професор
Универзитет у Београду, Технолошко - металуршки факултет

Комисија:

Др Татјана Волков Хусовић, редовни професор
Универзитет у Београду, Технолошко - металуршки факултет

Др Драган Митраковић, редовни професор
Универзитет у Београду, Технолошко - металуршки факултет

Др Бранко Матовић, научни саветник
Универзитет у Београду, Институт за нуклеарне науке „Винча“

Др Марко Ракин, ванредни професор
Универзитет у Београду, Технолошко - металуршки факултет

Др Радослав Алексић, редовни професор
Универзитет у Београду, Технолошко - металуршки факултет

Кандидат:

Мр Марија Димитријевић, дипл.инж. технологије

Датум одбране дисертације: _____

Захвалница

Ова докторска дисертација урађена је на Катедри за конструкционе материјале Технолошко - металуршког факултета у Београду под руководством Др Радмиле Јанчић - Хајнеман, вандредног професора Технолошко - металуршког факултета Универзитета у Београду.

Желела бих да се посебно захвалим ментору др Радмили Јанчић - Хајнеман на указаној помоћи и подрици приликом израде ове докторске дисертације.

Захваљујем се свим члановима комисије на пруженој помоћи и сугестијама приликом писања текста докторске дисертације.

Др Татјани Волков – Хусовић која је са огромним стрпљењем учествовала у писању завршне форме рада желим да се захвалим на веома корисним сугестијама и подрици.

Др Драгану Митраковићу на уложеном труду приликом писања текста и на корисним примедбама.

За синтезу узорака коришћена је опрема Лабораторије за материјале института у Винчи па посебну захвалност дугујем др Бранку Матовићу на сарадњи током експеримената и на корисним саветима током писања рада.

Др Марку Ракину на могућности да се у раду користи програм за израду модела који је омогућио да се изврше додатна испитивања као и на примедбама током писања рада.

Др Радославу Алексићу на коментарима током писања докторске дисертације.

Такође се захваљујем колегама др Милици Пошарац - Марковић, др Маји Гајић - Квашичев и др Александру Девечерском из Института за нуклеарне науке "Винча", као и колегама др Ђорђу Вељовићу, др Милораду Зрилићу, др Бојану Међу, Наташи Томић, са Технолошко - металуршког факултета у Београду, на помоћи у раду.

Посебно се захваљујем својим члановима породице на подршци током израде ове докторске дисертације,

Захваљујем се Министарству за науку и технолошки развој преко кога сам ангажована на пројекту "Развој опрема и процеса добијања полимерних композитних материјала са унапред дефинисаним функционалним својствима" под бројем TP3401.

Mr Марија Димитријевић

Назив докторске дисертације: Морфолошка анализа оштећења ватросталних материјала изложених термошоку

Резиме

Најважнија својства ватросталних материјала јесу ватросталност, радна температура и термичка стабилност. Да би се побољшала физичка и механичка својства ватросталних материјала базираних на алуминијум оксиду, алуминијум оксидна влакна су додата у малим количинама према познатом саставу ватросталног материјала.

Термичка стабилност узорака на бази алуминијум оксида одређивана је коришћењем стандардне лабораторијске процедуре (*SRPS B. D8. 319*). Анализа слике коришћена је за мерење расподеле дужине и пречника влакана, хомогености влакана у матрици, одређивање удела порозности материјала и мерење и карактерисање површинског оштећења током испитивања термичке стабилности. Скенирајућа електронска микроскопија коришћена је за поређење микроструктуре узорака као и за утврђивање удела порозности у узорцима.

Стандарно испитивање компресијом коришћено је за одређивање притисне чврстоће и Јунговог модула еластичности. Резултати добијени на основу термошока и механичких мерења употребљени су за успостављање модела регресионе анализе која је корелисана са својствима узорака и процесним параметрима.

Облици површинских оштећења посматрани су у зависности од броја циклуса излагања термошоку. Параметри облика одређени су алатима за анализу слике. Утицај услова припреме узорака на морфологију оштећења површине узорака је проучаван коришћењем статистичке методе анализе главних компоненти. Показано је да се морфолошки параметри оштећења веома разликују према саставу и условима припреме керамичких материјала.

Напонско стање у узорку са упрошћеним обликом оштећења симулирано је методом коначних елемената (МКЕ) и испитан је утицај облика оштећења на заостали напон у узорцима који су изложени термошоку. Анализа је показала да

су површинска оштећења имала тенденцију да се шире по површини узорака пре него у дубину узорака. То је објаснило морфологију оштећења и начин њиховог простирања која су у складу са експерименталним запажањима.

Кључне речи: композити, алуминијум оксидна влакна, анализа слике, термостабилност, електронска микроскопија, метода коначних елемената, анализа главних компоненти

Научна област: Хемија и хемијска технологија

УДК број: 669.018.44

Doctoral Dissertation Title: Morphological analysis of damage on refractories exposed to thermal shock

Resume

The most important properties usually determined for refractories are refractoreness, working temperature and thermal stability. In order to improve the physical and mechanical properties of alumina based refractories, alumina fibers were added in small amount to the known refractory composition.

Image analysis was used to measure the fiber lengths distribution, homogeneity of fiber distribution in the matrix and finally the measurement during thermal stability testing. Image analysis tools were used for deterioration monitoring of samples before, during and after each cycle of water quench test.

Thermal stability of the alumina based samples was measured using standard laboratory procedure (*SRPS B. D8. 319*), water quench test. Mechanical characteristics such as strength, dynamic modulus of elasticity resulting from resonance frequency measurements, as well as ultrasonic velocity were considered.

SEM technique was used to compare the microstructure of specimens and the observed images gave the porosity in the specimens. Standard compression test was used to determine the modulus of elasticity and compression strength. Results obtained from thermal shock testing and mechanical properties measurements were used to establish regression models that correlated specimen properties to process parameters.

Surface defects were monitored using image analysis tools. Their size and other morphological parameters were measured using standard image analysis procedures. The influence of preparation conditions on the surface defects morphology was studied using principle component analysis. It was shown that morphological parameters of defects vary corresponding to the composition and preparation conditions of ceramic material.

The stress state of the samples with simplified damage shapes was simulated by the finite element method (FEM) and the influence of the surface damage geometry on the stress in the sample was examined. The analysis revealed that the surface defects tend to spread on the surface of the specimen instead of increasing their depth. This

explained the morphology of defects and the way of propagation of the damage that were in accordance with experimental observations

Keywords: composites, alumina fibers, image analysis, thermostability, electron microscopy, finite element method, principal component analysis

Scientific field: Chemistry and chemical technology

UDK number: 669.018.44

Садржај

Увод	1
ТЕОРИЈСКИ ДЕО	4
1. Керамички ватростални материјали	4
1.1 Ватростални материјали – општи појмови	5
1.1.1 Алумосиликатни ватростални материјали	6
2. Композитни материјали	12
2.1 Влакнима ојачани композити	14
2.2 Фактори побољшања својстава композита	17
2.3 Разарање у композитима који су ојачани влакнима.....	19
3. Методе испитивања ватросталних материјала	22
3.1 Термостабилност ватросталних материјала.....	22
3.1.1 Ипитивање термостабилности стандардном методом наглог хлађења..	23
4. Карактеристике облика оштећења - морфологија.....	26
4.1 Дефинисање параметара облика	27
4.2 Фрактали и фрактална димензија	37
4.2.2. Фрактална димензија.....	38
5. Основни појмови везани за анализу слике.....	47
5.1 Дигитална слика	47
5.2 Приказ слике	48
5.2.1 Бинарне слике	49
5.2.2 Слике у сивој скали	50
5.2.3 Слике у боји	50
5.3 Пиксел.....	51
5.4 Резолуција слике.....	53
5.5 Историјат анализе слике	54
6. Методе обликовања узорака и синтеровање.....	56
6.1 Обликовање керамичких тела пресовањем прахова	56
6.2 Процес синтеровања.....	59
6.2.1 Класификација и процеси синтеровања	59
6.2.2 Процеси денсификације.....	60
6.2.3 Параметри значајни за процес синтеровања.....	60
6.2.4 Синтеровање у чврстој фази.....	61
7. Методе испитивања материјала	62

7.1	Механичка испитивања материјала	62
7.2	Микроскопске методе испитивања	64
7.2.1	Скенинг електронска микроскопија	65
7.3	Рендгенска анализа керамичких материјала	67
8.	Методе препознавања облика	69
8.1	Редукција димензија коришћењем анализе главних компоненти (РСА анализа)	71
8.1.1	Математички апарат за реализацију <i>РСА</i>	74
8.2	Дискриминантна анализа	76
9.	Математичко моделовање анализе простирања топлоте током термошока.....	79
9.1	Одређивање расподеле температуре и напрезања у ватросталном узорку изложеном термошоку	79
9.1.1	Нестационарни пренос топлоте – општи појмови.....	80
9.1.2	Одређивање расподеле температуре и напона у узорку.....	83
9.1.3	Одређивање збирног коефицијента преноса топлоте (<i>h</i>).....	88
	Холманова једначина	88
9.2	Метода коначних елемената	90
	ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИ ДЕО	93
10.	Минеролошка анализа сировина за израду узорака.....	94
10.1	Боксит	94
10.2	Шамот	96
10.3	Глина.....	97
10.4	Влакна за ојачавање.....	99
11.	Одређивање расподеле дужина и пречника влакана.....	101
12.	Синтеза узорака	104
13.	СЕМ испитивања припремљених материјала.....	106
14.	Одређивање удела порозности узорака.....	107
15.	Механичка и морфолошка својства (облик и удео пора) у зависности од удела влакана и услова припреме	109
16.	Испитивање отпорности узорака на нагле промене температуре (термошок).....	118
17.	Мултиваријантна анализа параметара оштећења.....	123
17.1	Анализа главних компоненти (РСА анализа)	123
17.2	Дискриминантна анализа.....	130
18.	Примена методе коначних елемената на прорачун напона у материјалу изложеном термошоку	134
18.1	Утицај облика оштећења узорака на концентрацију заосталих напона....	134
18.2	Утицај пора на механичка својства материјала	146

Закључак.....	149
Прилог А.....	153
Одређивање расподеле и дужине влакана анализом слике.....	153
Прилог Б.....	156
Одређивање површинског оштећења узорака.....	156
Литература.....	161

Увод

Композитни материјали, који се користе већ хиљадама година, настају везивањем два или више различитих материјала. Полазни материјали имају међусобно различита својства, али њиховим везивањем настаје нов материјал другачијих својстава у односу на саставне компоненте. Циљ је да се побољшају термичке, хемијске, механичке и друге карактеристике појединачних материјала.

Компоненте се међусобно не мешају нити растварају, тако да се унутар композита могу јасно разликовати две или више фаза. Компоненте композита могу да буду различити материјали: неметали, керамике, полимери, метали. Од њихових својстава, заступљености, расподеле и везивања зависе својства новог материјала.

Композитни материјали којима су побољшана својства имају широку примену. Користе се у авиоиндустрији, аутомобилској и електро индустрији, медицини, грађевинарству итд. Главни фактор који ограничава велику примену композитних материјала је њихова релативно висока цена.

Композити са керамичком матрицом (*CMCs*) комбинују ојачавајуће керамичке фазе са керамичком матрицом да би се добили материјали са новим и бољим својствима. У композитима са керамичком матрицом, примарни циљ ојачања је да обезбеди жилавост. Пожељне карактеристике, композитима са керамичком матрицом, укључују високо – температурну стабилност, велику отпорност на термошок, високу чврстоћу, високу отпорност на корозију, малу тежину, немагнетне и непроводне особине и многостраност у обезбеђивању јединствених инжењерских решења. Кључне баријере у широкој примени композита са керамичком матрицом укључују недостатак спецификација, база података, висока цена.

Керамичка ојачања расположива су у различитим облицима. Раније керамички композити су користили дисконтинуално ојачања. Неки од обичнијих дисконтинуалних ојачања укључују вискерсе, плочице и честице које имају састав од силицијум нитрида, силицијум карбида, алуминијум нитрида (Si_3N_4 , SiC , AlN), титан диборида, бор карбида и бор нитрида. Од њих, силицијум карбид (SiC) има

најширу примену због његове стабилности према широком опсегу керамичко оксидним и неоксидним матрицама. Дисконтинуална оксидно керамичка ојачања мање су коришћена због њихове некомпатибилности са већином обичних керамичких матрица.

Нови композити, који користе непрекидна влакна да боље оптимизују структурна својства, обично захтевају скупље процесе производње. Неки од непрекидних ојачања укључују стакло, мулит, алуминијум оксид, угљеник и SiC . Од њих, SiC је највише коришћен због његове мале густине, велике тврдоће, термичке стабилности и добре топлотне проводљивости. За примену на нижим температурама (< 1100 °C) или где је време излагања ограничено, мулитна влакна имају најширу употребу због њихове ниже цене. Некстел је уобичајено име за мулитно и алуминијум оксидно влакно. Непрекидна керамичка влакна су од већег интереса због њихове способности да обезбеде псеудоеластичне карактеристике према другим кртим керамичким материјалима.

Композити са керамичком матрицом атрактивни су кандидати за алате за сечење и структуралне примене услед њихових добрих термомеханичких својстава, високе оксидације и отпорности на термошок. Топлотна проводљивост, K , је важно својство у многим применама алуминијум оксидних керамика таквих као што су високо температурне структуралне компоненте, ватростални материјали за индустријску производњу стакла и метала, гасних горионика, алата за сечење и микроелектронско паковање [1].

Алуминијум оксид је веома важан керамички материјал који је широко коришћен као високо температурни и ватростални материјал отпоран на корозију. Услед његове хемијске издржљивости и отпорности на оксидацију постојао је велики интерес у развијању кристалних алуминијум оксидних филмова за њихову примену као отпорне заштитне превлаке на алатима машина за млевење и сечење ливеног гвожђа и ниско угљеничног челика. Познато је да алуминијум оксид постоји у неколико структура као што су γ -, η -, θ -, δ - и κ - фазе. Најпожељнији облик кристалног алуминијум оксида који се користи као превлака за алате за сечење је термодинамички стабилна α - фаза која је обично позната као корунд и има хексагоналну ромбодарску кристалну структуру са параметрима решетке $a_0 = 0,476$ nm и $c_0 = 1,299$ nm. α - алуминијум оксид може да издржи температуре

изнад 1200 °C, има високу тврдоћу (24 GPa) и одличну отпорност на корозију и оксидацију [2].

Излагање термошоку доводи до разарања материјала. Код керамичких материјала долази до деградације површине изложене наглој температурској промени и управо ова површинска промена је мерило отпорности према термошоку. Осим квантификације оштећења изражене као удео оштећене површине у односу на почетну површину које се постиже коришћењем анализе слике, могуће је посматрати и квалитативне одлике ових оштећења кроз посматрање параметара који карактеришу његов облик. Ово је такође елемент који се постиже анализом слике. Од интереса је посматрати како се облик оштећења мења у зависности од састава и начина припреме материјала, као и утврдити које су то карактеристике које се разликују у различитим материјалима који имају различит састав и начин припреме.

У овом раду могу се видети нека основна својства композитних материјала. У теоријском делу описане су методе испитивања материјала. Циљ рада је испитивање како додатак влакана утиче на физичко - механичка својства композита и њихову отпорност на нагле промене температуре (термошок). Анализа сировина утврђена је рендгенском анализом. Анализа слике коришћена је за уврђивање површинског удела оштећења и одређивање параметара оштећења која су искоришћена за методу мултиваријантне анализе. Методом мултиваријантне анализе утврђено је који параметри утичу на раздвајање оштећења. За одређивање расподеле напона у узорцима који су изложени наглим променама температуре и за утврђивање да ли облик и дубина оштећења утичу на напоне, коришћена је метода коначних елемената.

ТЕОРИЈСКИ ДЕО

1. Керамички ватростални материјали

Реч керамика потиче од грчке речи „*keramos*“ што означава производе добијене печењем. Керамички материјали могу се поделити у две групе: традиционални и савремени керамички материјали [3].

Традиционалним керамичким материјалима подразумевају се силикатна и алумосиликатна керамика. Она укључује следеће производе:

- порцелан, фину и санитарну керамику,
- порцелан за електротротехнику (електропорцелан),
- грађевинску керамику,
- ватросталне материјале,
- техничко стакло,
- цемент и друга неорганска везива.

Микроструктуру традиционалне керамике чине стакласта фаза, која је основа и у којој су распоређени кристална фаза, поре и непрореагована зрна. Природа стакласте фазе одређује својства производа.

Савремени керамички материјали обухватају велики број нових конструкционих и функционалних материјала, као и класичне, оксидне материјале за специјалне намене (Al_2O_3 - керамика, ZrO_2 - керамика).

У савремене керамичке материјале спадају:

- чиста оксидна керамика,
- неоксидна керамика,
- нуклеарна керамика,
- керамика за електронику,
- специјални керамички материјали,

- композитни керамички материјали,
- угљенични материјали.

Микроструктура савремене керамике не садржи стакласту фазу, скоро је непорозна и састоји се од тачно одређене поликристалне материје. Она се добија од специјално пречишћених природних сировина или од чистих синтетизованих полуфабриканата, тачно одређеног гранулометријског састава. Производни капацитети савремених керамичких материјала су значајно мањи у односу на традиционалне материјале [3].

1.1 Ватростални материјали – општи појмови

Ватростални материјали су они керамички материјали чија температура омекшавања није нижа од 1853 К (1580 °С).

Од ватросталних материјала захтева се да при радним температурама у пећи буду довољно постојани и не мењају запремину, да задрже облик, под оптерећењем и при високим температурама да задрже механичку чврстину и да буду отпорни на хемијско деловање прашине, троске, улошка и гасова.

Ватростални материјали могу се поделити према разним критеријумима. Према температури топљења деле се на три групе [3]:

- ватростални (1580 – 1770 °С)
- повишене ватросталности (1770 – 2000 °С)
- високоватросталне (2000 °С и више)

Треба разликовати температуру топљења од ватросталности. Ватросталност је температура на којој долази до одређене деградације механичких својстава материјала. Температура топљења увек је виша од ватросталности.

Према хемијском дејству ватростални материјали могу се поделити на киселе, базне и неутралне. Кисели ватростални материјали не могу се користити тамо где се налазе изложени дејству базних шљака и прашине (али постоје и

одступања од овог правила). Киселе шљаке и прашина тешко разарају нискобазне ватросталне материјале. Класификација према хемијском саставу тесно је повезана са методом одређивања минерала према њиховом степену засићења безводним силицијум (IV) - оксидом, односно металним оксидима. На пример, овим компонентама пресићени ватростални материјали сматрају се киселим, незасићени – базним, а засићени – неутралним. У случају пресићења долази до промена у боји материјала, која постаје бледа или бела. Хемијско – минеролошки састав ватросталног материјала може бити веома разноврстан. У састав ватросталног материјала поред оксида улазе и карбиди и нитриди.

Особине ватросталних материјала зависе од чврстоће сировина и производа. Код материјала са високим садржајем алуминијум оксида потребно је обратити пажњу и смањити садржај алкалних компоненти [4].

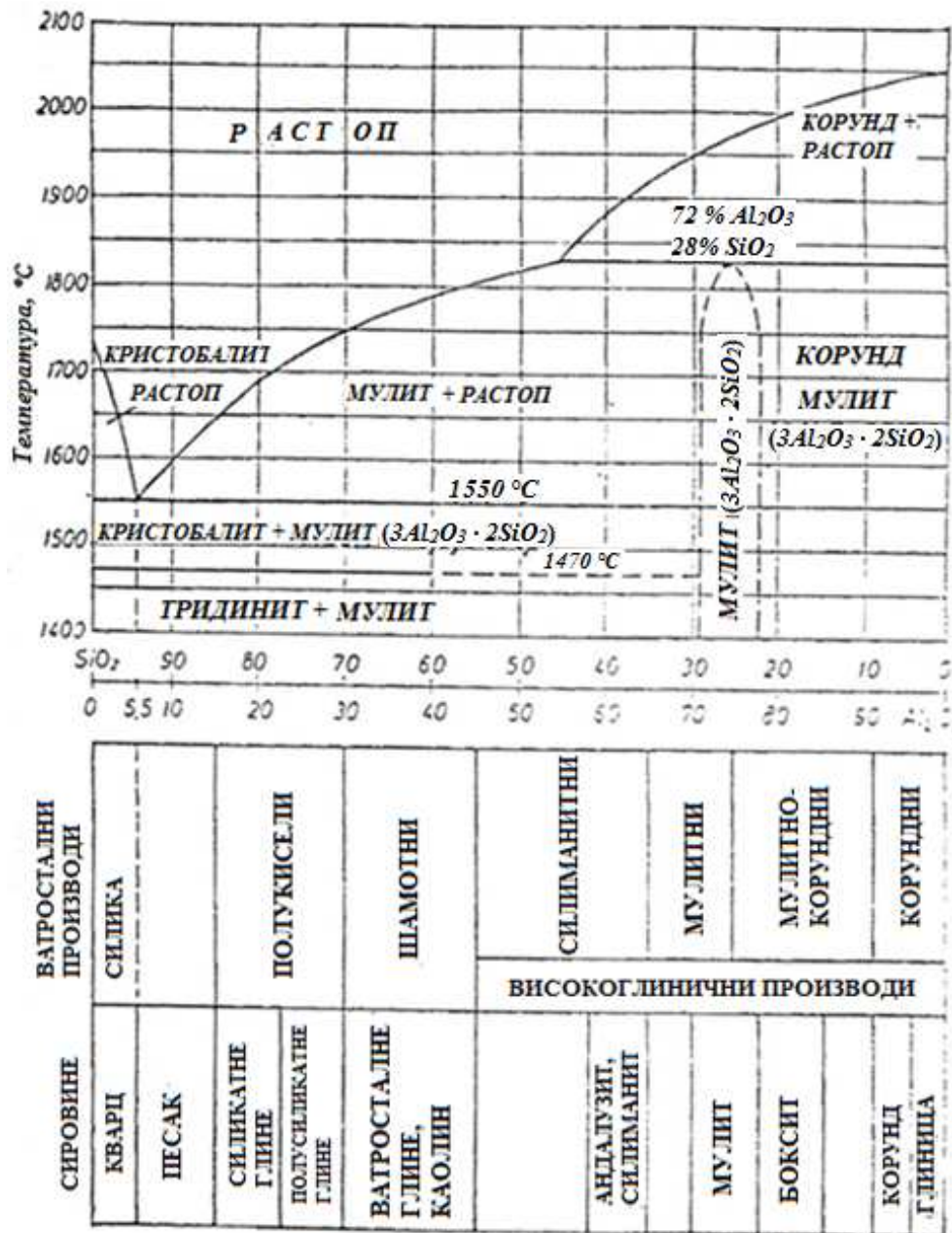
1.1.1 Алумосиликатни ватростални материјали

У групу алумосиликата спадају ватростални материјали различитих хемијских састава, својстава и намене. Слика 1. приказује дијаграм стања силицијум (IV) - диоксида и глинице (Al_2O_3). Испод слике приказани су ватростални производи и природне сировине са одговарајућим саставом, који могу да послуже за производњу одговарајућих материјала. На слици 2. приказана је зависност ватросталности од састава за алумосиликатне ватросталне материјале.

Ватростална својства ових материјала заснивају се на високој температури топљења, хемијској стабилности и ниском коефицијенту топлотног ширења минерала мулита ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$). Мулит је једина стабилна минеролошка фаза овог система и садржи око 72 % Al_2O_3 и 28 % SiO_2 .

Основна сировина за производњу алумосиликатних ватросталних материјала је ватростална глина. Глина настаје распадањем седиментних стена чија су својства: дисперзност, велика способност упијања влаге и велика пластичност у влажном стању. Пластичност се повећава са порастом садржаја

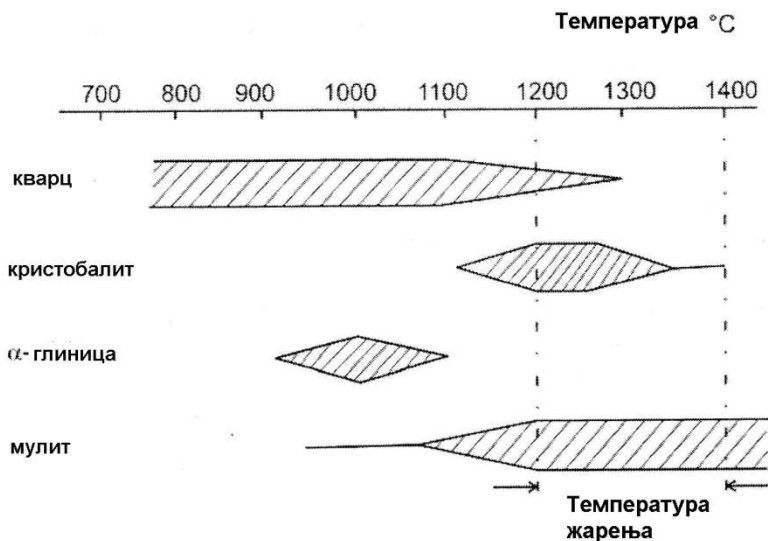
воде. Према опадајућој пластичности глине се деле на: масне, полумасне и посне. Код исте ватросталности већу вредност има глина са већом пластичношћу.



Слика 1. Дијаграм стања $SiO_2 - Al_2O_3$ [3]

Табела 1. Минеролошке промене при жарењу алумосиликата (ватросталне глине) ^[3]

Минерал	Приближна хемијска формула	Температура трансформације, °C	Састав, %	
			Al ₂ O ₃	SiO ₂
Ватростална глина	Al ₂ O ₃ ·2SiO ₂ ·2H ₂ O + xH ₂ O	-	-	-
Глина - осушена	Al ₂ O ₃ ·2SiO ₂ ·2H ₂ O	100 - 120	40	47
Каолинит	Al ₂ O ₃ ·2SiO ₂	500 - 600	46	54
Силиманит	Al ₂ O ₃ ·2SiO ₂ + 2SiO ₂	1000	63	37
Мулит	3Al ₂ O ₃ ·2SiO ₂ + 2SiO ₂	1300	28	27



Слика 2. Минеролошки састав алумосиликата у зависности од температуре печења (по Конопицкију) ^[3]

Својства и примена алумосиликатних ватросталних материјала у великој мери зависе од структуре материјала тј. фазног састава, количине, облика и расподеле пора итд.

Вредности за механичке карактеристике као што су: притисна чврстоћа, савојна чврстоћа и затезна чврстоћа расту са порастом садржаја Al₂O₃. На механичка својства утичу и гранулометријски састав сировине, порозност и други параметри процеса производње.

Алумосиликатни ватростални материјали могу се производити следећим технолошким поступцима: полусуви, пластични и ливењем из суспензије или растопа. Избор поступка зависи од жељених својстава производа. Алумосиликатни материјали имају најшири асортиман облика (формата), што компликује технолошки поступак производње.

Сировина за производњу шамотних производа је ватростална глина ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O + xH_2O$). Примесе су: оксиди железа ($Fe_2O_3 = 2 - 5 \%$), оксиди алкалних и земноалкалних елемената ($0,5 - 2,3 \%$), кварц, остаци матичних стена и органске материје. Примесе смањују квалитет ватросталне глине. Данас се највише користи полусуви поступак производње шамота. Погодност глина за производњу ватросталних материјала процењује се на основу следећих параметара:

- хемијско – минеролошки састав,
- ватросталност (обична, под притиском и пузање),
- дисперзност (односно величине које зависе од ње – везивност и пластичност),
- температура синтеровања.

Гранулометријски састав утиче на више својстава сировина, као што су: пластичност, способност везивања, температура синтеровања. При порасту дисперзности сировине, расту пластичност, везивност и температура синтеровања (што је повољно), али расте и скупљање при сушењу и печењу (што је неповољно). Глине и каолини су полидисперзни материјали, нехомогени су по саставу.

Важна карактеристика глине је пластичност. Под пластичношћу се подразумева способност глине, навлажене до глиненог теста, да под дејством силе мења облик и да га задржава по престанку дејства силе. Пластичност глине повезана је са везивном способношћу глине, односно са способношћу глине да повеже честице глине међусобно, али и честице непластичних материјала³.

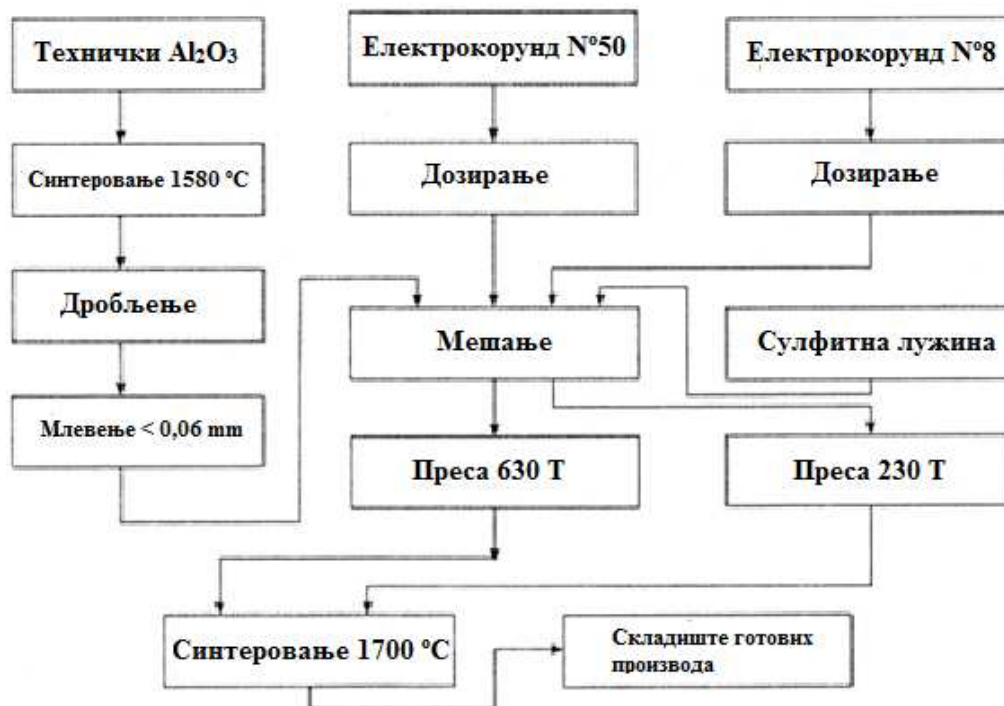
Слике 3, 4 и 5 приказују неке од шема технолошког процеса производње по полусувом поступку.



Слика 3. Технолошка шема производње шамотних и полукиселих ватросталних материјала^[3]



Слика 4. Технолошка шема производње шамотног брашна за производњу ватросталног материјала^[3]



Слика 5. Технолошка шема производње корундних ватросталних материјала
[3]

Алумосиликатни материјали чине око 50 – 70 % потрошње ватросталних материјала. Велику употребу имају због: великог броја различитих квалитета, релативно ниске цене, повољног односа механичких својстава и ватросталности и могућности да се произведу различити (сложени) облици довољно тачних димензија.

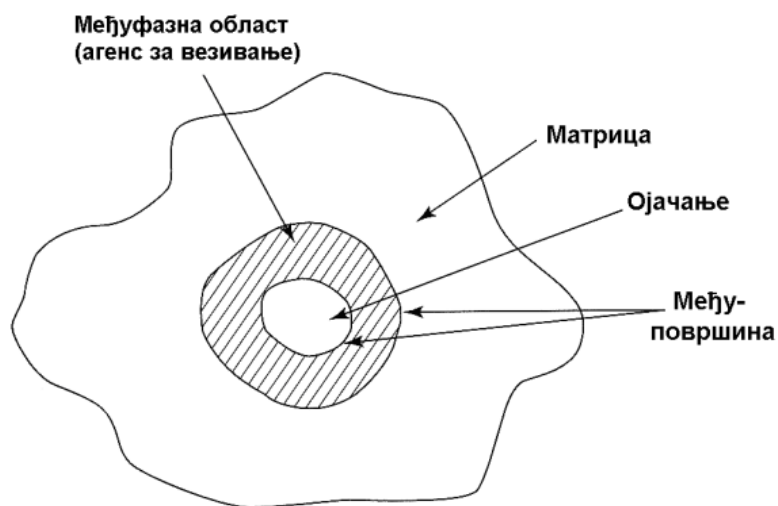
Ови материјали користе се за загревне пећи, које се користе у металургији, грађевинској индустрији и индустрији ватросталних материјала. Квалитет се бира у зависности од температуре, примене и хидрауличних напрезања – оптерећења материјала.

Од алумосиликата се израђују ливни казани, чепови, левци, срца, цеви, лукови итд. Користе се за зидање парних котлова и других ложишта.

2. Композитни материјали

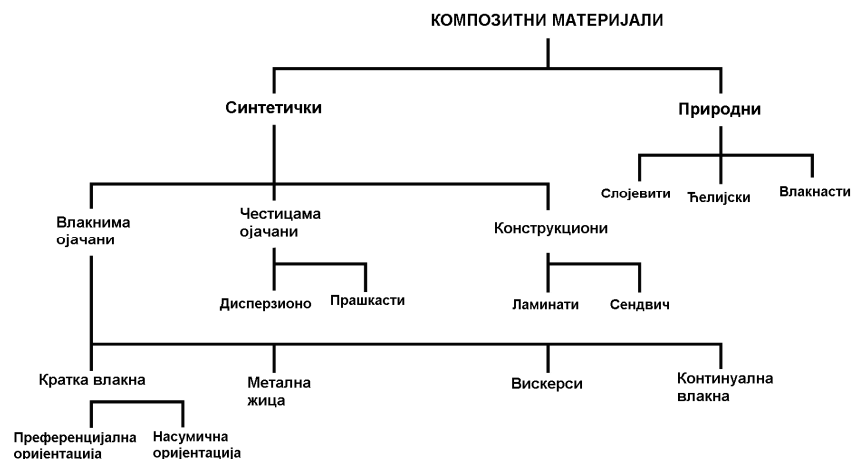
Композитни материјали су вишекомпонентни једнофазни и вишефазни материјали, чија се структура састоји од једне континуалне фазе у коју је уграђена једна или више дисконтинуалних фаза. Континуална фаза се назива матрица, а дисконтинуална фаза активни пунилац или ојачање уколико има функцију да побољша механичка својства.

Уколико се направи одговарајући избор компонената и њихов релативни масени однос у структури композитног материјала, могу се добити материјали са жељеном густином, тврдоћом, чврстоћом, крутошћу, отпорношћу на корозију, хабање итд. Основни конституенти композитних материјала приказани су на слици 6 [5].



Слика 6. Основни конституенти композитних материјала [6]

Облик дисконтинуалне фазе може бити различит и то у облику сфере (честице), цилиндра (vlakна и штапићи), плочастог слоја (ламинат), неправилне плочице (љуспице) или неправилне честице (пунилац). Оријентација дисконтинуалне фазе може бити у једном, два или три правца што утиче на изотропију материјала. Композити се класификују према облику ојачања на начин као што је приказано на слици 7.



Слика 7. Класификација композитних материјала према облику ојачања^[3]

Композити према комбинацији матрица ојачање могу бити:

- метално – метални,
- метално – керамички,
- метално – полимерни,
- керамичко – полимерни,
- керамичко – керамички,
- полимерно – полимерни,
- полимерно – метални.

Неке од општих предности композитних материјала пред конвенционалним материјалима су следеће:

- висока чврстоћа уз изузетно малу масу,
- могућност израде врло сложених облика,
- смањење трошкова накнадне обраде делова,
- могућност спајања делова током самог поступка производње,
- димензиона стабилност при екстремним радним условима,
- отпорност на корозију.

Укупно понашање композита зависи од:

- својства матрице и ојачања,
- величине и расподеле конституената,
- запреминског удела конституената,
- облику конституената,
- природе и јачине везе између конституената.

Неки карактеристични материјали који се чешће користе као матрице су:

- **метали:** *Al, Ti, Cu, Mg* легуре, суперлегуре итд.,
- **полимери:** полиестарске смоле, винилестарске смоле, епоксидне смоле, *PA, PP, ABS, PPS, PEEK, PEI* итд.,
- **керамика:** *Al₂O₃, SiC, ZrO₂* итд [7,8].

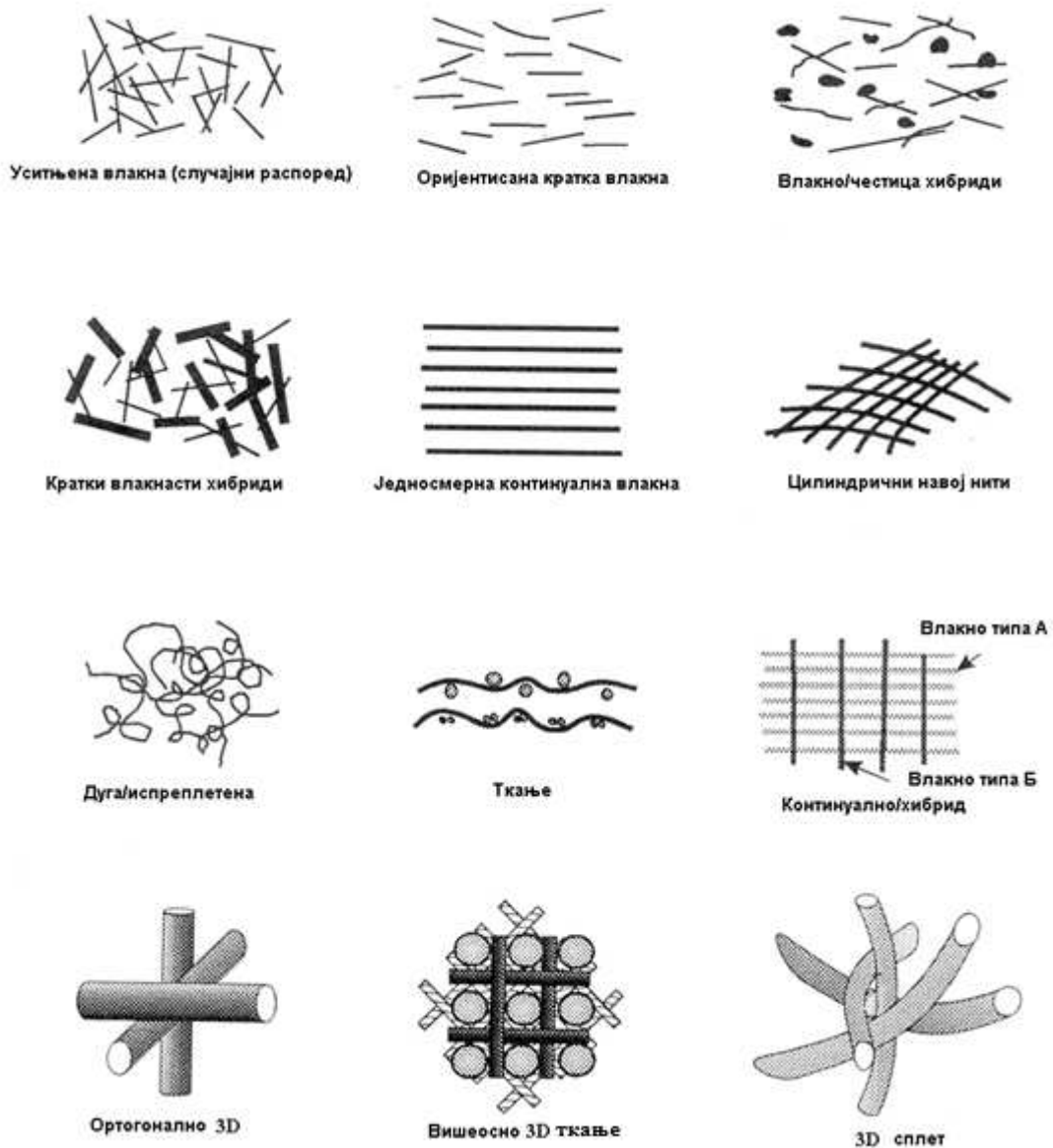
2.1 Влакнима ојачани композити

Сви синтетички материјали (пластика, гума, керамика и метал) се у наше време ојачавају влакнима. Влакно се дефинише као материјал код кога је однос дужина/пречник већи од 10. Према пречнику и карактеру, влакна су сврстана у две групе: вискерси и влакна [9]. Вискерси су сићушни монокристали који имају екстремно велики однос „дужина/пречник“. Вискерси могу бити од графита (угљеника), силицијум карбида, силицијум нитрида и алуминијум оксида. Производе се синтетички или под строго контролисаним условима. Влакна која се користе за ојачавање морају да имају висок модул еластичности, високу и униформу затезну чврстоћу, термичку постојаност и еластично понашање приликом оптерећивања [10].

Влакна се разликују према:

- врсти,
- дужини,
- пречнику,
- оријентацији и хибридизацији.

Влакнима ојачани композити спадају у групу анизотропних материјала пошто имају знатно боља својства у смеру влакана [11]. Могућа оријентација влакана приказана је на слици 8.



Слика 8. Оријентација влакана у матрици ^[12]

Композитни материјали ојачани влакнима су материјали чија се структура састоји од великог броја влакана, као фазе ојачања, уграђене у континуалну фазу полимерног материјала. Основна улога матрице је да пренесе спољашње

напрезање на влакна која имају велику затезну чврстоћу. Јачина везе између влакна и матрице одређује ефикасност преноса напрезања на влакно.

Употреба влакана као ојачавања у композитима заснована је на следећем:

- мали пречник влакана дозвољава да се постигне већи ниво чврстоће материјала него у случају већег пречника због смањења вероватноће појаве микропрскотина које доприносе смањењу чврстоће;
- оптимални однос дужине и пречника влакна омогућава успешан пренос спољашњег оптерећења са матрице на влакно преко граничне површине;
- висок степен савитљивости влакана дозвољава употребу различитих техника за израду оптималних текстилних структура као облика ојачања.

За ојачање композитних материјала највише се користе неорганска влакна. За композит је најважнија гранична површина или слој између матрице и ојачања. Ту су концентрисана напрезања која су последица спољног оптерећења или разлике у топлотном ширењу матрице и пуниоца током очвршћавања, затим ту се остварује адсорпција влаге из околине и одигравају се хемијске реакције. Важно је да веза у композиту буде добра јер у супротном чврстоћа је мања и олакшано је продирање активних супстанци и воде дуж границе фаза што може довести до потпуног попуштања материјала после одређеног времена [13, 14].

Својства композита зависе од:

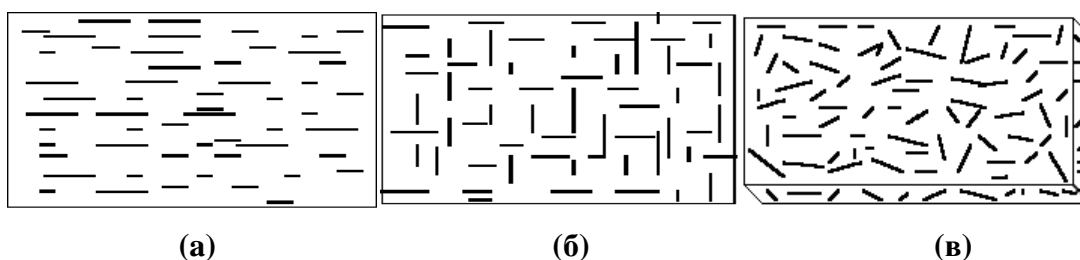
- удела влакана који представљају ојачање,
- степена остварене везе између матрице и влакна,
- утицаја превлаке на влакно која треба да оствари везу.

2.2 Фактори побољшања својстава композита

Својства композита зависе од својстава конституената, њиховог садржаја, интеракције и расподеле конституената, геометрије и оријентације ојачања.

Оријентација

Оријентација влакана је један од најважнијих фактора који утичу на побољшање својстава композита. Положај сваког индивидуалног влакна одређује механичку јачину композита и смер у коме ће та јачина бити највећа. Постоје три типа оријентације влакана, који су приказани на слици 9 [3].

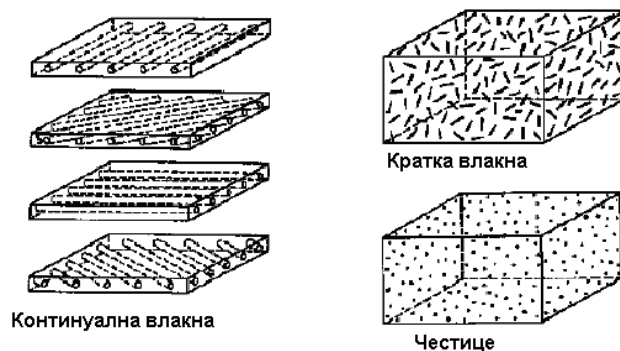


Слика 9. Типови оријентације влакана: а) једнодимензионо ојачање, б) планарно (дводимензионо) ојачање и в) тродимензионо ојачање [3]

Влакна могу бити континуална или дисконтинуална. Континуална влакна су одређеније оријентисана него кратка влакна, али то не значи да су боља [15]. Композитни материјали са кратким влакнима, уколико су правилно оријентисана, могу имати знатно већу јачину него они који су направљени од континуалних влакана [3].

Дужина

Ојачање материјала може да буде дугим континуалним влакнима, кратким влакнима и честицама, што је приказано на слици 10.



Слика 10. Композитни материјали са различитим типом ојачања [3]

Да би се постигла жељена чврстоћа и крутост композита, влакна треба да имају критичну дужину. Критична дужина обележава се са l_c и зависи од пречника влакна (d), затезне чврстоће σ_f^* и од напона смицања између материјала матрице и влакна, τ_c . Ова зависност може се приказати следећом формулом:

$$l_c = \frac{\sigma_f^* d}{2\tau_c} \quad (1)$$

За композите на бази стаклених и угљеничних влакана ова критична дужина износи око 1 mm, што је између 20 и 150 пута веће од пречника влакна [16].

Геометрија

Скоро сва влакна која се данас користе, без обзира да ли су континуална или дисконтинуална имају кружни попречни пресек, међутим, хексагонална, правоугаона, прстенаста и влакна неправилних попречних пресека обећавају побољшање механичких својстава.

Величина пречника попречног пресека влакна веома варира. Што је мањи пречник влакна то је већа чврстоћа материјала јер се са смањењем пречника елиминишу површинске пукотине на влакну. Поред ова три фактора постоје и други параметри који утичу на квалитет влакнастих композита: основа, фаза везивања итд [17].

Интеракција конституената

Структура и својства међуповршине влакно – матрица имају веома битну улогу у одређивању механичких и физичких својстава композитних материјала. Својства међуповршина важан су фактор у одређивању карактеристика жилавости лома композитног материјала и његовом понашању у воденој или хемијски агресивној средини. Композитни материјал са слабом међуповршином има ниске вредности чврстоће и модула, али високу отпорност на лом. Са друге стране, композитни материјал са јаком међуповршином има високу чврстоћу и модул, али је врло крт. Чврстоћа и природа везе између матрице и влакна зависе од структуре и хемијских својстава влакана и молекулске грађе и хемијског састава матрице [3].

Садржај конституената

Садржај ојачања представља се преко запреминског удела ојачања и то је најважнији параметар који поред својстава конституената одређује својства композита. Запремински удео ојачања у облику влакана зависи од структуре, односно од начина ређања влакана у матрици [3].

2.3 Разарање у композитима који су ојачани влакнима

Процес разарања композита је постепен, али на крају доводи до потпуног разарања композита или до губитка способности ношења механичких својстава. Лом композита не обухвата само прекид влакана и матрице већ и скретање прскотине дуж међуповршина између слојева и влакана и матрице (тзв. *debonding*) [18].

Микропрскотине модификују „отвор“ (радијус) напрслине и „распршују“ напрезање (концентрисано на врху напрслине) → пораст отпорности према ширењу прскотина. За ефикасно ојачавање створених микропрскотина мора се ограничити на тзв. процесну зону испред врха прскотине. Експериментално је

нађено да до стварања микропрскотина долази само око оних честица које су веће од критичне величине:

$$r_c = \frac{8\gamma_s}{P^2 \left(\frac{1+\nu_1}{E_1} + 2 \frac{1-2\nu_2}{E_2} \right)} \quad (2)$$

γ_s – површинска енергија матрице

ν_1, ν_2 – Поасонов однос матрице и честица

E_1, E_2 – Јунгови модули матрице и честица

P – притисак којем је изложена честица

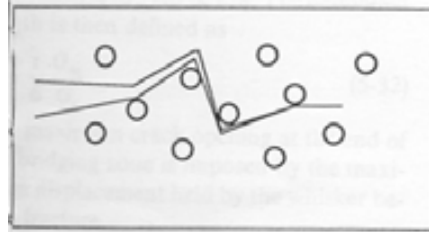
Како влакно зауставља прскотину приказано је на слици 11.



Слика 11. Прскотина кроз матрицу се зауставља на влакну и долази до ширења прскотине дуж међуповршине влакно - матрица ^[19]

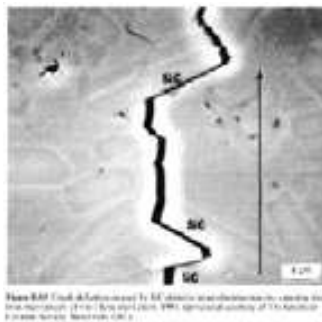
Општи изглед површине прелома у композитима који су ојачани влакнима зависи од јачине везе влакно - матрица. Са порастом оптерећења влакна и матрица се деформишу у складу са својим различитим еластичним својствима, па на контакту влакно - матрица нишу велика локална напрезања што доводи до раздвајања влакана од матрице, образовања и простирања прскотине кроз међуповршину влакно - матрица. Овај процес се смањује са повећањем јачине међуповршинске везе и повећава се са смањењем јачине ове везе [20].

Прскотина се може скренути тврдим честицама веће отпорности.



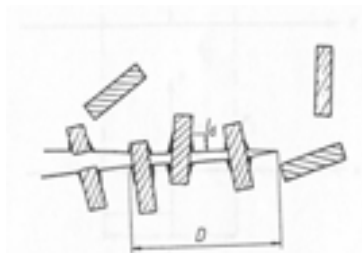
Слика 12. Приказ дејства честица велике тврдоће на скретање прскотине у материјалу^[20]

Велико скретање прскотине (а тиме и велика жилавост) добија се ојачањима у облику диска и штапа.



Слика 13. Приказ промене правца пружања прслине без ломљења честица^[20]

Премоштење прскотине. Прскотина иде око ојачања (без да их сломи).



Слика 14. Приказ ширења прскотине и њеног заустављања под дејством честица^[20]

3. Методе испитивања ватросталних материјала

3.1 Термостабилност ватросталних материјала

Способност ватросталног материјала да издржи нагле промене температуре је карактеристика ове групе материјала и која се проучава више од сто година. Термостабилност ватросталних материјала представља њихову отпорност на нагле промене температуре, односно термошок. Отпорност материјала на термошок мери се бројем циклуса које ватростални материјал може да издржи када је подвргнут наглим променама температура. Ватростални материјали се користе за уградњу у озиде агрегата који су при раду изложени сталним и изненадним променама температура мањег или већег интензитета, а праћени су и честим дејством додатних оптерећења. У пракси се код ватросталних озида често може запазити цепање и љуспање, што се може објаснити недовољном термостабилношћу материјала. Приликом термошока због неравномерног хлађења и загревања (ширења и скупљања) на различитим деловима озида долази до појаве унутрашњих напрезања, што има за последицу нукелацију и/или раст прскотина, губитак чврстоће и пуцање озида, односно свеукупну деградацију материјала. Најбољу термостабилност имају ватростални материјали са најмањим коефицијентом термичког ширења [21, 22].

Праћењу понашања ватросталних материјала при наглим променама температура може се приступити са два аспекта: отпорност на оштећење при термошоку и термичко напрезање услед стварања прскотине [23, 24]. Термостабилност се може посматрати са аспекта механичких особина, механике лома и преноса топлоте. Развијен је велики број метода за испитивање особина ватросталних материјала, али све оне дају задовољавајуће резултате само за одређене групе материјала, па је зато битно одабрати одговарајућу методу за процену особина ватросталног материјала. Све методе могу се поделити на: пре Накајама и пост Накајама период. Ова подела заснива се на изузетном доприносу овог јапанског научника испитивању ватросталних материјала. У пре Накајама периоду се мерила чврстоћа, а не оштећење материјала. То подразумева да параметри оштећења директно проузроковани ширењем или растом прскотина,

нису ни мерени. Најчешће коришћени узорци су геометрије шипке, правоугаоне призме и цилиндра [25]. Неке од метода испитивања из пре Накајама периода су:

- Панел тест,
- Цилиндар тест - каљење у води,
- Призма тест - каљење на ваздуху,
- Тест са узорцима облика малих призми,
- Трака тест (*Ribbon Thermal Shock Test*).

3.1.1 Испитивање термостабилности стандардном методом наглог хлађења

Као пробни узорак узима се нормална опека 125 x 250 x 65 mm или цилиндар од опеке пречника 36 mm и висине 60 mm. Уколико опека нема облик нормалне опеке, онда се од ње може исећи пробни узорак с тим да три површине (стране) које сачињавају рогаљ потичу од првобитне површине опеке која се испитује. Пробно тело се ставља у загревну пећ тако да прва трећина буде у самој пећи, друга трећина (средњи део) да се налази на оквиру врата пећи, а трећи део изван пећи изложен хлађењу спољним ваздухом. У пећи на температури од 950 °C узорак се загрева 40 мин., а затим се вади и црвени усијани део потапа у текућу воду до дубине од 50 mm. У води чија је температура 20 - 25 °C узорак се задржава 3 мин., после чега се суши на ваздуху око 3 мин., и поново ставља у пећ. Загревање и хлађење узорка понавља се док се његова чеона страна, која се загрева, не распадне до 50 % првобитне површине. Број промена које узорак издржи је показатељ његове термостабилности. Температура у пећи мери се термоелементом, који се поставља поред узорка у пећи.

Магнезитне и хром - магнезитне опеке се испитују на исти начин, само се за хлађење не употребљава вода (због хидратације) већ се хлађење врши ваздухом. Опека се загрева на температури од 950 °C око 45 - 50 мин., и после хлади ваздухом који се на чеону страну опеке пушта из млазнице пречника 8 mm под притиском 101,3 kPa. Дизна је удаљена од површине опеке 150 mm. Загревање и хлађење се изводи наизменично, све док се опека не распадне на два

или више комада, односно максимално до 70 промена. У табели 2. дати су подаци за неке материјале.

Табела 2. Отпорност на нагле промене температуре за неке материјале ^[3]

Материјал	Број каљења
А. Испитивања у води	
Нискоалуминатне шамотне опеке	> 5
Пластично пресоване шамотне опеке	> 10
Суво пресоване шамотне опеке	> 15
Корундне опеке	> 15
Мулитне опеке	> 20
Силицијум - карбидне опеке	> 30
Б. Испитивање са ваздухом	
Магнетитне (високо гвожђе) опеке	> 10
Магнетитне (ниско гвожђе) опеке	> 25
Хром - магнетитне опеке	> 25

Термостабилност се може изразити и употребом параметара отпорности на лом и оштећења, као и параметрима температурске разлике ове групе параметара се базирају на термомеханичким особинама материјала. Ако се користе параметри температурске разлике, тада се укључују и параметри преноса топлоте.

Многи истраживачи бавили су се разматрањима која би објаснила и предвидела понашање ватросталног материјала изложеног наглим променама температуре полазећи од термомеханичких својстава материјала. У те сврхе развијени су параметри отпорности на термошок, који би се могли поделити у две групе: параметри отпорности на лом и параметри отпорности на оштећење. Параметри отпорности на лом базирани су на оним особинама материјала који имају утицаја на стварање прскотина. На другој страни су параметри отпорности на оштећење које је увео *Hasselman*, који су базирани на оним особинама које утичу на степен (брзину) раста прскотине која је изазвана термошоком. Класичну теорију о отпорности кртих материјала на термошок дао је *Hasselman* [26, 27]. *Chen Yuan* [28] је истраживао утицај порозности на отпорност материјала на термошок. Главана пажња усмерена је на раст пукотина које настају током процеса термошока, испитивано је да ли пукотине расту у зависности од промене температуре ΔT и удела пора у материјалу. На нижим температурама формира се

релативно мали број прскотина, али повећањем температура не само што долази до повећаног броја прскотина већ долази и до њиховог гранања. You [29] је поредио отпорност композита $Al_2O_3 - TiC$ на термошок варирањем различитих величина честица Al_2O_3 . Додавање честица TiC у алуминијум оксидну матрицу смањује величину честица Al_2O_3 али се повећавају механичка својства и отпорност композита на термошок. Термошок ватросталних материјала води оштећењима површине узорака и до пуцања материјала. У литератури се могу наћи различити типови материјала који су излагани процесу термошока [30 - 34].

Вредновање материјала према њиховој отпорности на нагле промене температуре базирано је на примећеној критичној температурској разлици (ΔT_c), потребној да проузрокује знатно смањење чврстоће узорака током загревања или хлађења. Овако дефинисана температурска разлика зависи и од услова преноса, а не само од својстава материјала. Због увођења особина преноса топлоте у разматрања вазана за отпорност узорака на нагле промене температуре, очекују се прецизнија објашњења понашања материјала у таквим условима [35 - 37].

4. Карактеристике облика оштећења - морфологија

Морфологија честица представља кључно својство када се посматра њихово понашање у вишечестичном систему и она одређује многа физичка и хемијска својства која зависе од геометрије. У фармацији облик честица може битно да одреди понашање неког праха при формирању таблета у смислу попуњавања простора и лакоће компактирања. Први поступци карактерисања облика честица били су засновани на комбинацијама просејавања и микроскопије. Касније са развојем микроскопа, могућности снимања и обраде слике појављују се други начини за квантификовање података о облику честица. Форме честица могу се карактерисати различитим факторима облика којима ће овде бити посвећена пажња са циљем њиховог дефинисања и описа коришћења.

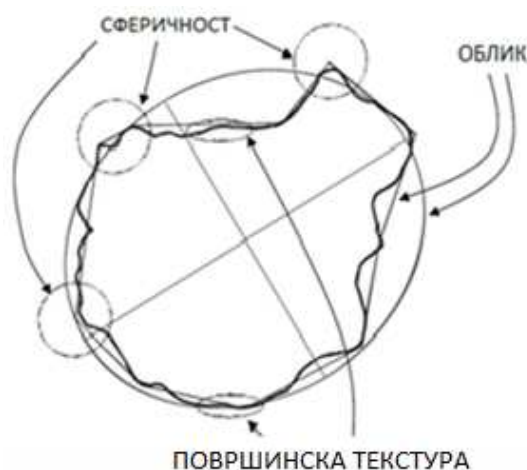
Карактерисање облика честица добило је на значају када је постало могуће користити снимке добијене микроскопом и обрађивати их коришћењем софтвера који су развијани последњих деценија. Укратко, приступ дефинисању облика честица почива на могућности снимања једне њихове пројекције коришћењем дигиталне камере и даљом обрадом дигиталне слике. Дигитална слика састављена од матрице тачака названих пикселима има могућности да се подвргне даљој обради коришћењем математичке морфологије. Да би се добили разумљиви параметри који дају карактеристике честица које касније могу објаснити њихово понашање користе се параметри облика честица.

Када се посматрају оштећења на површини узорка онда се често говори о њиховом облику и утицају ових облика на понашање материјала. Уколико се говори о ватросталном материјалу онда ова оштећења могу да имају утицаја на концентрацију напрезања при излагању наглим променама температуре која доводе до појаве великих градијената температуре и напона. Са друге стране посматрање одеђених облика у микроскопији или у хемијском инжењерству има другачији приступ. На пример, у хемијском инжењерству облик честице, чије се таложјење посматра, прати се преко сферичности при чему се честица упоређује са идеалном сфером. У микроскопији се преко фактора облика тежи да се преко пресека зрна које се види дефинише његов облик и да се тај пресек карактерише како би се ови облици могли поредити.

У квантификацији ових појава користе се бездимензионе величине које се називају фактори облика. Ово су појмови који се појављују у анализи слике и у микроскопији за опис облика честице или зрна независно од његове величине. Фактори облика рачунају се на основу измерених димензија као што су пречник, обим, површина, центар облика, моменти и слично. Ове величине мере се са дводимензионалних пресека или пројекција, али се такође примењују и на тродимензионалне облике. Фактори облика обично представљају одступање од идеалног облика као што је то круг, квадрат, сфера или полиедар. Ове вредности обично су нормализоване и крећу се од 0 до 1 при чему је обично вредност од 1 идеалан случај симетрије као што су круг, сфера, квадрат или коцка.

4.1 Дефинисање параметара облика

Када се добије дигитална слика честице онда се приступа њеној анализи. Параметре облика могуће је одредити на основу посматрања слике која се добија. Први корак јесте дефинисање основних параметара облика који се могу користити за карактерисање облика који се учава на снимку. Интуитивни приступ анализи подразумева да се око уочене форме опише елипса која је описује. На тај начин добија се могућност да се дефинишу пречници облика као одговарајући пречници елипсе. Следећи интуитивни корак јесте да се опише многоугао који описује облик са одређеном тачношћу. Одступање од ових облика могуће је користити као опис неидеалности посматране честице.



Слика 15. Приказ морфолошких својстава која се могу дефинисати са слике [38]

Приступ дефинисању облика честице преко дигиталног записа сличан је овом. Честица одређених димензија апроксимира се мрежом пиксела. Пиксели који припадају облику који карактерише честицу означавају се бројем 1 а они који не припадају облику означавају се бројем 0. На тај начин добија се мрежа која се у анализи слике назива објектом и која карактерише облик честице. Када је на овај начин записана информација о облику онда постоје једноставни начини за дефинисање пречника честице:

- на основи координата сваког пиксела који се налази на граници честице,
- на основи растојања повучених из центра честице ка њеној ивици.
- тако што се мере растојања између ивица честице при чему се слика ротира и броје се пиксели између ивица честице.

Дефинисање морфологије честице подразумева три аспекта која се морају укључити.

- Пројекцији честице додељује се геометријски облик који је најбоље описује, на пример круг, елипса, многоугао.
- Морфолошка анализа мора да укључи анализу страна које се не виде обавезно на слици. Узима се да је пројекција која се анализира репрезентативна за све облике и одступања од идеалног облика који је одабран. Када се ради о анализи појава на површини узорка онда је овај приступ идеалан у дефинисању облика контуре објекта.
- Текстура површине мора да се процени на основи одступања и неправилности на локалном нивоу. Ова карактеристика код честица може да одреди њихову течљивост и могућности компактирања. Код анализе појава на површини потребно је дефинисати параметре који омогућавају опис текстуре.

Уколико се ова разматрања пренесу на анализу облика оштећења насталих на површини материјала могуће је применити веома сличну анализу. Када се посматра појединачно оштећење добија се слика која у многоме одговара оној

која се добија као пројекција честице на слици праха. Карактеристични облици који се овде посматрају обично су веома слични онима који се користе код дефинисања облика честица праха. Ове карактеристике битно могу да утичу на даље понашање оштећења. Код анализе површинских оштећења битно је и проценити њихову текстуру унутар контуре саме слике. Овај аспект ће бити касније размотрен.

Дефинисање основних параметара углавном је прихваћено од стране већине аутора, нарочито од стране произвођача програмских алата за анализу. Различити аутори такође дају различите прегледе параметара облика што понекад компликује разумевање резултата истраживања. Табела 3 даје преглед дефиниција параметара облика различитих аутора. Следећи проблем који може да настане потиче од специфичности програма који се користи за анализу [38].


Табела 3. Дефиниције морфолошких параметара различитих аутора


Дефиниције које се обично користе	Измене уведене у претходној дефиницији	Назив (енглески)	Назив (српски)
$\frac{4\pi A}{P^2}$	A: Површина P: Периметар, обим	CIRCULARITY ^[39,40] , SHAPE FACTOR ^[41] FACTOR SPHERICITY ^[42]	Округлост Фактор облика
	×100 Инверзан $\frac{P^2}{4\pi A} \times 0.9399; \frac{P^2}{4\pi A} \times \frac{1}{1.064}; \frac{P^2}{4.256\pi A}$ $\frac{P^2}{A}$	APPEARANCE FACTOR ^[43] ROUNDNESS ^[44, 45] ROUNDNESS ^[46] SHAPE FACTOR ^[47, 48] SPHERICITY INDEX ^[49] ROUNDNESS FACTOR ^[42] SURFACE FACTOR ^[50] ROUNDNESS ^[51-55] COMPACTNES	Фактор изгледа Заокругљеност, сферичност Фактор облика Индекс сферичности Фактор заокругљености Површински фактор Заокругљеност Компактност
$\frac{D_{max}}{D_{min}}$	D_{max} : максимални Ферет пречник D_{min} : минимални Ферет пречник D_{max} : максимални Ферет пречник D_{min} : Ферет пречник управно на D_{max} R_1/R_2 R_1 максимални полупречник или највећи пречник R_2 минимални полупречник или најмањи пречник	ELONGATION ^[40] ASPECT RATIO ^[56] ASPECT RATIO ^[57, 58] ROUNDNESS INDEX (E value) ^[59 - 61] ELONGATION	Елонгација, издуженост Однос дужине и пречника Индекс заокругљености Елонгација
	l/b l : дужина – максимално растојање између две тачке на периметру b : растојање између две тачке које су нормалне на линију на средини дуге осе b/l l : дужина – максимално растојање између две тачке на периметру b : максимално растојање између две тачке повезане линијом нормалном на дужину a/b a, b : бочне стране правоугаоника који је описан око пројекције честице	ASPECT RATIO ^[62, 63] ASPECT RATIO ^[64, 65]	Однос дужине и пречника Однос дужине и пречника





Дефиниције које се обично користе	Измене уведене у претходној дефиницији	Назив (енглески)	Назив (српски)
		ELONGATION ^[66]	
$\frac{2\pi Re}{P} \sqrt{1 - \left(\frac{b}{l}\right)^2}$	<i>Re</i> : Средње растојање између тежишта и периметра, мерена сваких 1°	e_r ^[67]	
$\frac{2\pi Re}{Pf} \sqrt{1 - \left(\frac{b}{l}\right)^2}$	<i>Re</i> : Средње растојање између тежишта и периметра (обима), мерена сваких 5°	e_r ^[68]	
$\frac{P}{cP} - \sqrt{1 - \left(\frac{1}{AR}\right)^2}$	<i>f</i> : 1.008 - 0.231[1 - (<i>b</i> / <i>l</i>)] <i>P</i> : Периметар <i>cP</i> : Конвексни периметар <i>AR</i> : Однос дужине и пречника	e_r ^[55]	
$A / (\pi \times R_{\max}^2)$		ROUNDNESS ^[66]	Заокругљеност
P / cP		ROUNDNESS ^[40, 55]	Заокругљеност
$\frac{F}{R}$	<i>F</i> Максимални пречник силуete, повезује две најудаљеније тачке <i>R</i> Дужина еквивалентног правоугаоника, који има исту површину и обим као силуeta	ELONGATION ^[69]	Издуженост
$\frac{P}{2\sqrt{\pi A}}$	<i>P</i> Овим силуete <i>A</i> Површина круга који има исту површину као силуeta	Circularity ^[69]	Циркуларност
$\frac{A}{W \cdot H}$	<i>A</i> Површина силуete <i>H</i> Ширина описаног правоугаоника <i>W</i> Дужина описаног правоугаоника	Compacity ^[69]	Компактност
$\frac{A}{A + A_c}$	<i>A</i> Површина силуete <i>A_c</i> Површина најмањег објекта који заокружује силуetu	Convexity ^[69]	Конвексност
$\frac{P}{\pi D_{\max}}$ $\frac{A}{D_{\min} D_{\max}}$	<i>D_{max}</i> : максимални пречник or 2 × максимална полупречника <i>D_{max}</i> : максимални пречник и <i>D_{min}</i> минимални пречник Also - 4 × <i>max</i> полупречник × <i>min</i> полупречник	PELLIPS ^[40, 66] RECTANG ^[40, 66]	Однос обима и максималног пречника Однос површине и описаног правоугаоника

Дефиниције које се обично користе	Измене уведене у претходној дефиницији	Назив (енглески)	Назив (српски)
$\frac{PD_{\min}}{4A}$		MODELX ^[40]	Моделикс
$A/(\pi(D_{\max}/2))$		ROUNDNESS ^[40]	Заокругљеност
$\sqrt{Area/cArea}$	<i>cArea</i> : Конвексна површина	FULLRATIO ^[55]	Конвексна површина
$V_r = \frac{\sum_{i=1}^n \frac{ r_i - r_m }{r_m}}{n} \times 100$	r_m : Средњи пречник сваког од n вектора између тежишта и координата периметра	V_r ^[70]	
$V_p = \frac{ 2\pi r_m - P }{2\pi r_m} \times 100$	r_m : Средњи полупречник, P : Периметар	V_p ^[70]	
$R = 1 - P_{smooth}/P_{rough}$	P_{smooth} је периметар мерен са 72 тачке на контури глатке честице на интервалима од 5° и P_{rough} је мерен са 360 тачака и односи се на храпаву честицу, тј. честицу на којој су неравнине узете у обзир.	Roughness factor R ^[71]	Фактор храпавости

Табела 4. Карактеристике параметара који су коришћени у морфолошкој анализи.

Назив (српски)	Назив (енглески)	Опис	Опсег	Слика
<i>Површина</i>	<i>(Area)</i>	Површина објекта. Не укључује површине рупа ако је <i><fill holes></i> опција искључена.	0,000795 ÷ 795	
<i>Однос оса</i>	<i>Aspect</i>	Однос између главне и мање осе елипсе еквивалентно објекту	1 ÷ 1000000	
<i>Оса (главна)</i>	<i>Axis (major)</i>	Дужина главне осе елипсе са истим моментима	0 ÷ 8917,047	
<i>Оса (мања)</i>	<i>Axis (minor)</i>	Дужина мање осе елипсе са истим моментима првог и другог реда као што их има објекат.	0 ÷ 8917,047	
<i>Висина описаног правоугаоника</i>	<i>Box Height</i>	Висина описаног правоугаоника.	0 ÷ 8917,047	
<i>Ширина описаног правоугаоника</i>	<i>Box Width</i>	Ширина описаног правоугаоника.	0 ÷ 8917,047	
<i>Густина (плава)</i>	<i>Density (blue)</i>	Средња вредност интензитета плавог канала. Само слика у боји	-1e+009 ÷ 1e+009	

Назив (српски)	Назив (енглески)	Опис	Опсег	Слика
Густина (зелена)	<i>Density</i> (<i>green</i>)	Средња вредност интензитета зеленог канала. Само слика у боји	-1e+009 ÷ 1e+009	
Густина (црвена)	<i>Density</i> (<i>red</i>)	Средња вредност интензитета црвеног канала.. Само слика у боји	-1e+009 ÷ 1e+009	
Густина (max)	<i>Density</i> (<i>max</i>)	Максимални интензитет или густина унутар објекта	-1e+009 ÷ 1e+009	
Пречник (max)	<i>Diameter</i> (<i>max</i>)	Дужина најдуже линије која спаја две тачке структуре објекта и пролази кроз центроид	0 ÷ 8917,047	
Пречник (средњи)	<i>Diameter</i> (<i>mean</i>)	Средња дужина пречника мерена на интервалима од 2 степена и пролази кроз центроид објекта.	0 ÷ 8917,047	
Пречник (мин)	<i>Diameter</i> (<i>min</i>)	Дужина најкраће линије која спаја две тачке структуре објекта и пролази кроз центроид	0 ÷ 8917,047	
Фрактална димензија	<i>Fractal</i> <i>dimension</i>	Фрактална димензија структуре објекта	1 ÷ 2	

Назив (српски)	Назив (енглески)	Опис	Опсег	Слика
<i>Обим</i>	<i>Perimeter</i>	Дужинаструктуре објекта. Тачнији одпретходне верзије. Стара верзијасе сада зовепериметар.	0,00892 ÷ 8917,0	
<i>Обим 2</i>	<i>Perimeter 2</i>	Дужина појединачних пиксела који чине обим објекта. Брже се рачуна али уноси већу грешку од претходно дефинисаног обима. Уколико постоје шупљине у облику рачуна се и дужина обима шупљине.	0,00892 ÷ 8917,0	
<i>Обим 3</i>	<i>Perimeter 3</i>	Исто као обим 2 али се не рачунају дужине ивице према шупљинама.	0,00892 ÷ 8917,0	
<i>Сферичност</i>	<i>Roundness</i>	Користе Обим 2 и површину за прорачун.	0 ÷ 1000000	

Ако се погледају дефиниције параметара различитих аутора уочава се да за један параметар дефинисан на пример изразом

$$\frac{4\pi A}{P^2}$$

постоји читав низ енглеских назива који се провлаче у публикацијама различитих аутора енгл: *circularity*, *shape factor*, *factor sphericity*, *appearance factor*, *roundness*. У оптицају је и фактор који има слично име али се користи реципрочна вредност овог израза или вредност помножена са 100. Са друге стране постоје различите дефиниције за исти назив параметра. Рецимо за параметар *roundness* осим претходне дефиниције постоје још и параметри који су дефинисани као

$$A / (\pi \times R_{\max}^2)$$

или

$$P / cP$$

Где је cP конвексни периметар или обим дефинисан на одређени начин.

Због свега овога у свакој анализи се на самом почетку дефинишу параметри који ће се анализирати, као и начин њиховог одређивања.

Терминологија се разликује и у зависности од истраживача који пишу о факторима облика.

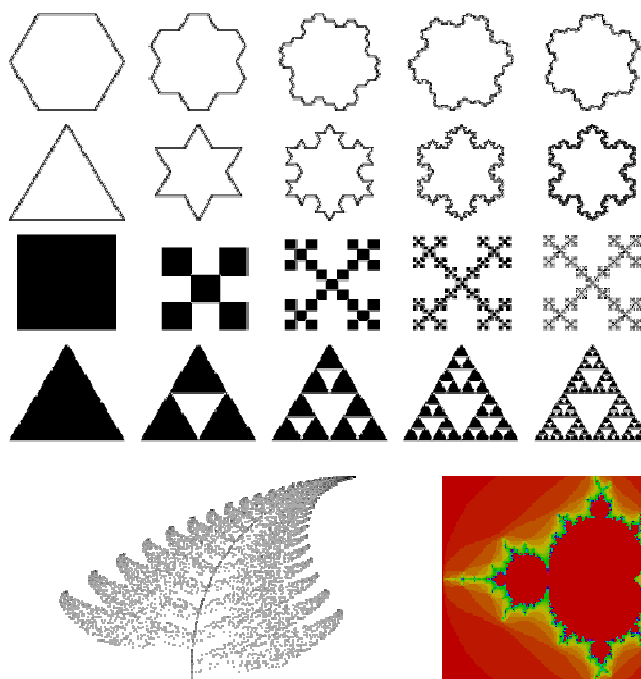
У табели 4 су параметри које користи програм *Image ProPlus 4.0* који је коришћен у овом истраживању. Дати су и предложени преводи на српски за појмове који се одређују, као и приказ слике која описује дати параметар како је то дефинисано у програму. У даљој анализи користиће се ови термини пошто се показало да су они били одговарајући за карактерисање облика оштећења на ватросталном материјалу изложеном термошоку. У оквиру анализе користи се термин фракталне димензије чијем ће се дефинисању посветити следеће поглавље. Овај параметар појављује се у карактерисању форме оштећења, али има и фундаментални значај у разумевању појава које се уочавају па му је посвећена посебна пажња.

4.2 Фрактали и фрактална димензија

Свет око нас и унутар нас заправо је састављен од неког вида фрактала, а могло би се рећи и да је методика нашег размишљања фрактална [72].

Фрактали се налазе у самим темељима природе. Због своје самосличности односно специфике понављања облика можемо их видети свуда у природи. Математичка дефиниција гласи:

Фрактали су геометријски објекти чија је фрактална димензија много већа од тополошке димензије и који се могу разложити на мање делове тако да је сваки од њих, макар приближно, умањена копија целине. Каже се да је такав лик сам себи сличан. Самосличност јесте темељно објашњење фрактала. Димензије фрактала крећу се од одређеног, познатог, коначног ка бесконачном, дакле једна димензија је коначна, односно позната, а друга је неограничена.



Слика 16. Примери фрактала ^[72]

Термин је извео Беноа Манделброт 1975. године из латинске речи *fractus* која има значење „сломљен (разломљен)“.

Фрактал има следеће особине:

- фину структуру на произвољно малом увећању;
- превише је неправилан да би могао бити описан традиционалним еуклидским језиком;
- сам је себи сличан (макар приближно или стохастично);
- Хауздорфову димензију која је већа од његове тополошке димензије (иако овај услов не испуњавају бесконачно густе криве као што је Хилбертова крива);
- једноставну и рекурзивну дефиницију.

Пошто се чине сличним на свим нивоима увећања, фрактали се често сматрају бесконачно комплексним у неформалном смислу речи. Природни облици који апроксимирају фрактале до извесне границе су облаци, планински венци, муње, морске обале и снежне пахуљице. Међутим, нису сви објекти који су сами себи слични истовремено и фрактали — пример је реална права која је формално сама себи слична, али не поседује остале особине фрактала.

Фрактали се, према постанку, могу поделити на *природне* и *вештачке*, где се под вештачким фракталима подразумевају они до којих су дошли научници, а који, при произвољном увећању, задржавају својства фрактала. Код природних фрактала јавља се ограниченост области егзистенције - постоје максимална и минимална величина размере објекта за коју он поседује својства фрактала [72].

4.2.2. Фрактална димензија

Фрактална димензија је вредност која даје увид у то у којој мери неки фрактал испуњава простор у коме се налази. Фрактална димензија описује изломљеност, тј. храпавост објекта. Она се разликује од Еуклидске димензије јер Еуклидска димензија може бити само цео број, док фрактална димензија обухвата и рационалне бројеве, па може бити на пример 1,26. На пример, алуминијумска

фолија је раван и има димензију 2, али када се згужва и од ње се направи нешто налик на храпаву и рупичасту куглу, улубљену са свих страна, она нема димензију ни 2 ни 3 већ неки број између.

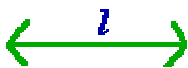
Постоји много дефиниција фракталне димензије, од којих се нити једна не може сматрати универзалном. Најједноставнија је димензија самосличности, али се она може употребити само код врло једноставних геометријских фрактала. Она описује нека својства предмета као што су: изломљеност, храпавост и слично. Фрактална димензија (тј. ступањ неправилности) остаје константна без обзира на мерило, што се у природи врло често показује (типичан пример су обале неког залива које имају фрактална обележја). Фрактална димензија користи се како би се изразила густина којом објекат испуњава простор односно колико се нових делова појављује при повећању резолуције.

Тополошка димензија је оно што се назива интуитивном димензијом, односно број смерова у којима се може ићи и при томе остати у одређеном објекту, односно број „ступњева слободе“.

1. Тачка нема ниједну димензију јер нема дужину, ширину ни висину.



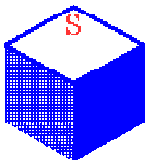
2. Свака линија је једнодимензиона јер постоји само један ступањ слободе – дужина.



3. Свака раван је дводимензиона јер постоје два ступња слободе – дужина и ширина.



4. Простор има све три димензије јер има дужину, висину и ширину.



Тополошка димензија увек је позитиван цели број или нула. Фрактале је могуће увећавати бесконачно много, а да се при сваком новом увећању виде неки детаљи који пре повећања нису били видљиви и да количина нових детаља буде отприлике једнака. Они су приближно самослични (састоје се од умањених

верзија самих себе), али исувише неправилни да би се описали једноставном геометријом.

Како мерити фрактале? Узима се као пример Кохова крива. То је крива, па би било логично мерити њену дужину, у метрима. Мериће се на начин на који се мере остале неправилне криве – апроксимацијом. Узимају се све мање и мање дужине и стављају се уз криву па збир њихових дужина даје апроксимацију дужине криве. Истом методом измериће се дужина Кохове криве узимајући да је први сегмент дужине 1 m. То не даје довољну прецизност, па се узимају мањисегменти. Након прве итерације добијају се четири сегмента дужине $1/3$ m. Збир тих сегмената даје дужину од $4/3$ m. Даље, крива ће након треће итерације имати дужину $16/9$ m. Математичком индукцијом долази се до опште формуле,

$$L = \left(\frac{4}{3}\right)^n \quad (3)$$

где је n број итерација. Пошто "права" Кохова крива има бесконачно много итерација, долази се до закључка да је њена дужина бесконачна, као и дужина сваког њеног сегмента.

За мерење површине Кохове криве, у квадратним метрима, опет би се користила метода апроксимације. Након прве итерације, апроксимација површине је троугао површине $\frac{\sqrt{3}}{12}$. Следеће итерације дају по четири пута више сличних

троуглова девет пута мање површине. Општа формула површине гласи $\frac{\sqrt{3}}{12} \cdot \left(\frac{4}{9}\right)^n$.

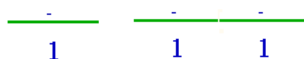
Када n тежи бесконачности, други фактор (а тиме и цела површина) тежи нули. Површина Кохове криве не постоји, па се поставља питање ако се не може мерити дужина ни површина, како се онда могу мерити фрактали? Види се да је Кохова крива „превелика“ да би била једнодимензиона линија, а „претанка“ да би била дводимензиона површина. Дакле, вредност њене димензије би требало бити између један и два. На неки начин, за Кохову криву m наћи мерну јединицу, m^d , која је између метра и квадратног метра. За d узима се вредност фракталне димензије [73].

Манделброт је често окарактерисан као отац фракталне геометрије. Многи коментари кажу да се већина фрактала и њихови описи враћају на класичну

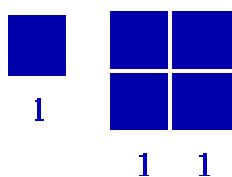
математику и математичаре као што су Џорџ Кантор (1872), Ђузепе Пано (1890), Дејвид Хилберт (1891), Хелџ ван Кох (1904), Вацлав Сиерпински (1916), Гастон Јулија (1918) или Феликс Хаусдорф (1919).

Треба дефинисати димензију на мало другачији начин посматрајући самосличне објекте. Познато је из математике да су два објекта самослична уколико су им углови исти, а странице пропорционално умањене или увећане. Самосличан објекат је онај објекат који унутар себе садржи делове који су слични великом изворном делу.

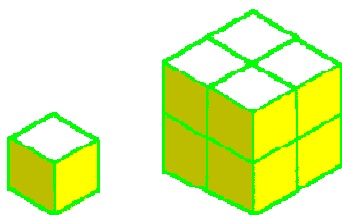
Узме се нпр. један линијски сегмент. Како би се начинио самосличан објекат удуплира се на начин као доле на слици:



Међутим да би се од једног квадрата начинио самосличан објекат потребно је поставити не два него четири таква иста квадрата као доле на слици:



За добијање самосличне коцке потребно је 8 истих таквих малих коцки као на доњој слици:



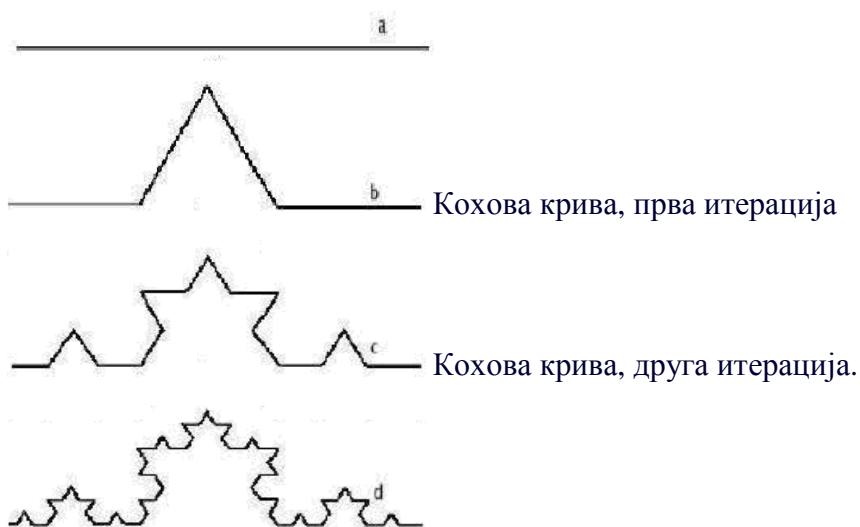
Сада се већ може уочити да је за сваку димензију потребно $n = 2^d$ истих мањих делова како би начинили самосличан геометријски објекат, где је d - број димензија. Дата је табела 5 са бројем самосличних делова за линију, квадрат и коцку.

Табела 5. Подаци са самосличне делове за линију, квадрат и коцку.

Објекат	Димензија (d)	Број самослич. делова (n)
линија	1	$2=2^1$
квадрат	2	$4=2^2$
коцка	3	$8=2^3$
опште	4	$n=2^d$

Димензија самосличности користи промену мере (дужине, површине, запремине) у односу на мењање броја итерација код потпуно самосличних фрактала.

Самосличност Кохове криве:



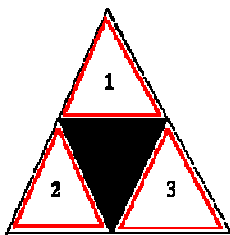
Слика 17. Настанак Кохове криве ^[73]

Код Кохове криве свака следећа итерација даје четири пута више сегмената три пута мање дужине. Ако се број сегмената означимо са N , а дужину сегмента са L , укупна дужина криве ће бити NL . За Кохову криву стога следи $4N\left(\frac{L}{3}\right) = NL^d$ и ако се за меру дужине уврстид – димензиони метар, m^d , преуређивањем једначине добија се $d = \log_3 4$, или чешће $d = \frac{\log 4}{\log 3}$. Према томе, мерна јединица за Кохову криву би била отприлике $m^{1.2619}$. Уопште, фрактална димензија потпуно самосличног фрактала рачуна се по формули:

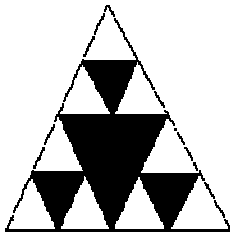
$$d = \frac{\log N}{\log L} \quad (4)$$

Према горњој формули логично је поставити питање: зашто d , односно димензија увек мора бити цели број? Да ли димензија може бити нпр. неки број између 2 и 3, односно да ли постоји нека димензија као разломак (фракција) те како би то тело требало изгледати? Одговор ће се пронаћи на следећи начин.

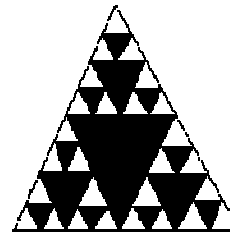
Подели се троугао на мање сличне троуглове 1, 2 и 3 без средишњег троугла који ће се изрезати из укупне површине.



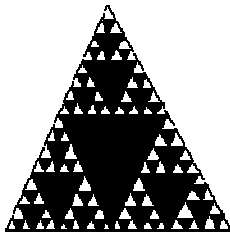
Након тога подели се сваки од та три троугла на исти начин избацујући средњи црни троугао



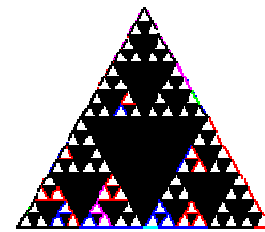
Понови се поступак поново.



Поново...



И понови следећу итерацију...



На овај начин добија се једна фрактална структура која ако се понови бесконачан број пута добија назив *Sierpinski*-јев троугао.

Покушаће се израчунати колику димензију би имао први троугао сачињен од три мања, црвена троугла. За добијање већег троугла потребна су три мања, слична троугла па је $N=3$. Међутим, ако се посматрају странице види се да су се мултиплицирале само два пута па је $L=2$.

$$d = \frac{\log N}{\log L} = \frac{\log 3}{\log 2} = 1,585 \quad (5)$$

Дакле, димензија код фрактала није цео број.

На овом једноставном примеру показано је како фрактали немају целу него разломљену фракталну димензију [74]. Помоћу састава итеративних функција у три димензије могуће је креирати растиње – грмове, дрвеће, бусене траве и сл. Ако се исто направи у тродимензионалном саставу и на крај сваке „гранчице“ се дода лист, резултати могу бити запањујуће слични стварним појавама у природи. На слици 18 приказано је растиње које је генерисано помоћу фрактала.

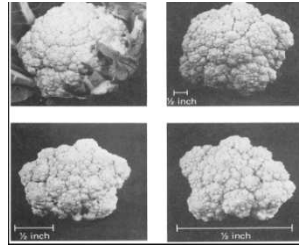


Слика 18. Слике растиња генерисане помоћу фрактала [74]

Даље, фрактали се користе и у компресији података. Од мање честих примена ту је (наравно, врло ограничено) предвиђање неких стохастичких процеса као што су потерси, слагање снопова оптичких влакана, опонашање рада неуронских мрежа за развој уметничке интелигенције итд. За мале уређаје као што су мобилни телефони, производе се антене чији је облик прорачунат помоћу фрактала које због тога могу користити широк спектар фреквенција не заузимајући много места. Узорак за војну камуфлажну одећу користи фракталну структуру која се нигде не понавља па се стога много теже примећује у природи, где ништа није математички правилно. Спроводе се истраживања за лечење аритмије срца, где срце куца у хаотичном режиму. Стимулацијом срца покушава се постићи прелаз у правилан режим. Напослетку, неке су фракталне структуре изразито лепе па се презентују као уметничка дела.



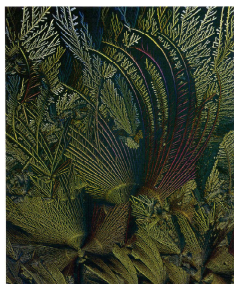
Приказ фракталне структуре у броколију



Приказ фракталне структуре у карфиолу



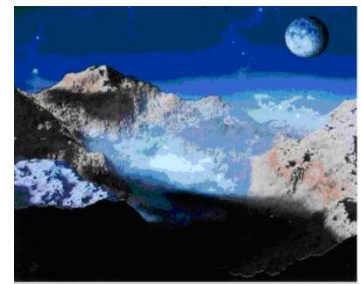
Приказ фракталне структуре у кристализираном меду



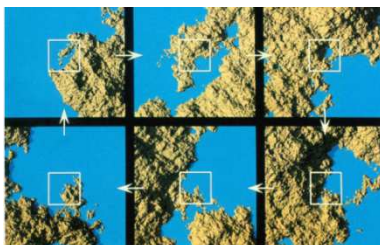
Приказ фракталне структуре стилбен дендрита у поларизованој светлости



Венозни и артеријски систем



Фрактални фалсификат планинске области



Фрактална обала након 6 увеличавања



Фрактални кратери Месеца



Пејзаж генерисан коришћењем фрактала



Пејзаж генерисан коришћењем фрактала



Пејзаж генерисан коришћењем фрактала

Слика 19. Приказ фракталне димензије која се јавља на појавама око нас ^[75]

Могућност примене фрактала лежи у чињеници да су многи од њих слични природним појавама. Мед кристализује у фракталне облике, а дрвеће је, као и папрат, по својој природи фракталних својстава (дебло се грана на гране које се гранају на гранчице...). Заправо, на неки начин скоро цели свет сачињен је од фракталних облика. Манделброт је користио пример обале мора као фрактал – увале су сличне заливима, ртови полуострвима. Много је делова људског тела фракталне структуре. Типичан пример је састав крвних жила, које у принципу имају исту структуру као и дрвеће [75 - 82].

5. Основни појмови везани за анализу слике

Циљ анализе слике јесте да пружи квантитативни опис слике (број ћелија одређене величине) или препознавање облика, што је корисно ако су морфолошке карактеристике објекта повезане са његовим својствима. Анализа слике налази примену у науци о материјалима, медицини, роботизи, геологији итд.

Квантитативни анализатори слике састоје се од камере која може бити телевизијска или фото камера комбинована са оптичким или електронским микроскопом. Сигнали које добија камера третирају се у централној јединици која рачуна површине, обавља бројање и распоређује честице у класе по величини пречника (по некој задатој карактеристици).

Зона која се испитује визуелизује се коришћењем екрана, а систем омогућава избор испитиване зоне. Са оваквим уређајем могуће је одабрати објекте који се испитују, као и раздвојити, брисати или спојити суседне честице. Овакви системи омогућавају корекцију слика или коришћење метода за класификацију као што је интензификација слике преко одређивања нивоа сивоће да би се добио што бољи контраст [83].

5.1 Дигитална слика

Компјутери су незаменљиви када је реч о обради великог броја података, о комплексним прорачунима, проналажењу одређеног броја информација. Компјутерска анализа слике обухвата квантитативну или квалитативну карактеризацију дводимензионалне или тродимензионалне дигиталне слике.

Дигитална слика је представљање дводимензионе слике као бинарне слике, помоћу нула и јединице. Дигиталне слике имају коначан број нумеричких вредности који се називају елементи слике, односно пиксели. Дигитална слика се састоји од унапред одређеног броја редова и колона пиксела. Могу се добити различитим уређајима и техникама, дигиталним камерама, скенерима, радарима и сличним апаратима, а такође се могу добити и помоћу математичких формула или 3D геометријских модела што се изучава у компјутерској графици [84].

Сваки пиксел дигиталне слике повезан је са одређеном позицијом у 2D пољу и има једну или више вредности које одређују поље. На основу броја и

природе тих вредности, дигиталне слике могу се поделити на: бинарне (само црни и бели пиксели), у сивој скали (256, 1024 нијанси сиве у зависности од одабраног стандарда), у боји (сваки пиксел има податак о црвеном, зеленом и плавом обојењу), у вишеспектралне (уколико поред видљивог спектра садрже и податке о неком другом делу спектра) итд.

Формирање дигиталне слике или аквизација је стварање слике, углавном на основу физичког објекта. Под овим термином подразумевају се добијање слике, компресија, чување, штампање и приказ такве слике. Дигитална слика може се направити директно, од физичког објекта, помоћу камере или сличног апарата али се може добити са друге слике добијене помоћу фотографије, фотографског филма, са папира, скенером или на неки други начин. На крају, може се добити на основу геометријског модела или математичке формуле (ово се највише односи на компјутерску синтезу слике).

5.2 Приказ слике

За приказивање слике користе се различити стандарди како би се подаци везани за позицију сваког појединачног пиксела повезали са карактеристикама обојенисти и интензитета које дају утисак слике. У зависности од потреба овај стандард може бити у *JPEG* (engl. *Joint photo graphic experts group*), *TIFF* (engl. *tagged image file format*), *GIF* (engl. *graphics interchange format*) или *PNG* (engl. *Portable network graphics*) формату.

Један бит је најмања величина коју рачунар може користити, а за слику од једног бита користи се термин монохроматска и подразумева слику у сивој скали или црно - белу слику. Тако се добијају следећи односи бита и слике који су дати у табели 6.

Табела 6. Врсте дигиталних слика према броју бита који садрже ^[84]

Број бита	Врста слике
1 бит	монохроматска
8 бита	сива скала
8 бита	у боји
16 бита	више боја
24 бита	оригиналне боје
30/36/48	дубоке боје

На слици 20, иста слика приказана је на три различита начина. Прва са леве стране је оригинална слика у боји, слика у средини је у сивој скали, а слика са десне стране је црно - бела односно бинарна.



Слика 20. Иста слика приказана на три начина: а) слика у боји, б) слика у нијансама сивог, в) црно - бела слика, бинарна ^[84]

5.2.1 Бинарне слике

Бинарне слике су слике чији пиксели имају две могуће вредности интензитета, 0 за црну и за белу 1 или 255. Бинарна слика настаје када се бирају пиксели са вредностима које су им додељене да би се слика у боји или сивој скали пренела у бинарну слику у циљу одвајања објеката на слици од позадине. Бела боја објеката представља предњи план односно истакнуто место, а остатак слике црне боје представља позадину. Међутим, у зависности од слике, ова поларност може бити обрнута, у том случају предмети су представљени 0 а позадина вредношћу различитом од 0.

Структуре бинарне слике могу се проучавати са два аспекта: морфолошког и стереолошког. Морфологија је квантитативна анализа слике једног објекта или једне структуре и она даје величине које се могу мерити. Стереологија је скуп математичких метода који омогућава прелазак са дводимензионалне анализе пресека на тродимензионалну анализу.

5.2.2 Сlike у сивој скали

Разлог добијања слике у сивој скали из слике у боји је што је потребно мање информација за сваки пиксел. Сива боја је она у којој су све три основне боје истог интензитета, тако да је потребно специфицирати једну вредност интензитета за сваки пиксел, док је код слике у боји потребно три интензитета за сваки пиксел.

Често је интензитет код сиве скале сачуван у 8 бита што даје 256 могућих различитих нијанси сиве, од црне до беле боје. Ако су нивои сиве равномерно распоређени, онда је разлика између две суседне нијансе сиве боје боља него што је људско око може да разликује.

Код дигиталне слике у сивој скали сваки пиксел има само једну вредност, односно садржи у себи целу (и једину) информацију о интензитету. Сlike у сивој скали састављене су искључиво од нијанси сиве боје, идући од црне за најслабији интензитет, до беле за највећи, као што је приказано на слици 21. Из истог разлога користе се за представљање интензитета светлости у електромагнетном спектру и као такве могу представљати монохроматске слике јер приказују само фреквенцију.

За разлику од бинарних слика које имају само две боје (црну и белу), слике у сивој скали имају много нијанси сиве боје.



Слика 21. Скала нијанси сиве боје ^[84]

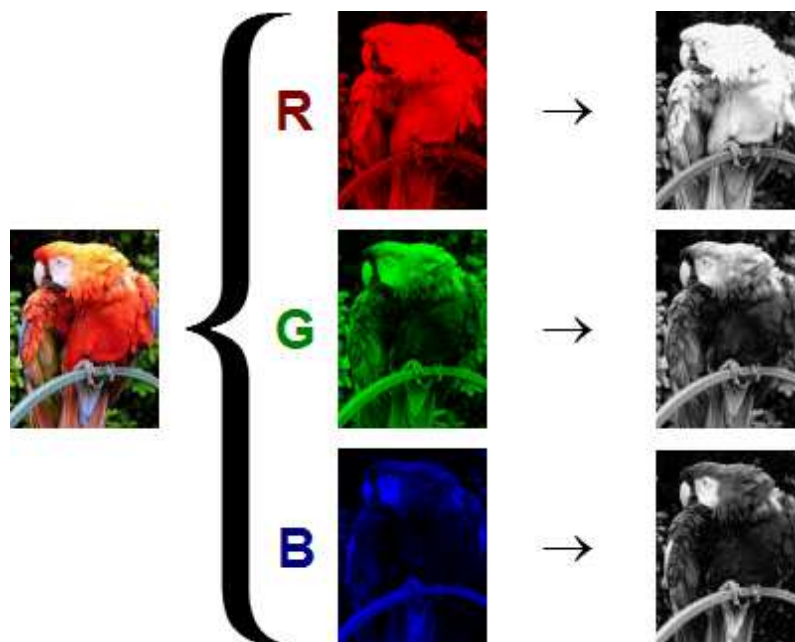
5.2.3 Сlike у боји

Могуће је произвести скоро све боје помоћу основних боја: црвене, зелене и плаве, јер људско око има само три различита рецептора за боје од којих је сваки осетљив на једну од ове три боје. Различитим комбинацијама стимулсања ових рецептора омогућава људском оку да разликује скоро 350 000 боја. *RGB* слика (енгл. *Red* - црвена, *green* - зелена и *blue* - плава) је више - спектрална слика са једном везом за сваку боју, али која производи комбинацију сваке од три основне боје за сваки пиксел.

Потпуна слика у боји (од 24 бита) садржи једну вредност од 8 бита за сваку боју, што даје приказ од $2^{24} = 16\,777\,216$ различитих боја.

Међутим, компјутерски је скупо и непотребно користити целу слику од 24 бита за чување боје сваког пиксела. Боји за сваки пиксел додељује се по један бит, што даје слику од 8 бита. Процес смањивања приказа са 24 на 8 бита, који се зове квантизација боје, смањује број могућих боја на 256. Не постоји визуелна разлика између слике приказане са 24 и 8 бита.

Да би се било која боја пребацила у одговарајући ниво на сивој скали морају се прво добити њихове вредности у црвеној, зеленој и плавој основној боји (енгл., *RGB - red, green, blue*). На слици 22 је пример раздвајања боје *RGB* слике папагаја у боји. Колона са леве стране приказује изоловане сетове боја, док колона са десне стране приказује њихове еквиваленте у сивој скали.

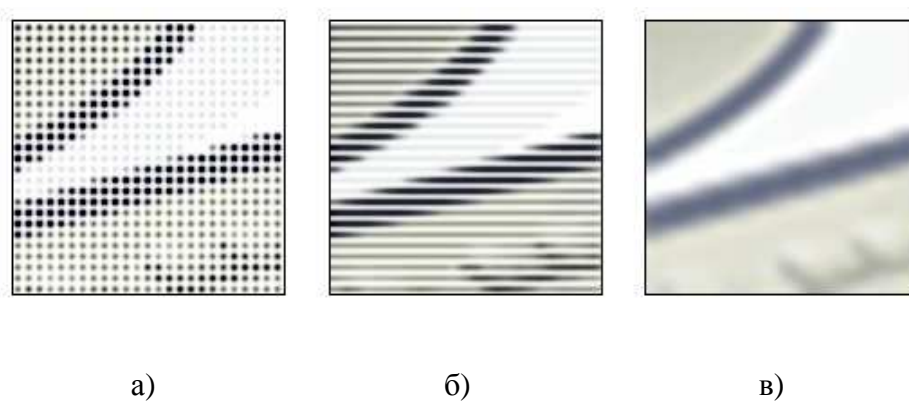


Слика 22. Слика папагаја у боји, у првој колони подељених канала, у другој колони еквиваленти у сивој скали ^[84]

5.3 Пиксел

Пиксел (енгл. *pixel*, скраћено од *picture element*, део слике) је најмањи део дигиталне слике којој се могу дати боја и друге особине или који се може

одређивати. То је такође најмања адресирана тачка коју монитор може да представи. Код монитора са катодном цеви један пиксел чине три јако блиске тачке са бојама црвеном, зеленом и плавом. Мењањем интензитета боје, сваке од ове три тачке, мења се боја пиксела. Код *LCD* или *TFT* екрана пиксели су унапред чврсто дефинисани као мали квадрати или правоугаоници. Сваки од њих подељен је на још три површине које се називају субпиксели и такође носе боје: црвену, зелену и плаву. Пиксел се не мора искључиво односити на мали квадрат. На слици 23 види се како се може реконструисати слика на основу сета вредности пиксела, помоћу тачака, линија или изједначавањем [85].



Слика 23. Детаљ приказан различитим врстама пиксела: а) у виду тачака, б) у виду правоугаоника, в) изједначавањем [85]

Пиксел се може посматрати на више начина, као пиксел на страници, ношен електричним сигналом или представљен вредношћу, као пиксел на дисплеју или дигиталној камери. Пиксел се често користи као мера резолуције. Што више пиксела је употребљено на слици, толико резултат више личи на оригинал. Број пиксела на слици често се назива резолуција, мада она има ужу дефиницију. Пиксел дигитализоване слике може и не мора да се поклапа са пикселима екрана, у зависности од тога како компјутер приказује слику.

JPEG формат слике подржава 8 бита по боји (црвеној, зеленој и плавој) и прави релативно мале копримоване фајлове. Већина дигиталних камера чува слике у овом формату. Неке скупље камере или уређаји користе *TIFF* формат слике који не компримује слике, али су оне због тога велике, што се може видети

при повећању резолуције. Са друге стране свака обрада *JPG* слике доводи до губитка информације док се код *TIFF* слика све информације чувају у изворној форми.

Број различитих боја које се могу представити пикселом зависе од броја бита по пикселу. Сваким додатим битом степенује се број боја које су на располагању:

- $1 \text{ bpp}, 2^1 = 2$ боје (монохроматска)
- $2 \text{ bpp}, 2^2 = 4$ боје
- $3 \text{ bpp}, 2^3 = 8$ боја

...

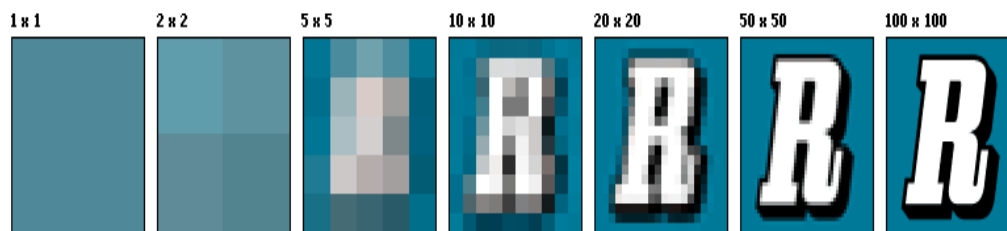
- $8 \text{ bpp}, 2^8 = 256$ боја
- $16 \text{ bpp}, 2^{16} = 65,536$ боја
- $24 \text{ bpp}, 2^{24} \approx 16.7$ милионабоја

5.4 Резолуција слике

Резолуција слике описује детаље које садржи слика. Термин се користи за дигиталне, филмске и друге типове слика. Већа резолуција значи више детаља на слици. Може да се мери на различите начине. Резолуција одређује колико близу могу бити линије, а да се и даље могу разликовати.

Термин резолуција користи се за број пиксела на дигиталној слици. Други начин коришћења резолуције је укупан број пиксела на слици, дат као број мегапиксела који се добија множењем пиксела по колони и по реду и дељењем са милион. Слика која има 2048 пиксела по ширини и 1536 по дужини има укупно $2048 * 1536 = 3\,145\,728$ односно 3,1 мегапиксела.

На слици 24 дата је илустрација како једна слика може изгледати у различитим резолуцијама.



Слика 24. Слика слова „R” у различитим резолуцијама ^[85]

5.5 Историјат анализе слике

Анализа слике потиче из 1967. године, мада могућности за анализу слике постоје одавно од када је геолог А. Аелес 1848. године створио нову методу за анализу слике показујући да је површина коју заузима неки агломерат на слици једнак површинском уделу који тај агломерат има у стени.

Касније су Минковски 1901. и Хадвигер 1957. наставили да раде на сликама дводимензионалних пресека усвајајући општи модел за третман математичког проблема [86, 87]. Истовремено, истраживачи и физичари стварају моделе квантитативне анализе, Салтиков 1958 [88, 89].

Теорија анализе слике је у перманентном развоју. Различите школе још увек нису усагласиле своје радове. Костер и Шермант су хомогенизовали велики део радова у својој књизи „Анализа слике“ 1985 [90].

Анализа слике примењује се у различитим областима науке. У области истраживања механике материјала ова техника користи се за идентификацију морфологије оштећења узорака изложених термошоку [91]. Може се користити и за одређивање пречника и дужине влакана, која се користе као ојачања у композитним материјалима [92]. Код ватросталних материјала који су изложени термошоку долази до оштећења површине узорака, а удео површинског оштећења може се одредити анализом слике [93]. Неке процедуре у анализи слике развијене у једној области истраживања могу се увести у друге научне области.

Главни разлог за коришћење анализе слике у биомедицинским истраживањима је раздвајање испитиваних структура које се појављују после неких медицинских испитивања у којима се промене на ткивима визуелизују, коришћењем неког зрачења, за њихову класификацију према одређеним

дијагностичким критеријумима [94, 95]. Ови процеси су засновани на селекцији и класификацији објеката на сликама, што је један од главних задатака у анализи слике [96, 97]. Скенирајућа електронска микроскопија у комбинацији са анализом слике такође се може користити у биологији за проучавање морфолошких обележја појединих објеката [98, 99].

Подаци о текстури и боји добијени са снимака воћа или керамичких плочица такође се са успехом користе у процедурама квалитета и класификацији производа [100]. Алгоритми развијени у једној области могу се пренети у друге области иако је понекад природа материјала који се изучава различита, али постоје аналогије у начину обраде визуелне информације [101, 102].

6. Методе обликовања узорака и синтеровање

У овом поглављу описан је начин добијања керамичких материјала пресовањем и синетровањем материјала након пресовања.

6.1 Обликовање керамичких тела пресовањем прахова

Обликовање је фаза процесирања керамичких материјала у којој се маси честица праха синтетисаног различитим методама даје жељени облик, који уз одређено скупљање (током сушења и термичке обраде) представља уједно и финални облик керамичког производа. Као назив за обликовану честичну масу често се користи популарна енглеска фраза „*green body*“ (зелено тело), али и термини као што су обликовано тело, полазно керамичко тело, прах – компакт, испресак и сл. При формирању облика керамичких тела, синтетисани керамички прахови могу се користити или директно или уз додатак одређених компонената, које олакшавају сам процес обликовања.

Пресовање керамичких прахова веома је атрактиван начин прелиминарног обликовања у случају када се жели добити велики број керамичких предмета једноставног облика. Методе које укључују пресовање обично се састоје из три основна корака:

- а) пуњење калупа припремљеним прахом,
- б) дејство силе притиска и формирање тела одређеног облика и величине и
- в) вађење испреска из калупа.

Током пресовања примена притиска доводи до разбијања мекших агломерата и преуређивања честичне структуре, при чему се путем трансляторног и ротационог кретања керамичких честица врши њихова прерасподела и преуређење у једну нову, много ефикасније паковану структуру [103].

Карактеристика обликованих тела добијених пресовањем, на основу које се почетно процењује ефикасност паковања честица, је густина ρ_0 , која се обично назива полазна густина или популарно „*green*“ (зелена) густина. Пошто се може очекивати да у једном реалном испресованом телу постоје непожељне локалне варијације густине, треба напоменути да вредност ρ_0 представља само средњу

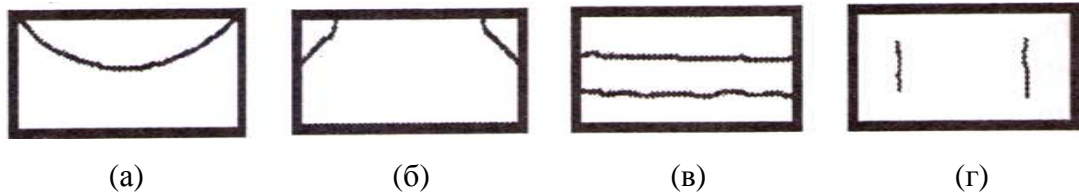
густину узорка. Поред полазне густине, важне карактеристике испреска, које одређују његово понашање при термичкој обради (синтеровању), су и облик, величина и расподела величине пора. Тако је, на пример, могуће имати два испресована узорка са истим полазним густинама, а да се при синтеровању потпуно различито понашају, услед различитих величина и расподела величина пора.

Полазна густина, као и друге карактеристике испресованих керамичких тела, у великој мери зависи од величине примењеног притиска. Тако полазна густина, координациони број честица (број најближих суседа, који указују на густину паковања) и јачина испреска расту, а запремина и величина пора опадају са повећањем притиска [104, 105]. Понашање при пресовању уобичајено се прати преко мерења зависности полазне густине од притиска пресовања.

Величина честица, њихова морфологија и стање агломерације праха, има велики утицај на облик, величину и расподелу величине пора у испресованом телу. Од величине честица праха ће зависити и величина међучестичних пора у полазном керамичком телу добијеном након пресовања. Тако ће прахови са великим полазним честицама дати испреске са великим порамма, што ће се негативно одразити на степен денсификације током термичке обраде, тј. захтеваће се виша температура синтеровања за добијање густине блиске теоријској. Тврди агломерати, који не могу да се разбију пресовањем, ће проузроковати формирање бимодалне расподеле величине пора у испреску, јер поред међучестичних пора у узорку биће присутне и знатно крупније међуагломератне поре [106]. Што се тиче морфологије полазних честица, интересантно је напоменути да ће се несферичне честице оријентисати под дејством силе притиска и створити анизотропни узорак, што може имати утицаја, како на синтеровање, тако и на особине финалног керамичког материјала.

Уобичајена нежељена појава, која прати обликовање керамичких тела пресовањем, је трење између честица праха и зидова калупа, као и међучестично трење. Трење између честица праха и зидова калупа смањује ефективни притисак пресовања, што постаје све израженије са повећањем растојања од површине клипа. Пошто је густина испреска директно пропорционална примењеном притиску, јасно је да трење доводи до стварања градијента густине, непожељне

појаве која може да доведе до стварања оштећења у обликованом телу, а и неуједначене денсификације при синтеровању. Трење се може минимизовати применом тврдих карбидних калуца, припремом глатких површина калуца или коришћењем одређених либриканата (материје које обезбеђују ефикасно подмазивање и смањују трење). Оштећења у структури испресованих узорака се могу појавити и као последица вађења праха – компакта из калуца, које је праћено одређеном експанзијом испреска услед делимичног еластичног опоравка. Уобичајена оштећења у структури обликованих тела, који се јављају при процесу обликовања пресовањем, приказани су на слици 25 [103]. *Прскотине које доводе до одвајања купастог дела узорка* (слика 25 а) обично се појављују при већим притисцима пресовања и значајнијем трењу са зидовима калуца код испресованих тела која имају малу јачину и трпе веће ширење након вађења из калуца. *Прскотине које доводе до одвајања прстенастог дела узорка* (слика 25 б) обично се јављају због слабе димензионе толеранције клипа и тела калуца. *Ламинција* (слика 25 в), коју чине прскотине нормалне на правац пресовања, формира се када је јачина испреска мала, када се користе веома високи притисци пресовања и када је трење о зидове и ширење након вађења велико. *Вертикалне прскотине у спољашњем региону испреска* (слика 25 г) могу да се јаве код тела са малом јачином и малом гас – пропустљивошћу, великим притисним односом (однос густине испреска и густине попуњености калуца), а такође и при великим брзинама пресовања. Поред тих оштећења могу се појавити и деформације облика, као последица градијента густине и неуједначеног скупљања током синтеровања: формирање површинских оштећења, као последица храпавости калуца, лепљења праха за зидове и сл; и образовања великих пора, услед присуства великих, тврдих агломерата у полазном праху који се обликује [107].



Слика 25. Уобичајена оштећења у структури испреска, који се јављају при пресовању: а) прскотине које доводе до одвајања купастог дела узорка, б) прскотине које доводе до одвајања прстенастог дела узорка, в) ламинација и г) вертикалне прскотине ^[107]

6.2 Процес синтеровања

Један од важних корака у производњи већине керамичких производа је и процес синтеровања. Синтеровање је процес повећања густине и механичке чврстоће обликованог керамичког тела. У процесу синтеровања дисперзни систем прелази у чврсто тело уз појаву смањења порозности, повећања густине и механичке чврстоће.

6.2.1 Класификација и процеси синтеровања

- 1) Према броју компонената и присутних фаза, синтеровање може бити:
 - синтеровање једнокомпонентних система,
 - синтеровање вишекомпонентних система,
 - синтеровање у чврстој фази,
 - синтеровање у присуству течне фазе.

- 2) Према основној покретачкој сили која делује при синтеровању разликују се:
 - хемијско синтеровање, где је покретачка сила хемијски потенцијал,
 - синтеровање уз примену притиска или механичко синтеровање,
 - синтеровање при повишеној температури или топлотно синтеровање,
 - синтеровање уз истовремену примену притиска и топлоте, пресовање на топло [108].

6.2.2 Процеси денсификације

Денсификација је феномен при коме се компактирани скуп финих честица праха трансформише у чврсто непорозно поликристално тело загревањем и жарењем у одређеном времену али на одговарајућим температурама које су ниже од температура топљења полазног праха. Денсификација условљава повећање густине, елиминисање пора које су присутне између зрна и скупљање целог система.

Основни процеси денсификације у керамици деле се на три класе:

- синтеровање у чврстој фази,
- синтеровање у присуству течне фазе или витрификација,
- синтеровање под притиском или топло пресовање.

Термин синтеровање односи се на процес којим се повећава чврстоћа и густина компактираног праха. Много је лакше мерити густину него чврстоћу производа, па се за проучавање синтеровања обично и мере промене густине или димензија тела које се синтерује [108].

6.2.3 Параметри значајни за процес синтеровања

Величина честица има велики утицај на брзину синтеровања и мора бити пажљиво контролисана. Смањењем честица са 10 μm на 1 μm , брзина синтеровања повећава се 10 пута. Са смањењем величине честица полазних прахова расте слободна површинска енергија, која је покретачка сила синтеровања.

При избору праха за синтеровање захтевају се одређена величина честица и друге специфичне особине. Веома је значајно да се прах лако сипа, да има „добру течљивост“ и да се може паковати до велике густине пре него што се примени притисак обликовања. Прах треба да поседује велику насипну масу.

Прва и неопходна операција пре синтеровања јесте да се полазни прах компактира одређеним поступком обликовања. Применом притиска у процесу обликовања пресовањем, може се постићи да прах заузме и до 50 % расположиве запремине калуца. Хаотично паковане сфере заузимају и до 60 % расположиве

запремине. Бољи резултати паковања постижу се бирањем најпогоднијег поступка паковања честица у калуп, од којих је један вибрациони поступак.

6.2.4 Синтеровање у чврстој фази

Честице праха чистих кристалних материјала, када су компактне и загрејане у атмосфери у којој су оне стабилне на погодној високој температури али испод тачке топљења, обично ће бити везане заједно, без формирања течне фазе. Овај процес синтеровања чврстог тела дешава се при појединачном атомском кретању. Основна опажања у процесу синтеровања чврстог тела су смањење површине и повећање чврстоће компактног праха. У већини случајева то је праћено приближавањем честице према честици (тј. згушћавањем) и растом зрна. Мале количине адитива могу да промене процес.

Типичан резултат синтеровања у чврстој фази метала и јонски везаних керамика је непровидан материјал који садржи остатак порозности и раст зрна која су много већа од синтерованих честица. Ковалентно везани материјали обично показују губитак површине и повећање зрна са малим згушћавањем или без њега. У ретким случајевима, кристално керамички материјали синтеровани су до близу теоријске густине и они обухватају адитиве за контролу релативног раста зрна према згушћавању и кретању пора.

Посматрано смањење површине током синтеровања доказ је покретачке силе за процес, а то је смањење укупне слободне површинске енергије. Количина расположиве енергије за синтеровање релативно је мала али и растојање које материја треба да пређе је такође мала (реда величине честице), тако да градијент хемијског потенцијала треба да буде велики. Према томе, синтеровање се може вршити на умереним брзинама и на довољно високим температурама [109].

7. Методе испитивања материјала

У овом поглављу описане су механичка, микроскопска испитивања и рендгенска анализа керамичких материјала.

7.1 Механичка испитивања материјала

Механичка својства карактеришу понашање материјала под дејством спољне силе. Оне имају важну улогу у оцени квалитета материјала и утврђивању могућности њихове примене. Под дејством спољних сила долази до промене расподеле честица чврстог тела и настанка деформације. Ако по престанку дејства спољних сила, честице чврстог материјала поново заузму првобитне – равнотежне положаје онда се за деформације каже да су еластичне. Ово својство назива се еластичност. Границе еластичности зависе од састава и структуре материјала и одређују се експериментално. Повећањем спољних сила изнад границе еластичне деформације настаје трајна деформација која се назива пластична деформација. Ако се деформација даље повећава долази до кидања материјала – крти лом. Граница кидања одређује се експериментално, а зависи од структуре и услова експеримента [110].

При одређивању деформације керамичког материјала, потребно је познавати везу између оптерећења, облика и димензија тела, као и промену напрезања и величину силе која делује између атома (енергија кристалне решетке).

Разарање кристалног материјала одиграва се као последица истовременог дејства напрезања, које се појављује као резултат утицаја спољних сила (оптерећење) и дислокација које су најчешће узрок појаве прскотина и напрезања, а према томе и разарање материјала.

Механичка напрезања могу бити разноврсна што зависи од начина на који делује спољна сила и врсте деформације које при томе настају [111]. Према начину деловања силе, испитивања се могу поделити на две врсте:

- статичка испитивања, код којих сила постепено расте у јединици времена
- динамичка испитивања, код којих се деловања силе врши ударом.

Према начину и правцу деловања спољних сила. Које доводе до разарања узорка, испитивања могу бити:

- на савијање
- на притисак
- на смицање
- на истезање
- на увијање
- на хабање

У зависности од температуре на којој се испитивања обављају, разликују се испитивања на нормалној температури, мада се по потреби више и испитивања на ниској, високој и променљивој температури (термошокови) [112].

Основне врсте деформација чврстих тела, на које се могу свести сви други видови деформација су: линеарно истезање или сабијање и смицање. У сагласности са том чињеницом, својства чврстих тела одређују две константе: Јунгов модул (E) и модул смицања (G).

Одређена зависност између притиска, напрезања и линеарног издужења код чврстих тела дефинисана је Хуковим законом који је применљив само за напоне који не прелазе границу еластичности. Овај закон еластичне деформације представља линеарну зависност између силе F и изазване деформације (издужење или скраћење) Δl , односно [113]:

$$F = E \cdot S \cdot \frac{\Delta l}{l} \quad (6)$$

где је:

l – почетна дужина узорка

S – површина попречног пресека.

Зависност између напона и дилатације у границама еластичности може се приказати једначином:

$$\delta = E \cdot \varepsilon \quad (7)$$

где је:

ε – деформација (напон) и дефинисана је односом $\varepsilon = \Delta l/l$

E – коефицијент пропорционалности или модул еластичности (Јунгов модул) као и напон.

Деформације су веће уколико су веће силе које делују на узорак.

У случају простог смицања веза између силе и деформације дефинише се једначином:

$$F = G \cdot S \cdot \frac{\Delta l}{h} = G \cdot \operatorname{tg} \alpha \quad (8)$$

Приликом издужења узорка при истезању долази до смањења његове дебљине. Однос релативне промене дебљине према релативној промени дужине назива се Поасонов коефицијент, η

$$\eta = \frac{\frac{\Delta d}{d}}{\frac{\Delta l}{l}} \quad (9)$$

Веза између Поасоновог коефицијента, модула еластичности и модула смицања дата је следећим изразом:

$$\eta = \frac{E}{2G} - 1 \quad (10)$$

Керамички материјали се по својим физичко – механичким карактеристикама битно разликују од метала јер им механичка својства директно зависе од структуре и текстуре материјала, међумолекулских сила, порозности и специфичних карактеристика материјала као што су крутост и жилавост. Керамички материјали имају малу жилавост, крти су и лако се ломе [114].

7.2 Микроскопске методе испитивања

Микроскопске методе испитивања и проучавања материјала омогућавају одређивање многих важних параметара везаних за структуру, текстуру, морфологију и друге карактеристике материјала. Микроскопска испитивања доприносе проучавању оштећења насталих у процесу сушења и печења материјала, карактеристика глазури, а такође и квантитативних односа у

микроструктури материјала. Микроскопска анализа представља врло поуздану, брзу и прецизну, а и релативно једноставну методу незаменљиву у испитивању керамичких материјала.

7.2.1 Скенинг електронска микроскопија

Скенинг електронску микроскопију (SEM) карактерише релативно лака припрема узорака и могућност непосредног посматрања структуре узорака у три димензије. Изглед SEM микроскопа приказан је на слици 26.



Слика 26. SEM микроскоп ^[115]

Скенинг електронска микроскопија се посебно примењује у области микроструктуре керамичких материјала. Она даје могућност анализирања различитих феномена на основу којих се могу дефинисати модели одвијања различитих процеса [116].

Припрема узорака за SEM микроскоп у директној је вези са врстом анализе која се примењује. Код ових микроскопа све анализе могу се поделити у две групе:

- морфолошке анализе – када се микроскоп и слике добијене коришћењем различитих детектора користе за морфолошку карактеризацију узорака
- хемијску анализу – када се микроскоп и додатни уређаји (*EDS* и *WDS*) користе за утврђивање хемијског састава.

У зависности од типа анализе која се ради, бира се и начин припреме узорка. Када се ради о морфолошкој анализи односно када је потребно добити информацију о облицима и изгледу површине узорка, основни захтев је да се припремом не промени изглед површине. Основна улога СЕМ микроскопа је морфолошка анализа, док је од секундарног значаја могућност елементарне анализе применом *EDS* и *WDS* детектора.

Прва одлука за припрему узорка треба да је донесена при дефинисању врсте информације која је потребна. Друга важна чињеница о којој треба водити рачуна је електрична проводљивост узорка.

Провидни узорци у принципу се могу анализирати тако што се најпре површина узорка прекрије слојем легуре *Ag/Pd* у циљу спречавања оксидације површине узорка и контаминације. Са друге стране дебелина слоја није велика и не ремети морфологију површине [117].

Код примене непроводних узорка увек је потребно напаравање слојем који може бити од различитог материјала. У пракси се користе угљеник, легура злато-паладијум, волфрам, бакар, алуминијум као и комбинације ових елемената ради побољшавања контраста на самом узорку. При наношењу слоја треба водити рачуна о дебелини нанетог слоја и то из два разлога. Уколико се ради о морфолошким испитивањима, сувише дебео слој додатног материјала може да промени морфолошке карактеристике, а ако је у питању елементарна хемијска анализа, долази до анализе нанетог слоја а не до анализе узорка [96].

Скенирајући електронски микроскоп за формирање слике користи сноп електрона уместо светлости. Овај начин посматрања слике има више предности у односу на посматрање коришћењем светлосног микроскопа: већа дубина поља оштрине што омогућава посматрање веће области узорка, већа резолуција слике што омогућава уочавање ситних детаља, релативно једноставна припрема узорка, иако већина скенирајућих електронских микроскопа захтева да узорци буду проводљиви.

Сноп електрона производи се загревањем металног влакна и усмерава се у вертикалном правцу кроз тело микроскопа. Сноп електрона пролази кроз електромагнетна сочива која фокусирају и усмеравају сноп према узорку. Када стигне до узорка сноп електрона се одбија од површине и тако настају секундарни

електрони који се усмеравају ка детектору који их скупља и претвара у сигнал који се шаље на екран који је сличан ономе код телевизора и на тај начин се формира слика [118].

7.3 Рендгенска анализа керамичких материјала

Помоћу рендгенске анализе може се извршити квалитативна и квантитативна минеролошка анализа материјала. Могу се одредити врсте: кристалне решетке, величине кристала, присуство појединих фаза у систему. Примена рендгенских зрака у испитивању и анализи кристалне материје омогућила је мерења међураванских растојања и одређивање положаја различитих атома или јона у кристалу, што је допринело одређивању кристалне структуре чврстих материјала.

У основи рендгенске анализе леже две значајне особине рендгенских зрака:

1. моћ продирања кроз кристалну структуру
2. способност дифракције од структурних јединица кристала (атоми, јони, молекули).

Рендгенска дифракција представља једну од главних метода квалитативне минеролошке анализе синтерованих керамичких функционалних и конструкционих материјала. Она има широку примену у анализи порцелана, фајанса, полупорцелана, ватросталних материјала, електропорцелана, грађевинских материјала, електронских материјала итд [119].

Познавање минеролошког састава керамичких маса има велики значај због чињенице да присуство појединих минерала у маси директно утиче на својства материјала и могућност његове примене, тако да се може успоставити веза:

Минеролошки састав → својства материјала → примена

Преглед појединих минералних врста које се могу наћи у микроструктури различитих керамичких маса fine и техничке керамике, ватросталних и грађевинских материјала приказан је у табели 7.

Табела 7. Преглед карактеристичних минерала у керамичким масама детектованих Рендгенском дифракцијом ^[119]

Минерал	Кристални систем	Минерал у коме се појављује
кварц SiO_2	хексагоналан	порцелан, динас, кордијерит, шамот
крстобалит SiO_2	тесералан	шамот, динас, порцелан
тримит SiO_2	ромбичан	динас, силика
воластонит $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	моноклиничан, триклиничан	фајанс, динас
фајалит $2\text{FeO} \cdot \text{SiO}_2$	ромбичан	динас, хром - магнезит
монтichelит $\text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$	ромбичан	магнезит, доломит, хром - магнезит
мулит $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$	ромбичан	шамот, порцелан, фајанс, мулкорит
корунд α - Al_2O_3	хексагоналан	алумо-силикатни материјали, шамот
периклас MgO	тесералан	магнезит
Магнезиоферит $\text{MgO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$	тесералан	магнезит, хром - магнезит, хромит
форстерит $2\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$	ромбичан	магнезит, хром - магнезит
клиноенстатит $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$	моноклиничан	хромит, хром - магнезит, стеатит, фостерит
мервинит $3\text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2$	моноклиничан	магнезит, доломит
акерманит $2\text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2$	тетрагоналан	магнезит
анорит $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$	триклиничан	магнезит, доломит
кордијерит $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$	ромбичан	магнезит, кордијерит, доломит
дикалцијумсиликат $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	хексагоналан	магнезит, доломит, цем. клинкер
трикалцијумсиликат $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	псеудо- хексагоналан	доломит, цем. клинкер
хромспинели/ $\text{FeMg}/\text{O}(\text{CrAl})_2\text{O}_3$	тесералан	хромит, хром - магнезит

Дат је део најважнијих минерала који се јављају у микроструктури синетрованих материјала, уз податак о начину кристализације и типу масе у којој се минерали појављују [120].

8. Методе препознавања облика

Приликом изучавања одређених феномена у науци о материјалима веома често се појаве документују сликама или облицима. Појавом анализе слике омогућено је да се ова запажања осим описно дефинишу и бројним вредностима. Када се оваква постматрања обављају на више узорака генерише се значајан број података чија се обрада изводи искључиво коришћењем технике мултиваријантне анализе. Резултат овакве обраде јесу подаци који се потом могу повезати са својствима материјала или са описима њихове структуре. Са овим циљем мултиваријантна анализа користе се за интерпретацију података добијених анализом слике и повезивањем са својствима материјала или на пример за повезивање хемијских састава са наменом глине [121] или на пример повезивањем хемијских састава археолошке керамике са њеним пореклом [122, 123].

У зависности од природе проблема који се изучава примењују се или методе обучавања без надгледања (несупервизијско обучавање (енг. *Unsupervised methods*) или методе обучавања са надгледањем (супервизијско обучавање, енг. *Supervised methods*), мада има примера и њиховог комбиновања. Избор погодне методе није одређен само скупом који ће се анализирати, његовом структуром и особинама, већ и наменом резултата који ће се након анализе добити. Резултати примене мултиваријантне анализе могу се посматрати као:

- редукција димензија
- екстракција обележја и
- класификација.

Ако је почетни скуп података формиран од великог броја променљивих потребно је искористити методе мултиваријантне анализе за редукцију димензија. Процес редукције димензија обично је усмерен на смањење броја међусобно јако корелисаних променљивих на мањи број некорелисаних променљивих који ће учинити могућом визуелизацију структуре почетног скупа. Примена одређене технике мултиваријантне анализе за редукцију димензија зависи и од тога шта је циљ саме анализе, тј. да ли је то испитивање структуре унутар почетног скупа

података, класификација или екстракција обележја. Екстракција обележја и/или класификација могу, али и не морају да буду резултат редукције димензија и за последицу имају утврђивање међусобне повезаности и утицаја појединачних обележја у почетном скупу на структуру скупа (класификацију). Класификација може бити директна последица редукције димензија, али може бити и унапред захтевана.

У практичној примени, најзаступљенија метода обучавања без надгледања је анализа главних компоненти (енг. *principal component analysis, PCA*), док су мање заступљене мултидимензионо скалирање (енг. *multidimensional scaling, MDS*), самоорганизујуће мапе (енг. *Self - organizing map, SOM*) и анализа независних компоненти (енг. *independent component analysis, ICA*). Од метода са надгледањем најчешће се користи Фишерава линеарна дискриминантна анализа (*fLDA*), док се мање користе квадратна дискриминантна анализа (*QDA*), неуралне мреже, фази (енг. *fuzzy*) логика, *support vector machine learning (SVM)*.

Иако је класификација примарна намена метода са надгледањем оне могу да се користе и за редукцију димензија и екстракцију обележја. Анализе применом метода са надгледањем, уз познату или претпостављену класификацију, готово обавезно резултирају графичким презентовањем података (у облику *2D* или *3D* графика) који на дискриминантан начин приказују претпостављено раздвајање, што је могуће јасније. Резултујућа дискриминантна анализа може бити искоришћена и за идентификацију променљивих које су одговорне за очување претпостављене сепарабилности између класа. Пројектовањем дискриминантне функције (класификатора) ова врста анализе може да се искористи и за предикцију припадности објеката који нису коришћени у процесу обучавања.

Информације генерисане одређеном аналитичком техником, као и комбиновање информација добијених различитим аналитичким техникама, нису препрека за примену одређене методе препознавања облика.

8.1 Редуција димензија коришћењем анализе главних компоненти (PCA анализа)

Анализа главних компоненти позната и као *Karhunen – Loeve (KL)* трансформација, примењена је као метода за редуцију димензија и екстракцију обележја. Прво ју је увео Пирсон 1901. године, усавршио је Хотелинг 1933. године, а интензивна примена наступа са појавом рачунара. PCA припада категорији метода за редуцију димензија без надгледања. Ова метода може се користити на два начина, истовремено или одвојено:

- као метода за редуцију димензија,
- као метода за екстракцију обележја.

Метода се најчешће примењује за редуцију димензија, када се врши линеарна трансформација почетног n - димензионог простора у нови простор значајно мањих димензија, који је одређен максималном варијансом унутар почетног скупа. Пошто је резултат редуције димензија применом PCA методе генерисање нових, међусобно некорелираних променљивих које су линеарна комбинација оригиналних, ова метода се може користити и као метода за екстракцију обележја. На овај начин омогућено је утврђивање односа између појединачних почетних променљивих који нису били очигледни умноштву информација садржаних у почетном мултиваријантном скупу података. Постоји потенцијална могућност за класификацију која може бити последица редуције димензија помоћу PCA, јер је природа ове методе без надгледања, тј. не користи се знање о претходној структури скупа. Ако се испостави да постоји могућност класификације података који су одређени применом PCA технике, генерише се још један квалитет у интерпретацији добијених резултата. Постоји могућност и да се резултати класификације утврђени применом рецимо кластерске анализе провере и потврде применом PCA анализе.

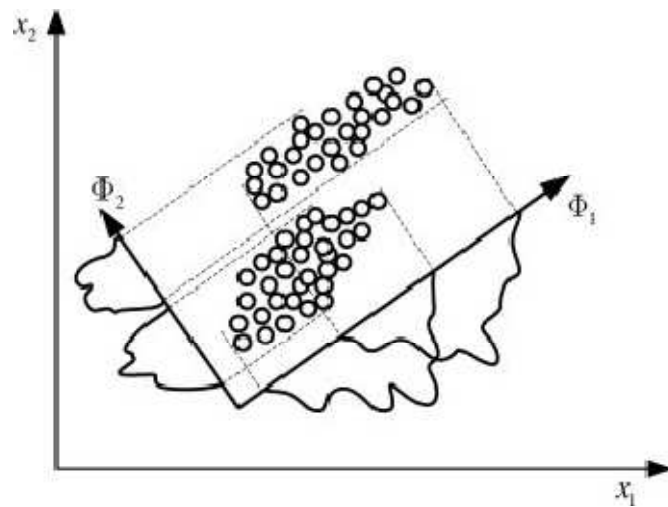
Током мерења генерише се почетни скуп улазних података X (математички репрезентован матрицом X , димензије $n \times m$), кога чине измерене вредности жељених параметара (n - та димензија, колоне скупа X) за свако појединачно мерење (m - та димензија, врсте скупа X). Другим речима, у току процеса мерења

генерише се укупно m различитих n - димензионих вектора којима је описано свако појединачно мерење. Редукција димензија скупа X коришћењем PCA технике врши се пројекцијом n - димензионих података у подпростор мање димензије d . Ову пројекцију је најједноставније представити у облику израза:

$$X = \Phi Y \quad (11)$$

где се полазни скуп X апроксимира са два нова скупа Y (димензија $n \times d$) и Φ ($d \times m$), мањих димензија од $n \times m$. Апроксимација скупа X врши се тако да се минимизира сума квадрата грешке (или другим речима, да се максимизује варијанса). Овим поступком генеришу се нове променљиве (уобичајено се називају главне компоненте, PC) које представљају линеарну комбинацију полазних (оригиналних, генерисаних у току процеса мерења) јако корелираних променљивих и које носе информацију о варијанси унутар скупа. Новогенерисане променљиве су међусобно некорелисане. Редукција димензија врши се пројектовањем n - димензионих вектора у простор Y , који је одређен главним компонентама, и најпожељније је да се графички прикаже представљањем ове пројекције у дво - или тродимензионом координатном систему формираном од првих главних компоненти, $PC1$ и $PC2$ или $PC3$, респективно у опадајућем редоследу варијансе коју описују. Еквивалентно овом поступку, пројектовањем вектора X у простор Φ формира се график у коме су у простору одређеном PC осама представљене пројекције n променљивих.

Геометријски, PCA се може описати као ротација оса оригиналног (почетног) координатног система у нови скуп ортогоналних оса које су одређене варијансама почетних података на које се односе, слика 27. Свака компонента има различит степен информативности и пожељно је да првих неколико (најпожељније две или три) од њих буду најинформативније, тј. да урачунају највећи проценат варијансе полазног скупа (идеално је да прве три главне компоненте описују око 95 % варијансе унутар скупа X).



Слика 27. Геометријски приказ редукције димензија (илустрација значаја избора простора за класификацију) ^[124]

PCA не користи информацију о структури полазног скупа података, чиме постаје изузетно корисно оруђе за екстракцију оних обележја у мултиваријантним скуповима података који остају „сакривени“ носиоци информација [125]. Екстракција обележја у току анализе главних компоненти за резултат има издвајање релеватних информација од „шума“ и комбиновање више променљивих које описују једну карактеристику у само једну или неколико „карактеристичних“ променљивих [126].

PCA метода зависи од димензије варијабли почетног скупа [127, 128]. Ова чињеница проистиче из тога да се резултати *PCA* анализе сагледавају на основу линеарне пројекције у простор одређен главним компонентама. Да би се овакав приказ учинио погодним за извођење закључака о структури података неопходно је на неки начин прилагодити почетне податке. Променљиве се пре *PCA* анализе стандардизују на нулту средњу вредност и јединичну варијансу (што је неопходно ако су мерене варијабле изражене у различитим јединицама), тј. врши се аутоскалирање података мерења. Ако су параметри измерени у истим јединицама, стандардизација се своди на произвољан избор мерних јединица.

8.1.1 Математички апарат за реализацију PCA

Само израчунавање главних компоненти, PC је математички једноставно и састоји се од следећих корака:

- За читав скуп података (матрицу X) одреди се n - димензиони вектор средње вредности μ и $n \times n$ коваријациона матрица Σ_X .
- Потом се израчунавају својствени вектори и њима одговарајуће својствене вредности, од којих се потом одабере првих d у опадајућем низу.
- На овај начин формира се квадратна матрица A , димензија $d \times d$, чије колоне представљају d својствених вектора [129].

При коришћењу анализе главних компоненти није потребно познавање математичких детаља и алгоритама који се користе, због постојања великог броја стандардизованих софтверских пакета за њену реализацију који су лако доступни и више или мање једноставни за коришћење. Зато ће овде бити представљени само основни математички изрази. PC1 је линеарна комбинација променљивих:

$$t_1 = x_1\phi_{11} + \dots + x_m\phi_{m1} \quad (12)$$

са непознатим коефицијентима (вектор оптерећења)

$$\phi_1 = (\phi_{11}, \dots, \phi_{m1})^T \quad (13)$$

t_1 треба да има максимално одступање, то значи $\text{Var}(t_1) \rightarrow \max$, под условом да је $\phi_1^T \phi_1 = 1$. За PC2 је

$$t_2 = x_1\phi_{12} + \dots + x_m\phi_{m2} \quad (14)$$

где се тражи да је $\text{Var}(t_2) \rightarrow \max$, под условом $\phi_2^T \phi_2 = 1$ и ортогонално ограничење $\phi_1^T \phi_2 = 0$, где је

$$\phi_2 = (\phi_{12}, \dots, \phi_{m2})^T \quad (15)$$

Слично томе, k – ти PC ($3 \leq k \leq m$) је дефинисан као што је горе описано повећањем варијансе под ограничењима да нови вектор оптерећења има дужину један и да је ортогоналан на свим претходним правцима. Сви вектори ϕ_j могу бити груписани као колоне у матрици Φ .

Генерално променљива резултата t_j која одговараја вектору оптерећења b_j може бити написана као:

$$Var(t_j) = Var(x_1\phi_{1j} + \dots + x_m\phi_{mj}) = \phi_j^T Cov(x_1, \dots, x_m)\phi_j = \phi_j^T \Sigma \phi_j \quad (16)$$

за $j = 1, \dots, m$, под ограничењима $\Phi^T \Phi = 1$. Овде, Σ је коваријациона матрица. Максимизација проблема под ограничењима може бити написана као Лагранжеов израз:

$$\varphi_j = \phi_j^T \Sigma \phi_j - \lambda_j(\phi_j^T \phi_j - 1) \text{ за } j = 1, \dots, m \quad (17)$$

са Лагранжеовим параметрима λ_j . Решење овог израза се добија израчунавањем извода у односу на непознете векторе ϕ_j и постављањем да је резултат једнак нула. Ово даје једначину:

$$\Sigma \phi_j = \lambda_j \phi_j \text{ за } j = 1, \dots, m \quad (18)$$

која је позната као својствени проблем. То значи да ће се решење за непознате параметре наћи узимањем за ϕ_j својствене векторе од Σ , а за λ_j одговарајуће сопствене вредности. Према једначини 16, варијансе за PC - ове су једнаке сопственим вредностима,

$$Var(t_j) = \phi_j^T \Sigma \phi_j = \phi_j^T \lambda_j \phi_j = \lambda_j \quad (19)$$

и пошто вектори и њихове одговарајуће сопствене вредности су у опадајућем реду, такође се и варијансе PC – а смањују са вишим редом. Према томе, матрица Φ са коефицијентима линеарне комбинације је матрица својствених вектора, која се назива матрица оптерећења [130]. Сви алгоритми за решавање PCA су итеративни и за велике скупове података представљају дуготрајан процес. Детаљан опис и израчунавање различитих алгоритама са хеометријске тачке гледишта може се наћи у литератури [131].

8.2 Дискриминантна анализа

Редукција димензија вишедимензионих скупова података може се извршити на различите начине. У случају познате структуре скупа, тј. постојања знања о класној структури унутар почетног скупа могуће је применити технике са надгледањем за редукцију димензија. Једана од најпогоднијих је дискриминантна анализа. Примена ових метода је значајна и зато што се у току процеса редукције димензије, у истом поступку остварује класификација и екстракција обележја. И у овом случају редукција димензија се остварује линеарним пресликавањем које је описано једначином (11).

За дати скуп података X , заједничка идеја линеарних метода класификације је да се пронађе једна или више линеарних функција од x – варијабли које могу да се користе за класификацију и које се називају линеарне латентне варијабле. Традиционалне технике мултиваријантне анализе за ову намену су линеарна дискриминантна анализа и разне друге линеарне регресионе методе.

Претпоставља се да је зап објеката мерено m карактеристика (променљивих) и да објекти потичу из L различитих група. Претпоставља се да се групе састоје од, n_1, \dots, n_k објеката, где је $n_1 + \dots + n_k = n$. Постоје два различита приступа за извођење правила за дискриминацију између група: Бајесов (*Bayesian*) и Фишеров (*Fisher*) приступ [132, 133]. Фишеров приступ је првобитно предложен за дискриминацију две групе (бинарна класификација) а касније је проширен за више група [134].

Процес класификације може се дефинисати као проблем одређивања класе којој припада нови узорак, тј. непознати узорак или онај који није коришћен у процесу обучавања. Поступак који утврђује припадност новог податка одређеној класи - класификација, реализује се коришћењем претходно пројектованог класификатора на скупу за обучавање у коме је, за сваки узорак, позната припадност одређеној класи. Класификатор представља математичку функцију којом се врши пресликавање улазних информација - обележја, у одређену категорију, тј. класу на излазу.

Полазећи од једначине (11) потребно је одредити матрицу Φ на начин да се унапред одређена припадност одређеној класи очува у највећој мери, уз истовремено задовољење и почетног услова који је класификација L класа, у које су распоређени елементи почетног скупа X . Нека је $X = \{x_1, x_2, \dots, x_n\} \in \mathcal{R}^{n \times m}$ почетни скуп, који се састоји од m података распоређених у L класа, описаних помоћу n промеливих (обележја). Матрице расејања дефинишу се на следећи начин [135]:

- Матрица унутаркласног расејања

$$S_w = \sum_{i=1}^L p_i \Sigma_i \quad (20)$$

- Матрица међукласног расејања

$$S_b = \sum_{i=1}^L p_i (M_i - M_0)(M_i - M_0)^T \quad (21)$$

Поред ове две матрице, практичну примену нашла је и мешовита матрица расејања:

- Мешовита матрица расејања је

$$S_m = S_b + S_w \quad (22)$$

где p_i, Σ_i, M_i и M_0 , представљају *a priori* одређену вероватноћу, коваријациону матрицу, векторе средње вредности унутар i -те групе и читавог скупа података,

респективно. У практичним ситуацијама *a priori* вероватноће могу бити одабране тако да буду једнаке за сваку претходно дефинисану групу, може бити изабрана вредност односа броја чланова унутар посматране категорије и укупног броја узорака у почетном скупу, а постоје и ситуације када се нека група циљано фаворизује тако што јој се придружује највећа од свих вредности p_i .

Оптимална линеарна трансформација Φ (у смислу класификације) може да се одреди истовременом минимизирањем трага матрице која очувава унутаркласну кохезију и максимизирањем трага матрице која описује међукласну сепарабилност. Начин да се овај захтев испуни је максимизација неког од критеријума сепарабилности [135]. Један од најпогоднијих и најчешће коришћених за оптимизацију линеарне трансформације (11) је критеријум количника трага (енг. *ratio trace criterion*):

$$J_1 = \text{tr}(S_2^{-1} S_1) \quad (23)$$

Где S_1 и S_2 могу бити било које од матрица S_w , S_b или S_m . Овај критеријум је од нарочитог значаја јер за разлику од осталих критеријума, једини води рачуна да се редукција димензија мора извршити поштујући претходно дефинисани захтев. Експлицитно решење критеријума сепарабилности J_1 , представља трансформациона матрица Φ , добијена као решење у процесу уопштене сингуларне декомпозиције (*SVD*) матрице $S_w^{-1} S_b$. На тај начин матрицу Φ сачињава d својствених вектора којима одговара d највећих својствених вредности.

Избор оптималне трансформације, другим речима најпогоднијег правца, новоформираног d – димензионог простора, омогућава да се новоформиране промељиве, којима је одређен простор пресликавања, могу сматрати најбољим обележјима за класификацију.

Проблеми класификације срећу се у многим областима и налазе широку примену у свим аспектима људског живота, нпр. препознавање куцаног и писаног текста, препознавање говора, идентификација употребом биометријских обележја, класификација докумената, интернет претраживање, препознавање облика.

9. Математичко моделовање анализе простирања топлоте током термошока

Моделовање представља један од основних процеса људског ума. Оно је уско повезано за начин људског размишљања и решавања проблема. Моделовање изражава способност да се мисли и замишља, да се користе симболи и језици, да се комуницира, да се врше генерализације на основу искуства, да се процењује и предвиђа, да се управља процесима и објектима, да се излаже значење и сврха. Управо зато, моделовање се најчешће посматра као најзначајније концептуално средство које човеку стоји на располагању.

У најширем смислу, моделовање представља исплативо (у смислу трошкова) коришћење нечега (модел) уместо нечега другог (реални систем) са циљем да се дође до одређеног сазнања. Резултат моделовања је модел. Модел је упрошћена и идеализована слика реалности која нам омогућава да се суочимо са реалним светом (системом) на поједностављен начин, избегавајући његову комплексност и иреверзибилност, као и све опасности (у најширем смислу речи) које могу проистећи из експеримента над самим реалним системом. Другим речима, модел је опис реалног система са свим оним карактеристикама које су релевантне из нашег угла посматрања. То значи да у процесу моделовања мора да се изабере између оних елемената и карактеристика система које су од значаја за истраживање и које ће бити обухваћене моделом и преосталих, ирелевантних, које модел неће садржати. Према томе, модел представља упрошћену слику реалног система, па као такав не сарджи само објекте и атрибуте реалног система, већ и одређене претпоставке о условима његове валидности [136].

9.1 Одређивање расподеле температуре и напрезања у ватросталном узорку изложеном термошоку

Ниво апстракције у процесу моделовања утиче на валидност модела, односно на успешност представљања реалног система моделом. Проблем валидације модела јавља се у сваком процесу моделовања, а проистиче из

чињенице да је модел увек поједностављен поглед на реални систем који је предмет посматрања. Сувише сложени или савршени модели који имају способност да за исти скуп улазних величина производе исте излазне величине као и реални системи, по правилу су прескупи и неадекватни за експериментисање. Сувише поједностављени модели не одсликавају на прави начин посматрани систем, а резултати који се добијају њиховом применом могу да буду неадекватни и погрешни.

За представљање система користе се различити модели, као што су: ментални (мисаони), вербални, структурни, физички, аналогни, математички, симулациони, рачунарски и разни други модели. Често се деле на материјалне (модел хемијске структуре молекула) и симболичке моделе (математички, концептуални, рачунарски, симулациони итд.)

У материјалима који су изложени наглим променама температуре долази до појаве напона који изазивају настајање нових или ширење већ постојећих пукотина у материјалу. Када пукотина достигне критичну вредност долази до пуцања материјала. Да би се одредило које су то критичне вредности прскотина потребно је прво познавати температурни профил, а из њега добити профил или расподелу сва три основна напона која постоје у материјалу: радијални, тангенцијални и аксијални напон. Познавање све три вредности напона у свакој тачки материјала омогућава добијање вредности прскотина у свакој тачки. Треба нагласити да појаву прскотина могу да изазову само напони који проузрокују појаву савијања у материјалу а то су напони већи од нуле.

9.1.1 Нестационарни пренос топлоте – општи појмови

Термостабилност ватросталног материјала представља отпорност материјала на нагле промене температуре. Ватростални материјали се уграђују у озиде пећи и агрегате који су при раду изложени топлотним ударима мањег или већег интензитета. Зависно од места уградње, за поједине делове на индустријским пећима, где су топлотне промене нарочито изражене и/или честе морају се користити материјали који су изразито термостабилни.

Термостабилност се може посматрати са два становишта: преноса топлоте и механике лома. При разматрању преноса топлоте поставља се и решава једначина нестационарног преноса топлоте, јер се у реалним условима углавном јавља нестационарни пренос топлоте.

У случају нестационарног преноса топлоте, уз претпоставку да физичке величине имају константне вредности, једначина нестационарног преноса топлоте може се писати у облику [137]:

$$\nabla^2 T = \frac{1}{\kappa} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (24)$$

где је κ – коефицијент топлотне проводљивости,

T – температура,

t – време.

Уколико се разматра једнодимензиони пренос топлоте, у x - правцу, тада једначина добија облик [137]:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{\kappa} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (25)$$

Решења наведених једначина везују се за одређену геометрију узорка, као и за граничне и почетне услове [138, 139]. У литератури су позната два типа решења једначине нестационарног преноса топлоте: аналитичка и нумеричка. Аналитички начин решавања подразумева да су физичка својства константна, као и коефицијент преноса топлоте. Код нумеричког начина решавања, у једначину нестационарног преноса топлоте треба уврстити темепратурно зависне параметре, било да су то физичка својства или коефицијент преноса топлоте [140, 141].

Расподела напона у бесконачном цилиндру са радијалном тепературном променом у времену $\sigma(r,t)$, може се одредити помоћу јеначина [142]:

$$\sigma_r = \frac{\alpha E}{1-\nu} \left(\frac{1}{a^2} \int_0^a T dr - \frac{1}{r^2} \int_0^r T dr \right), \quad (26)$$

$$\sigma_\theta = \frac{\alpha E}{1-\nu} \left(\frac{1}{a^2} \int_0^a T dr + \frac{1}{r^2} \int_0^r T dr - T \right), \quad (27)$$

$$\sigma_z = \sigma_r + \sigma_\theta, \quad (28)$$

где су σ_r , σ_θ , σ_z , радијална, тангенцијална и аксијална компонента напона.

На основу анализе резултата расподеле температуре и напрезања могуће је лоцирати области највиших температура, максималних напрезања, као и одредити однос затезних и смицајних напрезања. Анализа расподеле напрезања може делимично објаснити понашање материјала изложеним наглим променама температуре.

У ватросталним материјалима изложеним наглим температурним променама долази до индуковања напона [143]. Напони се јављају као последица неједнаког ширења (скупљања) јединичних запремина тела, када је онемогућено њихово слободно ширење. До неједнаког ширења долази из два разлога: нелинеарности температурног профила дуж тела и због нехомогености и неизотропности материјала.

Ватростални материјали су композитни материјали, тј. састоје се од више компонената, а понекад и од више фаза па самим тим они нису ни хомогени ни изотропни. Компонентне или фазе имају различите коефицијенте ширења, што за последицу има да се на пример при загревању, неки јединични делови материјала шире више а неки мање. Пошто је материјал ограничен својом запремином, доћи ће до појаве напрезања.

Други разлог појаве напрезања је нелинеарност температурног профила. Нека је материјал и хомоген и изотропан (што је реткост у пракси) ипак температура никад није униформна по целој запремини. Нелинеарност температурног профила је последица преноса топлоте. Као резултат те нелинеарности добија се да поједини јединични делови материјала навишим односно нижим температурама, што опет има за последицу неједнако ширење у материјалу и појаву напрезања (напона). У пракси су присутна оба ефекта.

Из овог разматрања види се да напрезање у било којој тачки узорка одређује расподела температура, затим облик узорка и физичка својства материјала: Јунгов модул елстичности, коефицијент термичког ширења и Поасонов однос. Уколико су познати сви ови параметри, тада се напрезање може израчунати за било коју тачку тела [144].

9.1.2 Одређивање расподеле температуре и напона у узорку

Да би се одредила расподела напрезања затим и расподела оштећења потребно је познавати пре свега температурну расподелу у оквиру посматраног температурног поља. Постоје два типа температурног поља [145]:

- стационарно температурно поље
- нестационарно температурно поље.

Стационарно температурно поље карактеришу константне вредности температуре у посматраној тачки у функцији времена. Температура у том случају представља само функцију просторних координата. Нестационарно температурно поље поред наведене зависности од просторних координата показује и временску зависност тј. температура представља функцију времена и простора. У теорији и пракси срећу се два типа нестационарних процеса. То су загревање и хлађење. Друга подела нестационарних процеса је на периодичне и непериодичне. Код периодичних процеса температура унутар тела је периодична функција времена. Даље се периодични нестационарни процеси деле на регуларне и нерегуларне. Регуларни нестационарни периодични процеси представљају се хармонијским функцијама (синусна, косинусна итд.), а нерегуларни цикличним функцијама (тангенс). У случају непериодичне промене температуре, промена се изводи преко неке, у општем случају, нелинеарне функције времена.

При одређивању температурске расподеле полази се од решавања једначине нестационарног преноса топлоте (решавање применом коначних разлика). Ова једначина се користи као полазна једначина за описивање читавог низа случајева простирања топлоте механизмом кондукције. Да би се неки процес могао прецизно дефинисати потребно је математички дефинисати све особености процеса. Те особености процеса које заједно са диференцијалном једначином описују у потпуности процес називају се услови једнозначности. Они обухватају:

- геометријске услове којима се карактеришу облик и величина тела у коме се одиграва процес;

- физичке услове које дефинишу физички параметри тела;
- временске или почетне услове којима се карактерише температурна расподела у почетном тренутку;
- граничне услове који карактеришу узајамно дејство површине чврстог тела и околине флуида. Они се могу задати на три начина:
 - гранични услови прве врсте – којим се задаје температурна расподела на површини тела у било ком тренутку, док су непознати и температурни градијент и топлотни флуks;
 - гранични услови друге врсте – задаје се топлотни флуks, чиме је истовремено задат и температурни градијент, у свакој тачки у било ком тренутку;
 - гранични услови треће врсте – задаје се температура која је у контакту са телом, као и механизам размене топлоте између флуида и тела. Да би се гранични услов задао на овај начин потребно је у разматрање увести и колективни пренос топлоте. Овај тип граничних услова најчешће се среће, пошто је температура флуида обично позната.

Уколико се посматра узорак облика плоче дебљине $2L$, уз апроксимацију да је збирни коефицијент преноса топлоте константан, тад се једначина 24 може написати у облику:

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = \kappa \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} \quad (29)$$

Где је t – време, x – растојање, док је са $\theta(x, t)$ дефинисана температурска разлика:

$$\theta(x, t) = \frac{(T(x, t) - T_f)}{T_o - T_f} \quad (30)$$

Где је $T(x, t)$ температура, T_o – почетна температура, а T_f – температура околине. Величина κ представља коефицијент топлотне проводљивости која се дефинише са $\kappa = k/\rho c$, при чему је k – топлотна проводност, c – топлотни капацитет а ρ – густина узорка.

У литератури су позната многа решења једначине 30 која за основу имају аналитички и нумерички начин решавања.

Према једноставном моделу, расподелу температуре у узорку могуће је одредити коришћењем израза:

$$T(x, t) = T_f + \frac{4}{\pi} (T_0 - T_f) \sum_{j=0}^{+\infty} \frac{\sin\left[\frac{(2j+1)\pi}{2}\left(1+\frac{x}{L}\right)\right] \exp\left\{-\left[\frac{(2j+1)\pi}{2L}\right]^2 \kappa t\right\}}{2j+1} \quad (31)$$

Увођење једначина (29) и (30) тражи одређене апроксимације, као што су:

- одсуство прскотина у узорку,
- изотропни узорак,
- хомогени узорак и
- претпоставка да је реч о нееластичном телу (у еластичном узорку напрезања се „крећу“).

Уколико је позната расподела температуре у узорку, тада је могуће одредити расподелу напрезања у материјалу на следећи начин:

$$\sigma(x, t) = \frac{\alpha E}{1-\nu} \left(-T(x, t) + \frac{1}{2L} \int_{-L}^{+L} T(x, t) dx \right), \quad (32)$$

$$\sigma(x, t) = \frac{\alpha E}{1-\nu} \left\{ -T(x, t) + T_f + \frac{8}{\pi^2} (T_0 - T_f) \sum_{j=0}^{+\infty} \frac{1}{(2j+1)^2} \exp\left\{-\left[\frac{(2j+1)\pi}{2L}\right]^2 \kappa t\right\} \right\} \quad (33)$$

На основу анализе резултата расподеле температуре и напрезања могуће је лоцирати области највиших температуре, максималних затезних напрезања, као и одредити однос затезних и смицајних напрезања. Анализа расподеле напрезања може делимично објаснити понашање материјала изложеног наглим променама температуре [146].

Еластично понашање материјала одређено је познавањем релације напон – деформација у еластичној области. У еластичној области, релација напон – деформација одређена је Хуковим (енг. *Hooke*) законом:

$$\sigma_{ij} = D_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (34)$$

Где σ_{ij} и ε_{kl} представљају компоненте тензора напона и деформације, а D_{ijkl} је тензор коефицијента еластичности. За изотропне материјале важи:

$$D_{ijkl} = \lambda \delta_{ij} \delta_{kl} + \mu (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \quad (35)$$

λ и μ су Ламеове константе које карактеришу особине еластичног изотропног тела и представљају позитивне величине:

$$\lambda = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \mu = G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (36)$$

δ_{ij} је Кронекеров делта симбол:

$$\delta_{ij} = \begin{cases} 1, & i = j \\ 0, & i \neq j \end{cases} \quad (37)$$

Како тензор напона садржи шест независних компонената напона:

$$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_y & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_z \end{bmatrix} \begin{matrix} \tau_{xy} = \tau_{yx} \\ \tau_{xz} = \tau_{zx} \\ \tau_{yz} = \tau_{zy} \end{matrix} \quad (38)$$

Израз 38 представља хиперповрш у шестодимензионалном простору. Нека су:

$$\begin{aligned} I_1 &= \sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3 \\ I_2 &= \sigma_1 \sigma_2 + \sigma_2 \sigma_3 + \sigma_1 \sigma_3 \\ I_3 &= \sigma_1 \sigma_2 \sigma_3 \end{aligned} \quad (39)$$

скалари првог (I_1), другог (I_2) и трећег (I_3) реда тензора напона, односно напонске инваријанте. Последњи израз може се записати, применом Ајнштајновог обележавања по поновљеним индексима, на следећи начин

$$\begin{aligned} I_1 &= \sigma_{ii} \\ I_2 &= \frac{1}{2} \sigma_{ij} \sigma_{ij} \\ I_3 &= \frac{1}{3} \sigma_{ij} \sigma_{jk} \sigma_{ki} \end{aligned} \quad (40)$$

Израз 38, написан преко главних нормалних напона, има облик:

$$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{bmatrix} \quad (41)$$

Тензор напона σ може се разложити на сферни тензор напона S и девијатор напона D :

$$S = \begin{bmatrix} \sigma_m & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_m & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_m \end{bmatrix} D = \begin{bmatrix} \sigma_1 - \sigma_m & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2 - \sigma_m & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 - \sigma_m \end{bmatrix} \quad (42)$$

Инваријанте девијаторског дела тензора напона дефинисане су изразом:

$$\begin{aligned} I'_1 &= \sigma_{ii} \\ I'_2 &= \frac{1}{2} \sigma_{ij} \sigma_{ij} \\ I'_3 &= \frac{1}{3} \sigma_{ij} \sigma_{jk} \sigma_{ki} \end{aligned} \quad (43)$$

где је $\sigma_{ij} = \sigma_{ij} - \sigma_m \delta_{ij}$.

Узимајући у обзир израз 43, друга инваријанта девијатора напона има облик:

$$I'_2 = \frac{1}{6} [(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2] \quad (44)$$

Фон Мизес (енг. *Fon Mizes*) је postavio kriterijum po kome је:

$$I'_2 = k^2 \quad (45)$$

Заменом једначина 44 и 45 добија се израз:

$$(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2 = 6k^2 \quad (46)$$

Израз за фон Мизесов критеријум, може да се напише и у облику:

$$\sqrt{3I_2'} = k\sqrt{3} = \sigma_{eq} \quad (47)$$

Последњи израз дефинише фон Мизесов еквивалентни напон [147]:

$$\sigma_{eq} = \frac{1}{\sqrt{2}} [(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2]^{\frac{1}{2}} \quad (48)$$

9.1.3 Одређивање збирног коефицијента преноса топлоте (h)

Поред тачног математичког дефинисања модела нестационарног преноса топлоте, један од већих изазова је и прецизно одређивање збирног коефицијента преноса топлоте. Овај проблем се још више компликује увођењем у разматрање и феномена кључања, ако се каљење врши у води, што је и најчешћи случај.

Полазећи од разних претпоставки долази се до разних модела који описују овај феномен што прецизније. Као и обично зависно од услова вршења експеримената неки модели дају боље резултате. Углавном су све развијене методе базиране или на статистичким вредностима за h , израчунатим за стационарне услове или на неким теоријским основама.

Овде ће бити изложена Холманова једначина за прорачун коефицијента преноса топлоте. Она врло добро описује феномен природне конвекције, тј. пренос топлоте са зидова тела у околни флуид који мирује [148, 149].

Холманова једначина

По овој једначини средња вредност коефицијента преноса топлоте са хоризонталног цилиндра у флуид који мирује може се описати користећи израз:

$$h = C \frac{(N_{GR} \cdot N_{PR})^n}{\frac{d}{k_f}} \quad (49)$$

где је h - коефицијент преноса топлоте (природном конвекцијом);

N_{GR} - Грасхохов број;
 N_{PR} - Прандтлов број;
 k - термичка кондуктивност;
 d - пречник цилиндра.

Коефицијенти C и n представљају константе које зависе од вредности Грасхоховог и Прандтловог броја. Приликом одређивања коефицијнта преноса топлоте мора се водити рачуна о врсти флуида у коме се каљење врши, а у овом случају коришћена је вода као медијум за каљење. Као што је поменуто феномен кључања додатно усложњава проблем. Из литературе [150] су познате следеће вредности које се препоручују за тај случај, уз усвајање вредности константи $C = 0,53$ и $n = 0,025$ и добија се:

$$h = 0.53 \cdot \frac{(N_{GR} \cdot N_{PR})^{0.25}}{\frac{d}{k_f}}, \quad (50)$$

При чему се Грасхохов број дефинише помоћу израза [150]:

$$N_{GR} = \frac{g\beta(T_0 - T_f) \cdot d^3}{\nu_f} \quad (51)$$

Где је g - убрзање земљине теже;
 β - запремински коефицијент ширења;
 T_0 - температура флуида;
 T_f - температура узорка;
 ν_f - вискозитет флуида;
 d - пречник цилиндра.

За израчунавање Прандтловог броја користи се израз [150]:

$$N_{PR} = \frac{\nu_f}{k_f} \quad (52)$$

где је ν_f - вискозитет флуида;
 k - коефицијент кондуктивности.

9.2 Метода коначних елемената

У претходним деценијама, метода коначних елемената (МКЕ) постала је опште прихваћена нумеричка метода, не само у рачунској механици, већ и у бројним инжењерским дисциплинама. Методологија ове методе развила се од решавања једноставних линеарних проблема у механици чврстог тела до захтевних нелинеарних проблема у готово свим областима примењене физике, а у новије време и многим другим гранама науке. Експанзија коришћења МКЕ у протеклом периоду заснива се на брзом развоју рачунарске технологије, чиме се успешно решава проблем захтевних нумеричких прорачуна. Постоји веома добра доступност програмским пакетима, не само за академско коришћење већ и у индустрији. Међутим, најпознатији пакети су (*ABAQUS*, *ANSYS*, *ADINA*, *NASTRAN*, *LUSAS*, итд.) Поред наведених програмских пакета, који укључују цео процес прорачуна МКЕ, постоје и програми који су намењени искључиво за пре- и постпроцесирање, као што су *PATRAN*, *FEMAP* или *HyperMesh*.

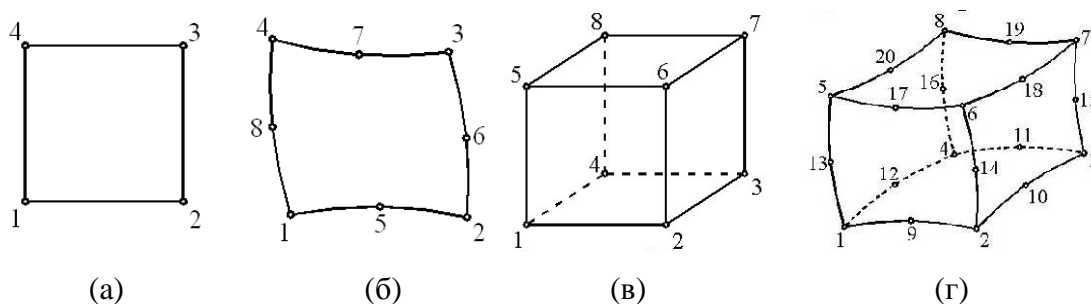
Метода коначних елемената даје приближну расподелу тражене величине у посматраној области, коју није могуће одредити аналитички. Приближно решавање постиже се поделом области (тела) на елементе. Тада се одговарајући физички закони примењују на сваки елемент, а скуп решења по елементима даје решење посматраног проблема.

Поље променљивих у елементу одређено је интерполационим функцијама, које служе за успостављање везе између вредности посматране величине (превасходно померања и напона) у чворовима и њене вредности у произвољној тачки у унутрашњости елемента. Други називи за ове функције који се појављују у литератури су функције облика, базне функције или апроксимативне функције, јер се помоћу њих апроксимирају поља непознатих величина и/или геометрије модела.

Сваки коначни елемент одређен је фамилијом којој припада, бројем и положајем чворова, бројем степени слободе, формулацијом и редом интеграције. Фамилија је одређена геометријом елемента, при чему постоје елементи греде, штапа, плоче, љуске, континуума, специјални елементи, итд. Степени слободе су непознате величине које се израчунавају у сваком елементу, односно чвору, а у

механици деформибилног тела то су померање и напон (уз температуру и топлотни флуks у термомеханичким проблемима).

У анализи жилавости лома најчешће се користе елементи са квадратним интерполационим функцијама (8 – чворни за дводимензионе и 20 - чворни за тродимензионалне проблеме, слика 28 б и г). Такође, заступљени су елементи са линеарним интерполационим функцијама (4 – чворни за дводимензиони и 8 - чворни за тродимензионалне проблеме, слика 28 а и в), који дају нешто мању тачност решења због линеарне интерполације променљивих по елементу.



Слика 28. Коначни елементи облика четвороугла: 4 – чворни са линеарним (а) и 8 – чворни са квадратним (б) интерполационим функцијама; коначни елементи облика хексаедра: 8 – чворни са линеарним (в) и 20 – чворни са квадратним (г) интерполационим функцијама [151]

У одређеним прорачунима, тродимензионални модел се може представити као осносиметричан или разматрати у условима равног стања напона (РСН) или деформације (РСД). Танке епрувете и компоненте од металних лимова се најчешће могу на одговарајући начин приказати моделом за прорачуне у условима (РСН), а епрувете веће дебљине или са бочним жљебовима у условима (РСД). Тродимензионално моделирање је ипак неопходно уколико конфигурација није равна или се вредност неке од величина прати по дебљини. 3D модели имају знатно више елемената и чворова од одговарајућих поједностављених дводимензионалних. Из овога следи да је потребно више времена и већи меморијски простор за нумерички прорачун, а примена постпроцесирања је отежана, па елементи не би требало да буду сувише уситњени [151].

Многе експерименталне, аналитичке и нумеричке теорије о оштећењима насталим као последица термошока у кртим материјалима могу се наћи у литератури. Отпорност на термошок је једна од најважнијих параметара керамике

која се користи на високим температурама. Метода коначних елемената коришћена је за симулацију температура и расподела заосталих напона који се јављају током процеса термошока [152]. Такође је коришћена за испитивање како дебљина узорка на бази алуминијум оксида [153] утиче на отпорност трмошока и на термички замор материјала и добијено је да разлика у критичним темпертурама зависи од дебљине узорака, тј. да је већа вредност темпертуре за дебље узорке. Разлог томе што је потребна виша температура да би се постигао исти ниво напрезања [154]. Метода коначних елемената се примењује и у одређивању микро прскотина у узорцима изложених термошоку [155]. Да би се приказала реалнија слика о датим проблемима могу се правити $2D$ и $3D$ модели узорака [156 - 161].

ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИ ДЕО

У овом раду анализирани су композитни материјали које су чинили керамичка матрица и керамичка влакна као ојачање. Циљ испитивања био је да се у зависности од количине додатих влакана и услова процесирања од којих је мењан притисак коришћен за компактирање, испита утицај ових процесних параметара на морфолошка и механичка својства оштећења која настају приликом термошока код ових материјала. Осим утицаја параметара припреме на облик оштећења анализиран је и утицај облика оштећења на простирање оптерећења приликом наглих промена температуре. Припремано је више серија узорака без додатка влакана, са 1 % - ом влакана и са 2 % - а влакана при чему су сви узорци пресовани на два различита притиска од 36 и 50 МПа. Сировине за узорке су боксит, шамот и глина које су узете из фабрике „Шамот“ из Аранђеловца. За сировине и термички третирану узорак урађена је рендгенска анализа и добијени дифрактограми представљени су у раду. На узорцима извршене су следеће анализе и биће приказани њихови резултати:

- расподела дужине влакана коришћених за ојачање компонената – анализа слике
- удео порозности анализом слике
- механичка испитивања термички третираних узорака
- динамички Јунгов модуо еластичности
- испитивање на термошок
- испитивање удела и морфологије оштећења
- примена статистичких метода за издвајање својстава обележја
- испитивање расподеле напона у узорку са карактеристичним оштећењем на површини методом коначних елемената.

Циљ рада је да се утврди да ли састав и начин припреме узорака има утицај на облик оштећења узорака изложених термошоку. Питање које се поставља у наставку ових истраживања је да ли варирање удела влакана и притиска утиче на облик оштећења.

10. Минеролошка анализа сировина за израду узорака

10.1 Боксит

Најважнија руда за добијање алуминијума у данашње време је боксит (назив потиче од места где су нађене прве наслаге ове руде, *les Baux*у Француској). Боксит је хетерогена руда алуминијума који се углавном састоји од једног или више алуминијумових хидроксида. У свом саставу садржи још и силицијум диоксид, оксиде и хидроксиде гвожђа. Најчешће је црвене боје и ситнозрнаст.

Користи се у металургији као и за израду материјала отпорних на повишене температуре и брзо стврдњавајућег цемента. Латерит је модификација боксита. Боксит је главни извор за добијање алуминијума. Прерађује се у глиницу, из које се касније електролитичком редукцијом добија алуминијум. Боксит је пронашао Француз *Berthier* 1821. године [162].

Хемијски састав боксита дат је у табели 8. Минеролошки састав чине: бемит и каолинит [163].

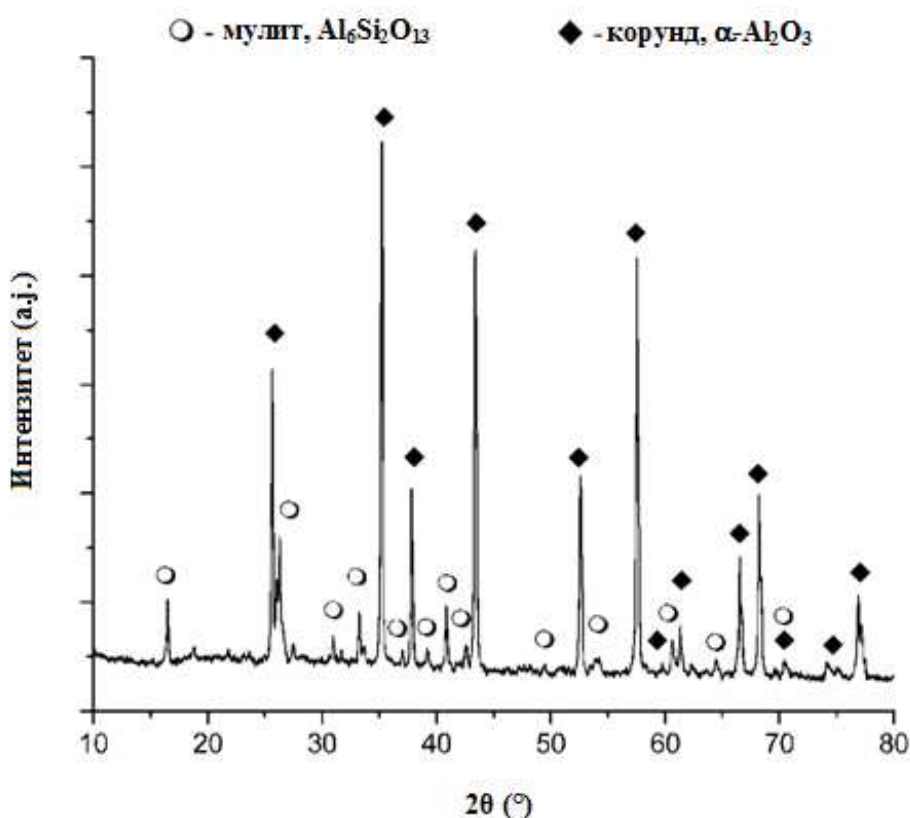
Табела 8. Хемијски састав боксита који је коришћен у раду

Компоненте	%
Губитак жарења	14,59
SiO ₂	17,72
Al ₂ O ₃	60,71
TiO ₂	2,56
Fe ₂ O ₃	3,54
CaO	0,28
MgO	0,60



Слика 29. Изглед боксита који је коришћен у раду

Фазни састав узорка одређен је методом рендгенске дифракције праха на поликристалном узорку. Подаци су прикупљени на собној температури на аутоматском дифрактометру *Philips* при радном напону од 30 kV и струји од 25 mA. Коришћено је CuK_{α} зрачење таласне дужине $\lambda = 1,54178 \text{ \AA}$. Угаони интервал снимања, 2θ , износио је од $10 - 80^{\circ}$ са кораком $0,02^{\circ}$ и задржавањем од 0,5 s на сваком кораку. На слици 30 приказан је дифрактограм за боксит после термичког третирања добијен рендгенском анализом.



Слика 30. Дифрактограм за боксит после термичког третирања из кога се види присуство минерала мулита и корунда

Са дифрактограма се види да се боксит састоји највише од минерала мулита ($Al_6Si_2O_{13}$, JCPDS број 15 - 0776) и корунда (Al_2O_3 , JCPDS број 10 - 0173).

10.2 Шамот

Шамот је паљена глина која се добија жарењем у ротационим пећима на температури од 1200 – 1250 °C. Минеролошки састав је: мулит и кристобалит.

Хемијска анализа шамота дата је у табели 9. Минеролошки састав чине: каолинит ($Al_4[Si_4O_{10}](OH)_8$), илит ($(Al,Mg,Fe)_2(Si,Al)_4O_{10}[(OH)_2,(H_2O)]$), кварц (SiO_2) и лискун ($KAl_2(AlSi_3O_{10})(F,OH)_2$) [164].

Табела 9. Хемијски састав шамота који је коришћен у раду

Компоненте	%
Губитак жарења	-
SiO ₂	65,35
Al ₂ O ₃	26,67
TiO ₂	1,40
Fe ₂ O ₃	1,58
CaO	0,38
MgO	1,05
Na ₂ O	0,60
K ₂ O	2,96

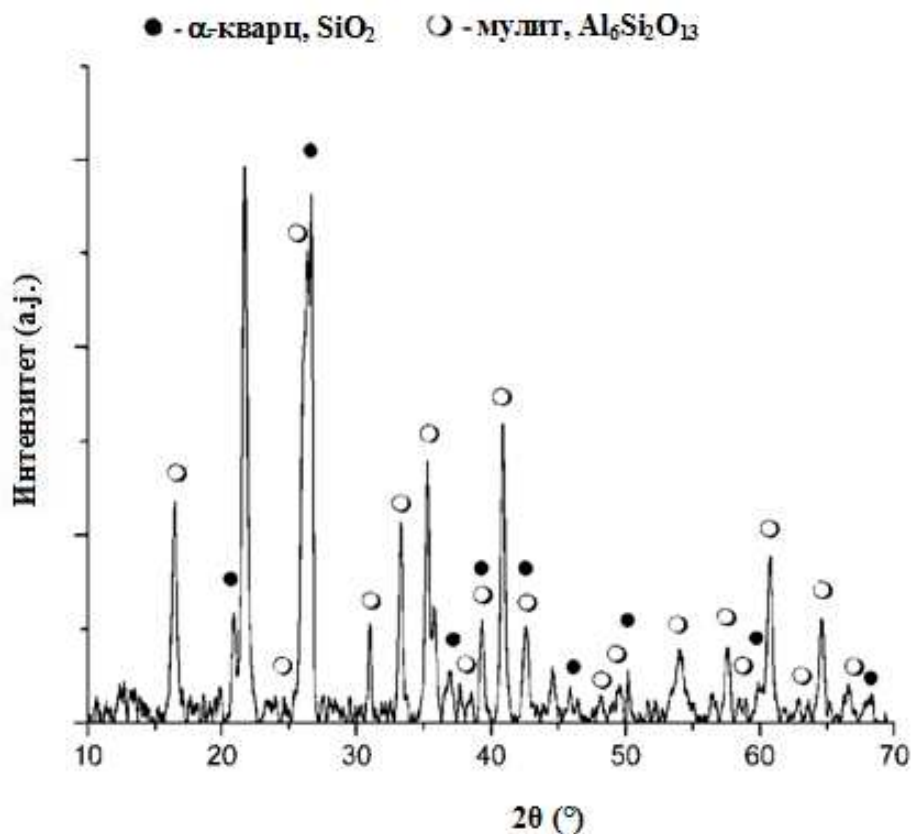


Слика 31. Изглед шамота који је коришћен у раду

Нека својства шамотног материјала су:

- ватросталност 33 SK (1730 °C)
- привидна густина 2 - 2,2 g/cm³
- порозност 17 – 20 %
- притисак на чврстоћу 20 - 25 МПа
- температура омекшавања 1460 °C.
- Јунгов модуло 2 - 20 GPa [165]

Његова својства у принципу зависе од квалитета полазне глине која се пали у циљу добијања шамота (паљене глине). У првом реду зависи од хемијског и минеролошког састава полазне глине. Дифрактограм за шамот дат је на слици 32.



Слика 32. Дифрактограм за шамот из кога се види присуство кварца, силицијум диоксида и мулита

Са слике се види да у шамоту највише је заступљено кварца (SiO_2 , JCPDS број 05 – 0 + 50)) и мулита ($Al_6Si_2O_{13}$, JCPDS број 15 - 0776).

10.3 Глина

Глине су седименти настали распадањем магматских стена под утицајем атмосферских прилика. Сложеног су хемијског састава, а обично се састоје од ситних честица алуминосиликата и других примеса: кремена, разних једињења гвожђа и калцијума као и хумуса и органских материја.

Врсте глина које се користе у ливницима као везиво су ватросталне глине и бентонити.

Ватросталне глине су:

- Каолинитна $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$
- илитна глина $3Al_2O_3 \cdot 6SiO_2 \cdot K_2O + 2H_2O$

и употребљавају се за израду сушених калуца због веће ватросталности.

Специфичност глине је у томе да оне при температури од 550 °C у потпуности губе воду. Тврдоћа глине је око 1 по Мосу, а специфична тежина око 2,4.

Глине су важне сировине керамичке индустрије. Због своје слојевитости и дисперзности имају својства да примају велику количину воде. Карактеристичне су „под прстима“ и разликују се масне и посне глине. Хемијски састав сирове глине дат је у табели 10.

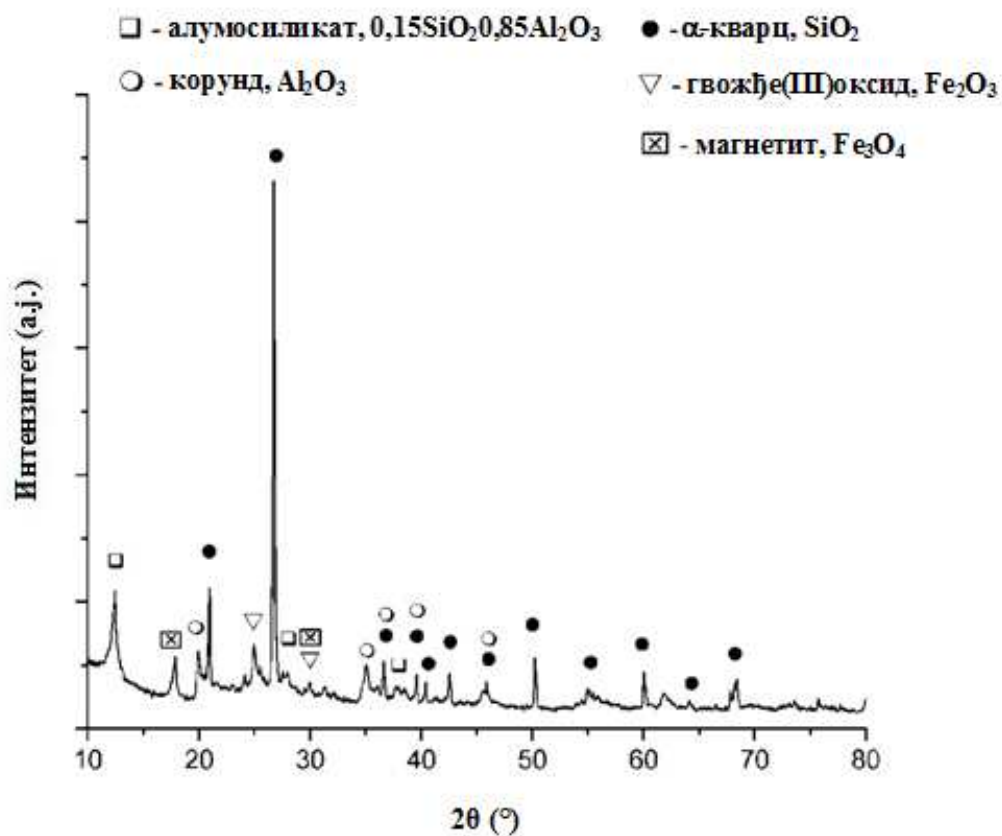
Табела 10. Хемијски састав сирове глине која је коришћена у раду

Компоненте	%
Губитак жарења	7,29
SiO ₂	60,59
Al ₂ O ₃	24,73
TiO ₂	1,30
Fe ₂ O ₃	1,47
CaO	0,36
MgO	0,98
Na ₂ O	0,56
K ₂ O	2,75



Слика 33. Изглед глине која је коришћена у раду

Дифрактограм за глину приказан је на слици 34.

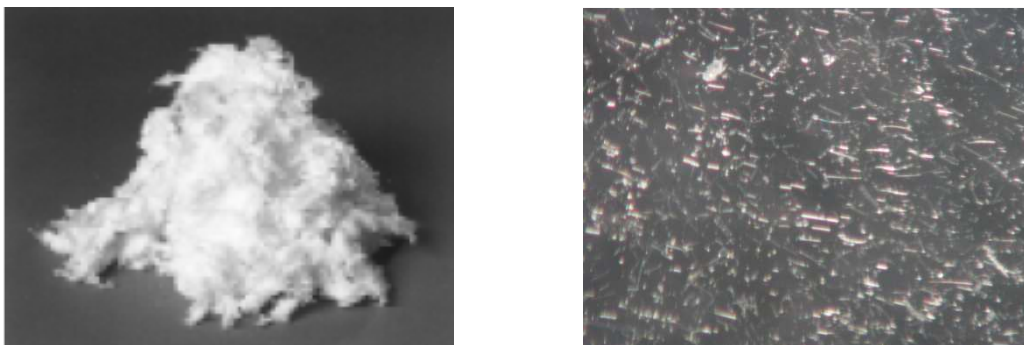


Слика 34. Дифрактограм за глину из кога се види присуство кварца, алуминијум оксида, гвожђе (III) оксида и магнетита

Са слике се види да се глина састоји од кварца (SiO_2 , JCPDS број 33 - 1161), корунда (Al_2O_3 , JCPDS број 10 - 0173), гвожђе (III) оксида (Fe_2O_3) и магнетита (Fe_3O_4).

10.4 Влакна за ојачавање

Влакна која су коришћена у овом раду су производи *Thermal Ceramics*. Изглед влакана дат је на слици 35.



Слика 35. Приказ влакана ^[166]

Thermal Ceramics влакна пружају максималну температурну област употребе између 1260 °C до 1549 °C. Они такође обезбеђују одличну хемијску стабилност и отпорност. Изузетци укључују флуороводоничну киселину, фосфорне киселине и јаке алкалије. Ако се квасе водом или уљем, термичка и физичка својства биће потпуно враћена после сушења.

Поређењем са другим ватросталним материјалима, влакна и производи од њих су лаки, отпорни на термошок и обезбеђују ниску термичку проводљивост. Звучне апсорпционе моћи *Thermal Ceramics* влакана су далеко супериорније од збијених и других изолационих ватросталних материјала. Својства влакана дата су у табели 11.

Табела 11. Својства влакана ^[166]

	Каowool	КаowoolHP	Cerafiber	Cerachem	Cerachrome	Saffil
Боја		бела	бела	бела	плава/зелена	бела
Тачка топљења, °C	1760	1760	1760	1760	1760	1816
Al ₂ O ₃ , %	45	46	46	35	43	95 - 97
SiO ₂ , %	50 - 55	54	54	50	54	3 - 5
ZrO ₂ , %	-	-	-	15	-	-
Cr ₂ O ₃ , %	-	-	-	-	3	-
Остало	1 - 2	трагови	трагови	трагови	трагови	-

11. Одређивање расподеле дужина и пречника влакана

У овом раду влакна су коришћена као ојачање. Пре умешавања влакана у сирови материјал, влакна су млевена у кугличном млину 1h, да би се добила кратка влакна. Затим су влакна диспергована у води, да би се раздвојила. Кап мешавине стављена је између стаклених плочица и посматрана је металографским микроскопом са камером. Влакна су снимљена са увећањем 50 x. Изглед металографског микроскопа дат је на слици 36 а, а изглед посматране мешавине на 36 б.



(а)

(б)

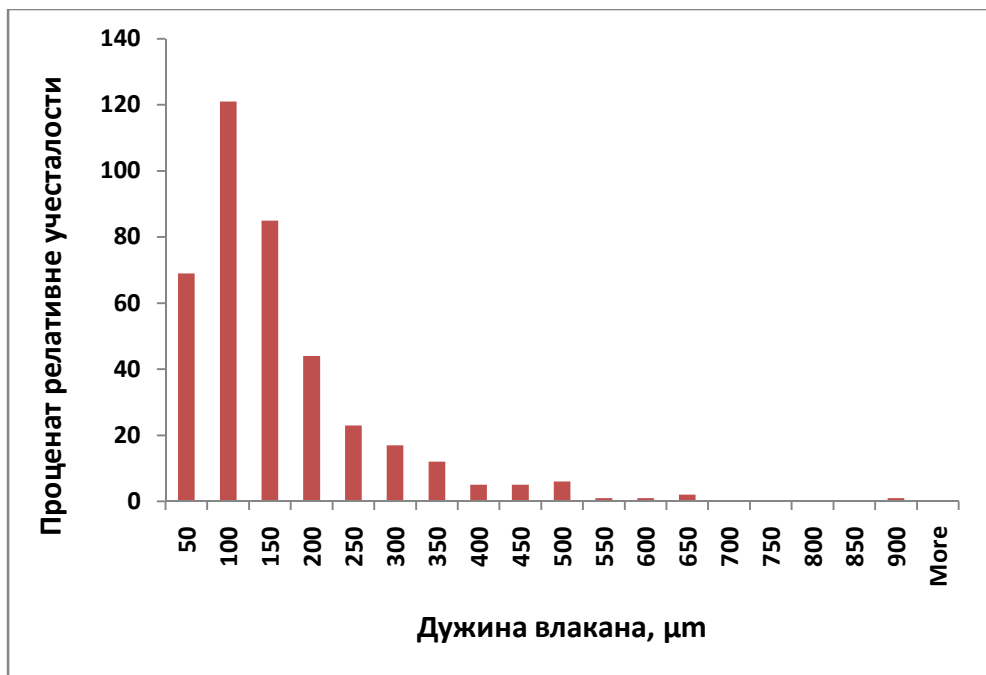
Слика 36. а) Изглед металографског микроскопа са камером, б) приказ посматране мешавине са влакнима

Добијене слике су анализирани помоћу *Image Pro Plus* програма. Детаљан опис поступка анализе слика при одређивању пречника и дужине влакана дат је прилогу А. Анализирано је 8 слика и одређене су средње вредности дужине и пречника влакана а резултати су дати у табели 12.

Табела 12. Средња вредност пречника и дужина влакана анализирана по сликама

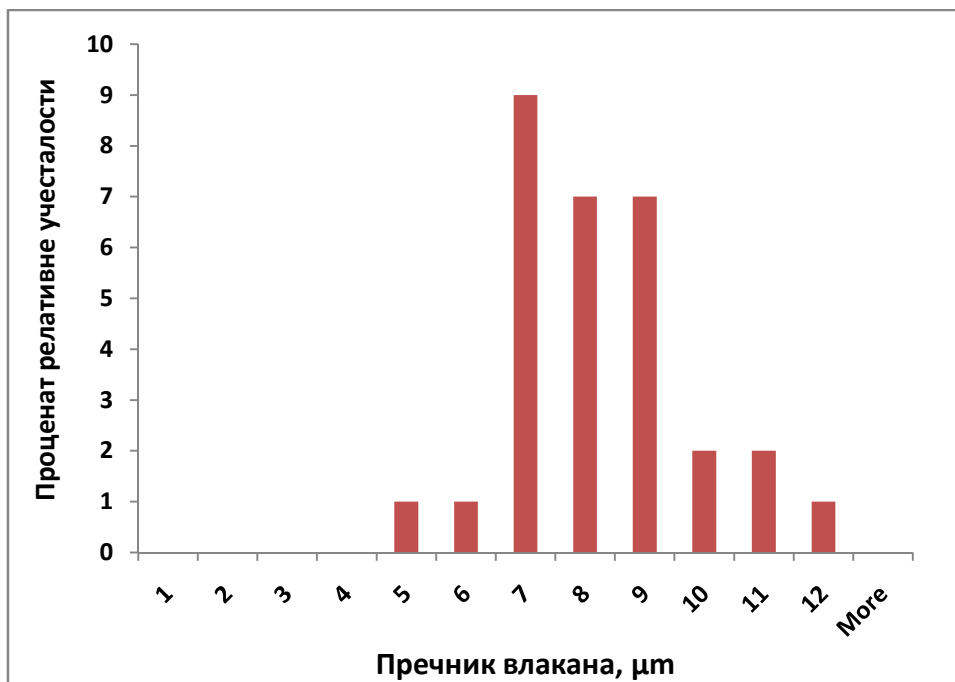
	Средња дужина влакана, μm	Средњи пречник влакана, μm	Број мерења
Слика 1	136,0009	7,560112	40
Слика 2	146,372	8,26906	36
Слика 3	134,8321	7,798645	62
Слика 4	132,3064	7,631987	63
Слика 5	125,8443	7,841204	68
Слика 6	134,1219	7,803567	41
Слика 7	184,0917	8,347622	38
Слика 8	99,60447	7,572390	52
Средња вредност	136,6467	7,853073	$\Sigma = 400$

На сликама 37 и 38 приказани су хистограми расподеле дужине и пречника влакана за све анализиране слике заједно.



Слика 37. Хистограм расподеле дужина влакана за све слике заједно

Највећи број влакана има дужину између 50 и 150 μm , а укупна средња дужина влакана је 136,65 μm .



Слика 38. Хистограм расподеле пречника влакана за све слике заједно

Са хистограма се види да највећи број влакана има пречник између 7 и 9 μm , а средња вредност пречника влакана је 7,85 μm . На основу резултата мерења добија се да је однос дужине према пречнику (l/d) влакана $17,40041 \approx 17$.

Композити код којих је дужина влакана, $l \geq l_c$ могу да носе максимално оптерећење одређено чврстоћом влакана, а ако је $l < l_c$ тада је чврстоћа композита много мања од чврстоће влакана јер се влакна извлаче из композита због недовољне силе везе између влакна и матрице. Дужине влакана добијене у овим експериментима упоредиве су са величином зрна несинтерованог узорка, што су услови под којима влакна могу да остваре своју функцију као ојачање унутар композита.

12. Синтеза узорака

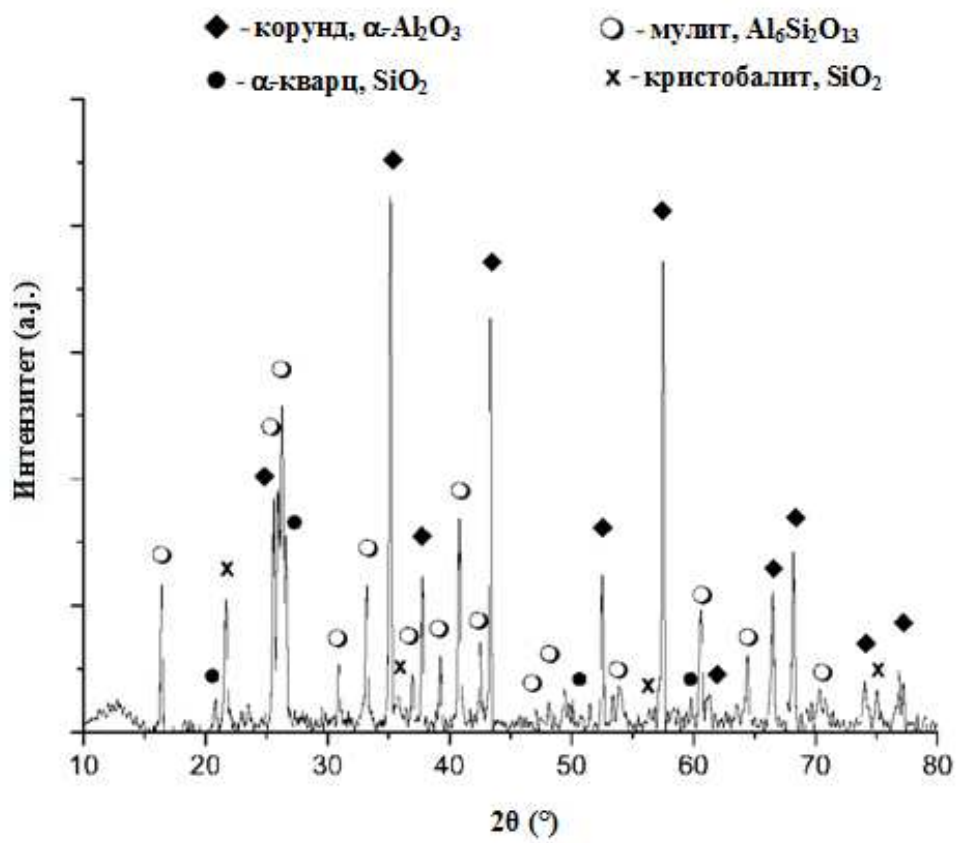
Припремљене су три серије узорака при чему је за све серије коришћено 200 g смеше, а њихов састав је дат у табели 13. Узорци су цилиндричног облика пречника око 30,0 mm и 8,0 – 10,0 mm висине.

Табела 13. Састав узорака

Компонента	Узорак без влакана, g	Узорак са 1 % влакана, g	Узорак са 2% влакана, g
Боксит (величина честица 0.50 mm)	80	79,2	78,4
Шамот (величина честица 0.50 mm)	80	79,2	78,4
Глина	40	39,6	39,2
Влакна	-	2	4

Направљени су узорци без влакана и узорци са различитим садржајем влакана (1 % и 2 %). Смеша се хомогенизовала око 2 h у пластичним боцама на ваљцима. Након хомогенизације смеша се сушила у сушници 24 h и пресовала. Узорци су пресовани на два различита притиска од 36 и 50 МПа, а затим су термички третиран на 1200 °С, два сата. На слици 39 приказан је дифрактограм за термички третиран узорак који је пресован на притиску од 36 МПа.

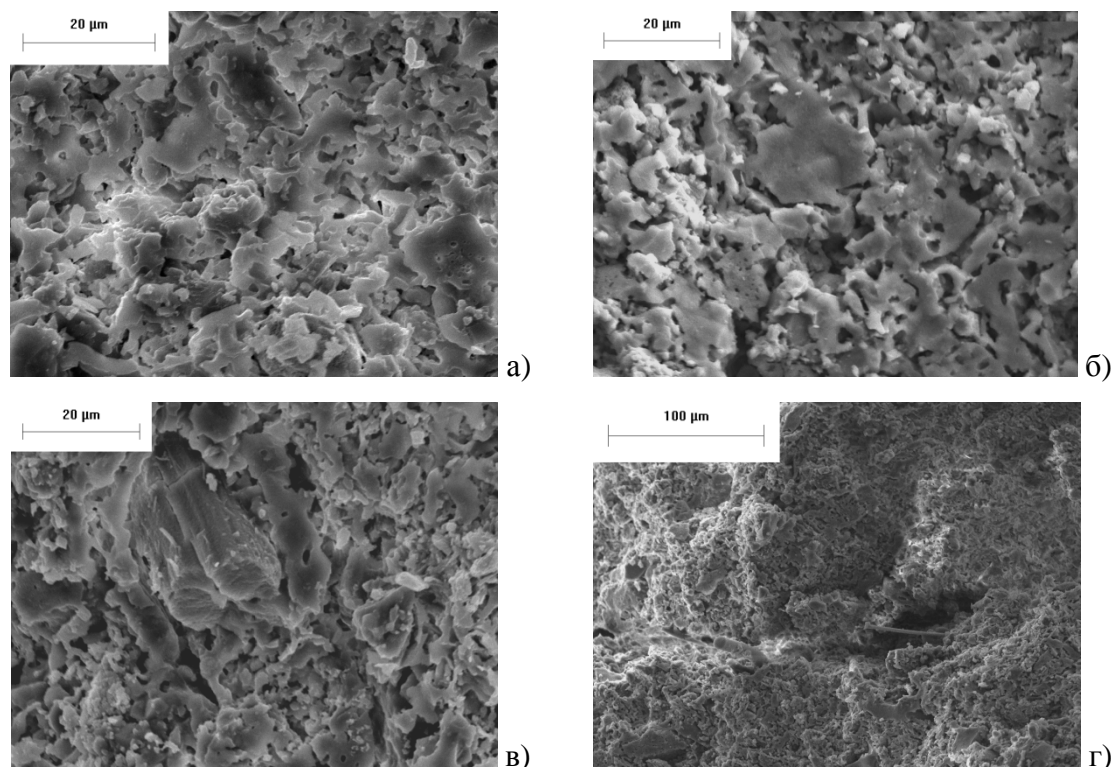
Синтеровани узорак се састоји од корунда (Al_2O_3 , JCPDS број 10 - 0173), кварца (SiO_2 , JCPDS број 33 - 1161), кристобалита (SiO_2 , JCPDS број 27 - 0605) и мулита ($Al_6Si_2O_{13}$, JCPDS број 15 - 0776).



Слика 39. Дифрактограм за термички третиран узорак из кога се види присуство корунда, кварца, кристобалита и мулита

13. SEM испитивања припремљених материјала

Термички третирани узорци су снимани скенинг електронским микроскопом (SEM) да би се утврдио распоред влакана у узорку. Њихова микроструктура приказана је на слици 40.

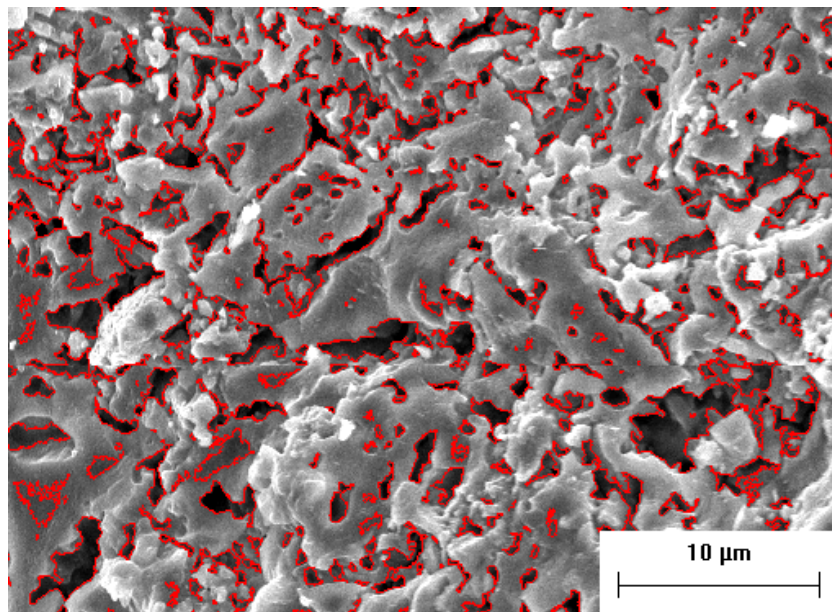


Слика 40. Микроструктура термички третираних узорака са скенинг електронског микроскопа: а) узорак без влакана на 36 МПа, б) узорак без влакана на 50 МПа, в) приказана су влакна (1 %) која су уграђена у матрицу, г) приказано је како влакно зауставља пукотину

На попречном преску узорка нису опажени агломерати влакана па се може закључити да су влакна стохастички расута у структури. Појединачна влакна утичу на побољшање механичких својстава материјала, а агломеризована влакна понашају се као центри на којима се концентрише напрезање и долази до лома. Могу се уочити појединачна влакна и уочава се да су дужине влакана упоредиве са величином зрна узорка. Ово су услови под којима влакна могу да остваре своју функцију као ојачање унутар композита. Влакна су препреке за раст прскотине или могу да скрену правац раста прскотине, слика 40 г.

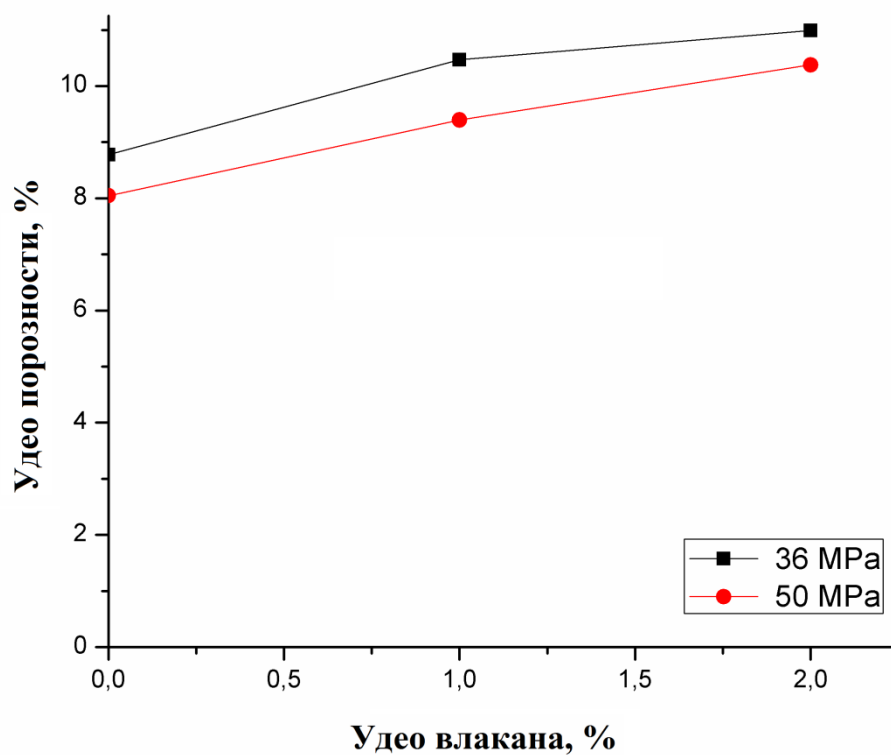
14. Одређивање удела порозности узорака

За сваки узорак коришћено је по четири СЕМ слике за одређивање порозности узорака. Порозност је мерена помоћу софтвера за анализу слике (*Image Pro Plus*) који ради на принципу издвајања објеката на слици који се разликују по интензитету. Метода се заснива на чињеници да поре апсорбују више светлости и оне се појављују као тамнији део слике у поређењу са чврстим материјалом који представља светлији део на слици. Приказ одређивања порозности материјала и издвајања пора дата је на слици 41.



Слика 41. Одређивање порозности материјала

Добијене вредности порозности материјала у зависности од удела влакана дата је на слици 42.

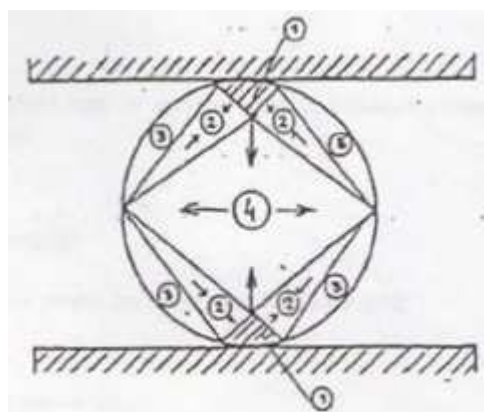


Слика 42. Зависност удела порозности узорака пресованих на притисцима од 36 и 50 МПа од удела влакана

Узорци који су пресовани на већем притиску имају мањи удео порозности што је последица веће густине узорака. Додатком влакана повећава се порозност материјала што се може објаснити тиме да не долази до потпуне хомогенизације између матрице и влакна.

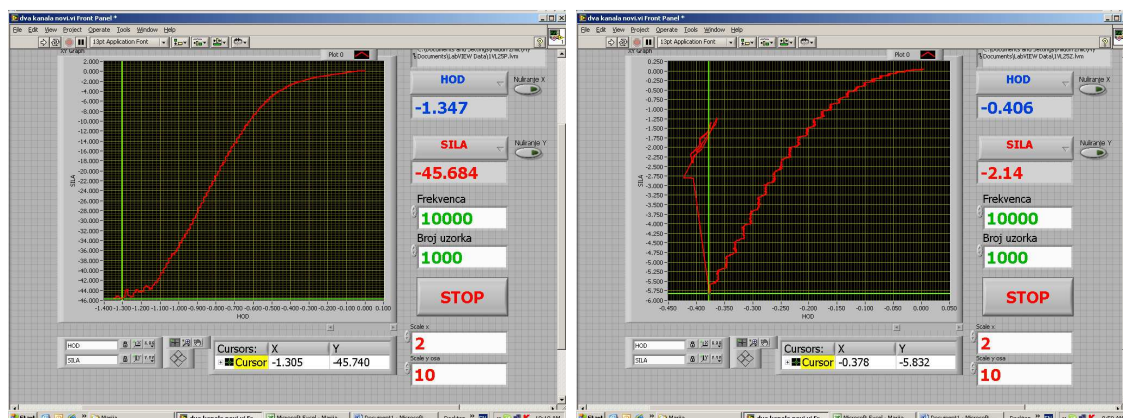
15. Механичка и морфолошка својства (облик и удео пора) у зависности од удела влакана и услова припреме

На узорцима су испитане притисна и затезна чврстоћа материјала и анализирана су морфолошка својства материјала - порозност материјала, односно удео и облик пора у зависности од удела влакана и услова припреме узорка. За одређивање механичких својстава материјала коришћен је уређај *Instron 1332* са оптерећењем ћелије од 100 kN и 5 kN са аквизиционог система. Узорци су ломљени, при одређивању затезне чврстоће материјала, на начин као што је приказано на слици 43.



Слика 43. Приказ лома узорка при одређивању затезне чврстоће узорка

При оваквом напрезању издвајају се четири зоне: 1 - зона триаксијалног напрезања, 2 - зона једноаксијалног напрезања, 3 - неутрална зона и 4 - зона затезања. Уређај је директно повезан са рачунаром на коме су добијени дијаграми. Заустављање уређаја је извршено при првом пуцању узорка и сила која је забележена у том тренутку коришћена је за израчунавање чврстоће узорка. На слици 44 дат је приказ дијаграма при одређивању притисне и затезне чврстоће материјала.



Слика 44. Приказ дијаграма при одређивању: а) притисне чврстоће и б) затезне чврстоће узорака

При одређивању затезне чврстоће узорака мерена је сила лома узорка, а затезна чврстоћа рачуна се према Бразилском тесту [167]. Вредност чврстоће добијена је из следећег израза

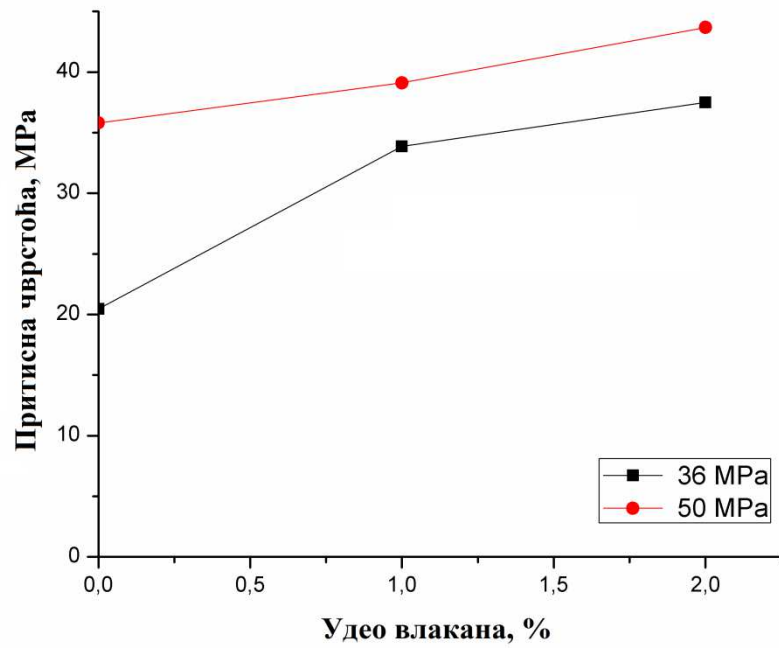
$$\sigma_{\sigma} = \frac{2F}{dh\pi} \quad (53)$$

Где је: d - пречник узорка, h – висина узорка, F – сила лома узорка. У табели 14 дате су вредности притисне и затезне чврстоће узорака на притисцима од 36 и 50 МПа.

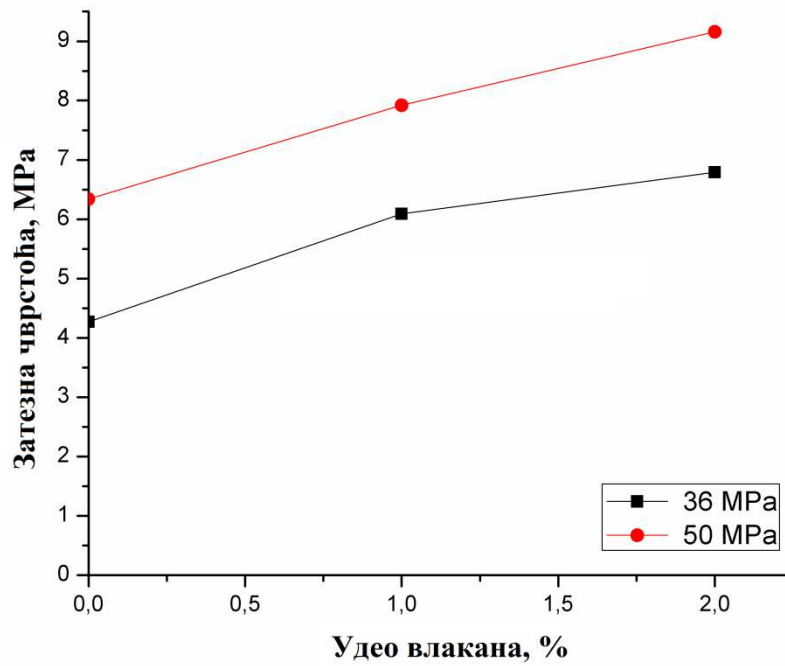
Табела 14. Вредности притисне и затезне чврстоће узорака на притисцима од 36 и 50 МПа.

Удео влакана, %	Притисна чврстоћа, МПа		Затезна чврстоћа, МПа	
	36 МПа	50 МПа	36 МПа	50 МПа
0	20,5	35,8	4,27	6,34
1	33,9	39,1	6,09	7,92
2	37,5	43,7	6,79	9,16

На сликама 45 и 46 дата је зависност притисне и затезне чврстоће узорака у односу на удео влакана.



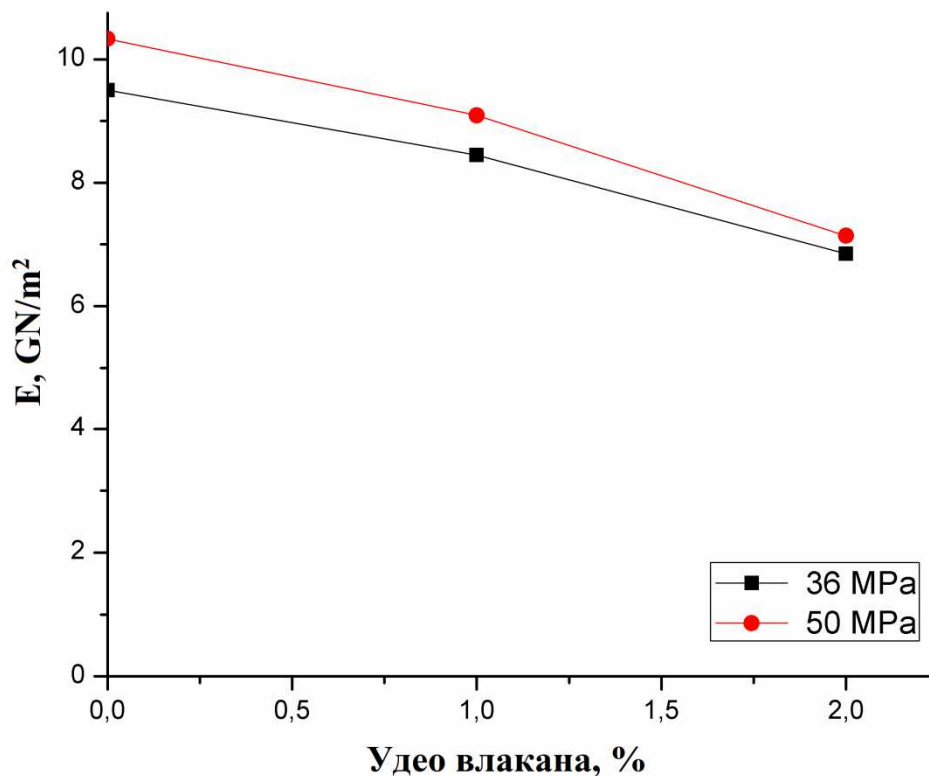
Слика 45. Зависност притисне чврстоће узорака у односу на удео влакана



Слика 46. Зависност затезне чврстоће узорака у односу на удео влакана

Са слика се може видети да и притисна и затезна чврстоћа материјала расте додатком влакана и већу вредност чврстоће имају узорци који су пресовани на притиску од 50 МПа.

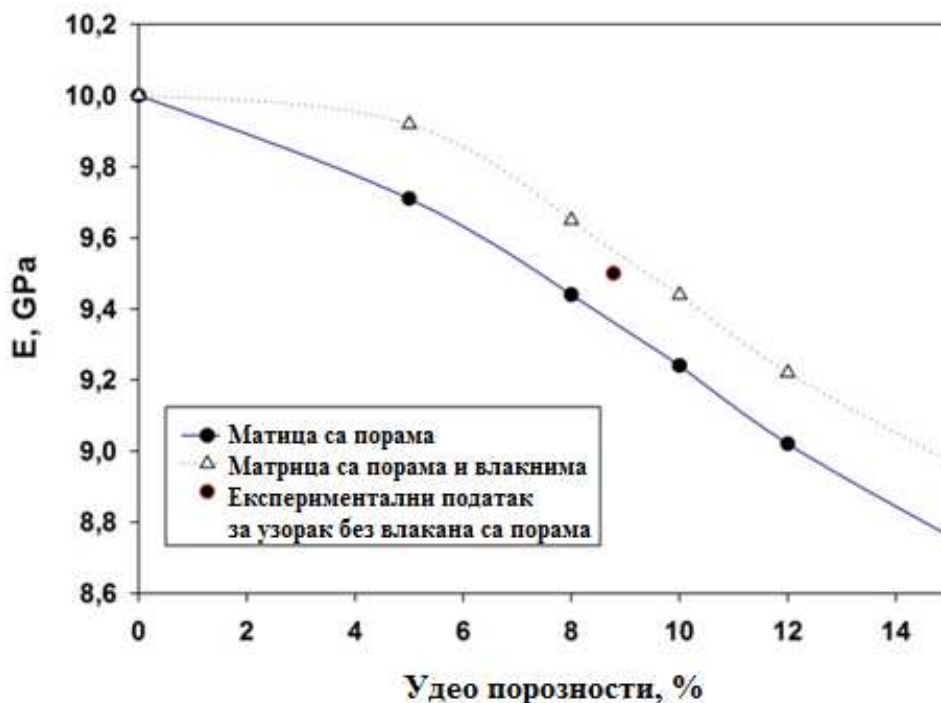
Зависност Јунговог модула еластичности од удела влакана дата је на слици 47.



Слика 47. Зависност Јунговог модула еластичности узорака од удела влакана

На основу добијених вредности види се да Јунгов модуо еластичности опада додатком влакана у узорке и већу вредност имају узорци који су пресовани на притиску од 50 МПа. Резултати за порозност узорака описана је у претходном поглављу. Зависност Јунговог модула еластичности од удела пора у узорцима дата је на слици 48. Јунгов модул еластичности опада повећањем удела порозности, што је у сагласности са подацима из литературе [168]. Слика 48 показује прорачун Јунговог модула према два модела само са порамма и различитим уделом порозности, и са порамма и додатком керамичких влакана. Измерена вредност приказана је на слици и налази се између ове две криве знатно

ближе вредности за модел са додатим влакнима што указује на ваљаност предложене структурне ћелије за даљи прорачун напрезања.



Слика 48. Зависност Јунговог модула еластичности од удела пора у узорцима

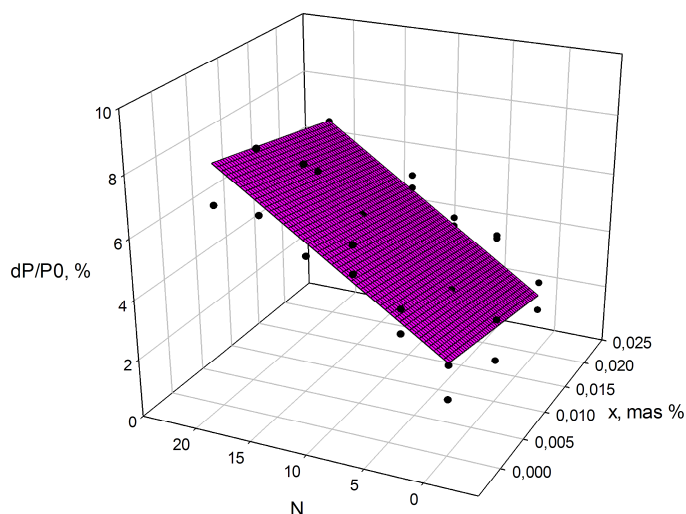
Подаци о уделу оштећења, порозности, притисне чврстоће и Јунговог модула еластичности узорака искоришћени су за регресиону анализу података. Подаци математичких модела приказани су у виду мреже на дијаграмима а тачкама су представљени експериментални подаци [169 - 171].

Удео оштећења узорака мења се према линеарном моделу:

$$\frac{\Delta S}{S_0} = 3.147 - 50.68x + 0.247N \quad (54)$$

Где је: S_0 – удео оштећења пре почетка термошока, x – је удео влакана, N – број циклуса термошока. Удео оштећења повећава се са бројем циклуса а смањује са уделом влакана.

Квадратни коефицијент корелације за овај регресиони модел износи 0,81 и графички приказ података и регресионе анализе приказује слика 49.



Слика 49. Удео оштећења узорака заједно са регресионом зависношћу која показује тренд промене података

У табели 15 дати су статистички показатељи промене оштећења површине узорака који су изложени термошоку.

Табела 15. Статистички показатељи промене удела оштећења површине узорака који су изложени термошоку.

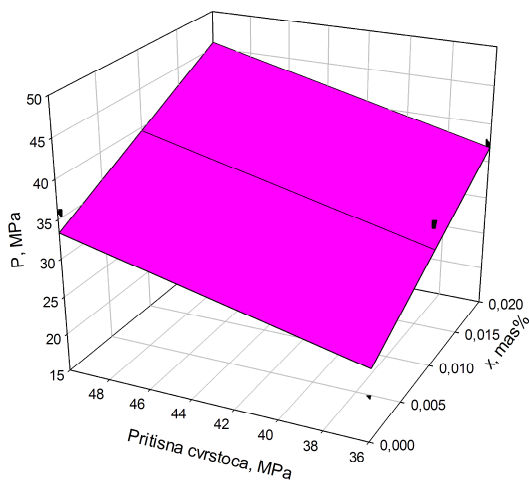
Средња вредност	4,848
Стандардна грешка	0,329
Медиана	4,664
Стандардна Девиијација	1,860
Варијанса	3,460
Опсег	7,294
Минимум	1,475
Максимум	8,769
Сума	155,1

Притисна чврстоћа узорака мења се према линеарном моделу:

$$\sigma = 1.468 + 622.63x + 0.637P \quad (55)$$

Где је: x – удео влакана, а P – притисак. Чврстоћа се повећава са повећањем притиска и удела влакана.

Квадрат коефицијента корелације за овај регресиони модел износи 0,880 и графички приказ података и регресионе зависности приказује слика 50.



Слика 50. Притисна чврстоћа узорака заједно са регресионом зависношћу која показује тренд промене података

У табели 16 дати су статистички показатељи промене притисне чврстоће узорака.

Табела 16. Статистички показатељи промене притисне чврстоће узорака

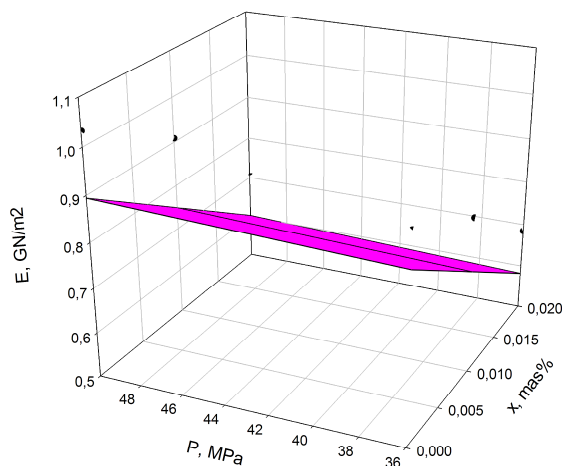
Средња вредност	37,99
Стандардна грешка	1,667
Медиана	37,50
Стандардна Девиијација	3,727
Варијанса	13,89
Опсег	9,805
Минимум	33,88
Максимум	43,69
Сума	189,9

Јунгов модуло еластичности узорака мења се према линеарном моделу:

$$E = 0.82 - 14.6x + 0.00149P \quad (56)$$

Где је: x – удео влакана, а P – притисак. Јунгов модуо се повећава са повећањем притиска а опада са повећањем удела влакана.

Квадрат коефицијента корелације за овај регресиони модел износи 0,977 и графички приказ података и регресионе зависности приказује слика 51.



Слика 51. Јунгов модул еластичности узорака заједно са регресионом зависношћу која показује тренд промене података

У табели 17 дати су статитички показатељи промене Јунговог модула еластичности узорака.

Табела 17. Статистички показатељи промене Јунговог модула еластичности узорака

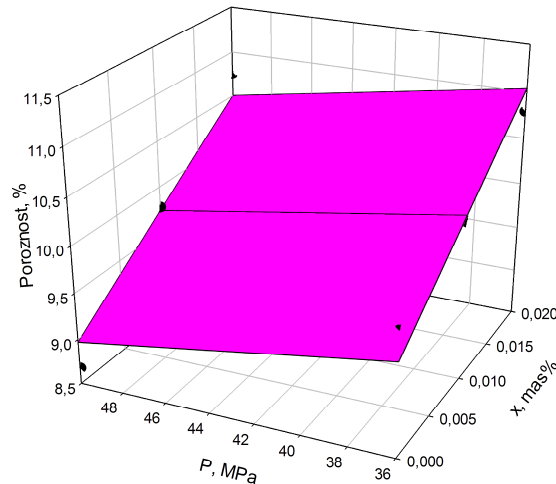
Средња вредност	0,837
Стандардна грешка	0,064
Медиана	0,845
Стандардна Девиијација	0,143
Варијанса	0,020
Опсег	0,348
Минимум	0,685
Максимум	1,033
Сума	4,186

Порозност узорака мења се према линеарном моделу:

$$\text{Порозност} = 10.895 + 76.5x - 0.0385P \quad (57)$$

Где је: x – удео влакана, а P – притисак. Порозност узорака повећава се са повећањем удела влакана а опада повећањем притиска.

Квадрат коефицијента корелације за овај регресиони модел износи 0,897 и графички приказ података и регресионе зависности приказује слика 52.



Слика 52. Удео порозности узорака заједно са регресионом зависношћу која показује тренд промене података

У табли 18 дати су статистички показатељи промене удела порозности узорака.

Табела 18. Статистички показатељи промене удела порозности узорака

Средња вредност	10,04
Стандардна грешка	0,390
Медиана	10,21
Стандардна Девијација	0,873
Варијанса	0,763
Опсег	2,119
Минимум	8,675
Максимум	10,79
Сума	50,22

16. Испитивање отпорности узорака на нагле промене температуре (термошок)

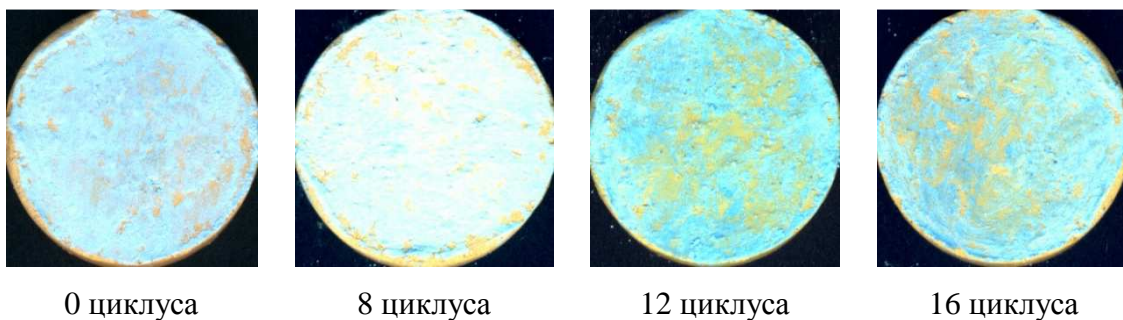
Термостабилност јесте једно од најзначајнијих својстава високотемпературних керамичких материјала. За испитивање термостабилности постоји стандардна метода (*SRPS B. D8. 319*), која подразумева загревање ватросталног материјала на 950 °C током 40 мин., и потом хлађење потапањем у воду дубине од 50 mm. У води, чија је температура од 20 - 25 °C, узорак се задржава око 3 мин., суши на ваздуху и поново ставља у пећ. Испитивање се прекида када дође до лома узорка или до оштећења 50 % површине узорка. Приликом овог испитивања као мера термостабилности узима се број циклуса загревања и хлађења који материјал може да издржи пре него што се задовољи услов за прекид испитивања. На овај начин, одређивање степена оштећења зависи од искуства експериментатора чиме је постало неопходно установити начин за квантификацију степена оштећења. Први кораци у квантификовању оштећења омогућени су коришћењем анализе слике, тј. издвајањем оштећених и неоштећених делова површине узорка [172]. Степен оштећења потом је корелисан са факторима отпорности материјала [173] и са променама својстава материјала [174] чиме се показало да су оштећења пропорционална деградацији термомеханичких својства материјала [175].

Да би се омогућило коришћење алата за анализу слике, узорци који су претрпели термошок претходно су били припремљени бојењем неоштећене површине плавом кредом да би се разликовала оштећена и неоштећена површина. На тај начин део који остаје небојен представља оштећење узорка. Површине ових узорка су потом снимане на скенеру, под истим условима и истим осветљењем. Снимање је обављено са резолуцијом 600 тачака по инчу (*dpi*) и узорци су постављани на исто место на скенеру, како би се обезбедило да се остваре исти услови осветљености.

Слике у боји представљају матрице са подацима о положају тачке – пиксела и његовој боји и интензитету које људско око препознаје. Информације о боји могу бити обрађене на различите начине. Један од стандардних начина јесте

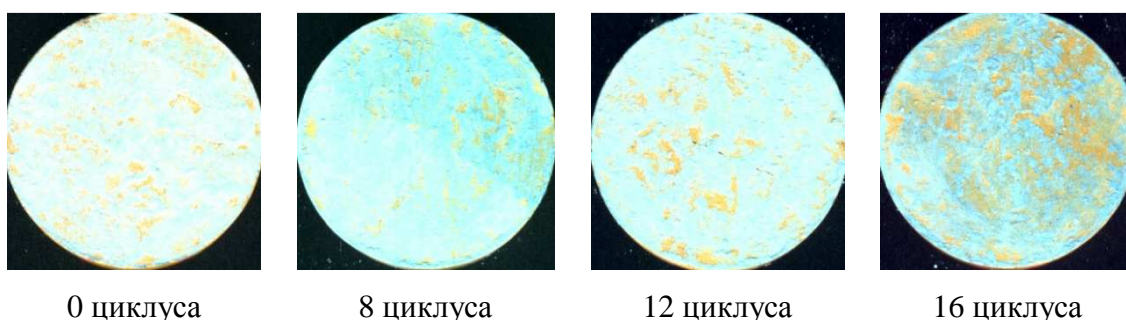
информација која се односи на делове спектра који карактеришу обојеност одређене тачке на слици. Ови делови спектра означени су као црвена (*R*), зелена (*G*) и плава боја (*B*). Значи да свака тачка на слици у боји носи три информације чијом се одвојеном анализом могу добити додатне информације о слици. Стандардни програми за анализу слике омогућавају издвајање ових појединачних информација са слике алатима који генеришу информације о положају и интензитетима појединачних канала црвене, зелене и плаве боје. Детаљнији опис анализе слике површине узорака дат је у прилогу Б. Коришћен је програм *Image Pro Plus* који је директно повезан са *Excel* - ом тако да се сви параметри могу обрађивати коришћењем стандардних алата за манипулацију подацима.

На слици 53 дат је приказ узорака без влакана, пресованих на 36 МПа који су изложени термошоку.



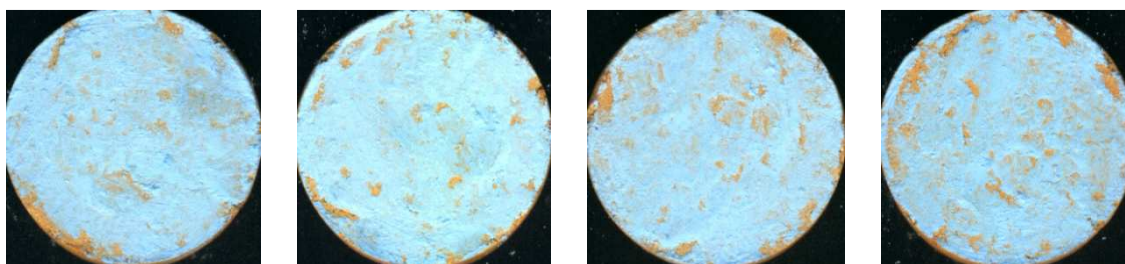
Слика 53. Приказ узорака без влакана након термошока после одређеног броја циклуса

На слици 54 дат је приказ узорака са 1 % влакана, пресованих на 36 МПа који су изложени термошоку.



Слика 54. Приказ узорака са 1 % влакана након термошока после одређеног броја циклуса

На слици 55 дат је приказ узорака са 2 % влакана, пресованих на 36 МПа који су изложени термошоку.



0 циклуса

8 циклуса

12 циклуса

16 циклуса

Слика 55. Приказ узорака са 2 % влакана након термошока после одређеног броја циклуса

Подаци о уделима оштећења за узорке без влакана и узорке са 1 и 2 % влакана по циклусима на два различита притиска дати су у табели 19.

Табела 19. Удели оштећења на површини узорака по циклусима на притисцима од 36 и 50 МПа

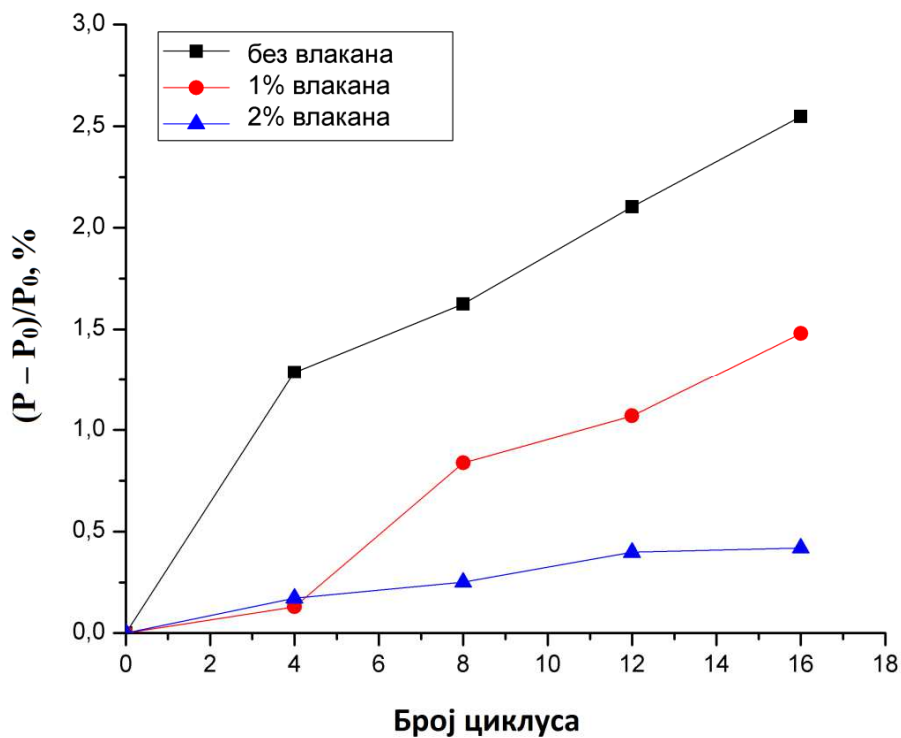
Број циклуса	36 МПа			50 МПа		
	без влакана	1 % влакана	2 % влакана	без влакана	1 % влакана	2 % влакана
0	3,775	3,625	3,546	3,671	3,413	3,367
4	5,388	4,267	3,900	4,396	3,775	3,946
8	5,675	4,758	4,372	5,322	5,388	4,212
12	6,701	5,445	5,177	6,458	5,675	4,705
16	6,761	6,379	5,975	6,598	6,701	4,775

Нормализоване вредности у односу на почетну површину дате су у табели 20.

Табела 20. Нормализоване вредности по циклусима на притисцима од 36 и 50 МПа

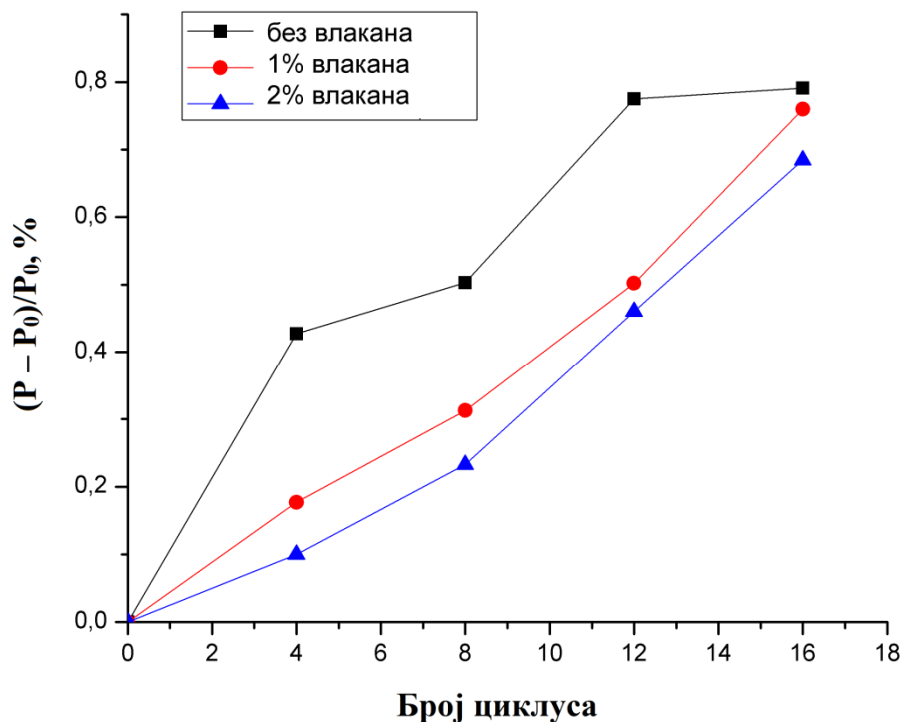
Број циклуса	36 МПа			50 МПа		
	без vlakana	1 % vlakana	2 % vlakana	без vlakana	1 % vlakana	2 % vlakana
0	0	0	0	0	0	0
4	0,427	0,177	0,099	1,287	0,129	0,172
8	0,503	0,313	0,232	1,624	0,839	0,251
12	0,775	0,502	0,460	2,104	1,069	0,397
16	0,791	0,760	0,685	2,548	1,479	0,418

Зависност удела оштећења нормализованог у односу на почетну вредност површине од броја циклуса за све узорке заједно на притисцима од 36 и 50 МПа, дата је на сликама 56 и 57.



Слика 56. Зависност удела оштећења нормализованог у односу на почетну вредност површине у односу на број циклуса за све узорке без влакана и узорке са 1 и 2 % влакана на притиску од 36 МПа

Где је P_0 – степен оштећења пре излагања узорака наглим променама температуре, P – степен оштећења у току излагања узорака наглим променама температуре, N – број циклуса термошока.



Слика 57. Зависност удела оштећења нормализованог у односу на почетну вредност површине у односу на број циклуса за све узорке без влакана и узорке са 1 и 2 % влакана на притиску од 50 МПа

На основу добијених резултата види се да оштећења расту са бројем циклуса термошока. Постоји линеарна зависност код свих узорака, али узорци са влакнима имају мањи удео оштећења у односу на узорке без влакана. Најмањи удео оштећења имају узорци са 2 % влакана. Код узорака са 1 и 2 % влакана, који су пресовани на 36 МПа, види се да је удео оштећења приближан у односу на узорке без влакана док се код узорака који су пресовани на 50 МПа, види да се удели оштећења битно разликују. Морфолошке карактеристике оштећења на површини узорака биће анализирани даље у раду.

17. Мултиваријантна анализа параметара оштећења

У теоријском делу рада, описане су методе које се примењују у мултиваријантној анализи. Методе које ће се користити у овом раду за раздвајање оштећења узорака који су изложени термошоку су: анализа главних компоненти и дискриминантна анализа. Анализа главних компоненти једна је од мултиваријантних метода која се примењује за анализу међусобног утицаја одабраних параметара, при томе је релативно једноставна за примену и могуће је користити готове софтверске пакете за њену реализацију. Дискриминантна анализа са друге стране даје могућност да се покаже одрживост хипотезе о подели података на групе. Пошто се овде радило о узорцима који су се разликовали по саставу и по начину припреме подела на групе података се сама наметнула а коришћење ове методе је проистекло из разматрања могућности које поједине методе дају за даљу анализу.

17.1 Анализа главних компоненти (PCA анализа)

У раду је приказано испитивање утицаја начина припреме шамотног материјала (утицај притиска пресовања у току припреме материјала) и додавања различитог удела кратких керамичких влакана на облик оштећења који ће термошок произвести на материјалу. После одређеног броја циклуса термошока, површина узорка снимана је и подаци су обрађени алатима који се користе у анализи слике што је детаљно описано у прилогу Б. Облик оштећења квантификован је за сваки циклус термошока и оба начина припреме материјала. Овако добијени подаци анализирани су методама мултиваријантне анализе са циљем утврђивања зависности морфологије оштећења од састава материјала и начина његове припреме. Подаци су анализирани коришћењем анализе главних компоненти (PCA) у циљу идентификације параметара који на квантитативан начин карактеришу морфологију изазваних оштећења.


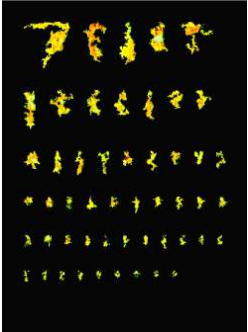
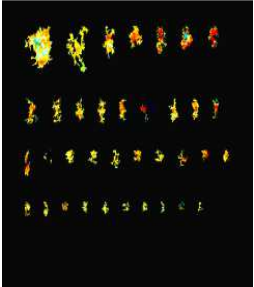
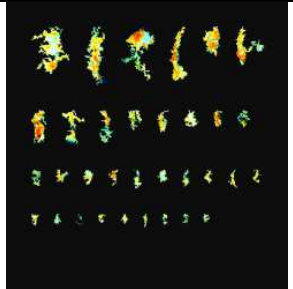

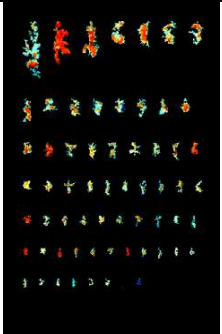
Текстура оштећења огледа се у различитим интензитетима осветљености у различитим деловима објекта. Оштећења која су на овај начин издвојена из узорака добијених при различитим притисцима пресовања и са различитим садржајем влакана приказана су у табели 21. Дубина оштећења може се повезати

са интензитетом обојености и са максималном вредности интензитета која се добија у одређеним деловима објекта и због тога су за анализу коришћени параметри: *density (max)*, *density (red)*, *density (green)*, *density (blue)*. У анализи слике користе се бројни показатељи облика. Овде су одабрани следећи параметри који карактеришу облик оштећења: *area*, *aspect ratio*, *axis (major)*, *axis (minor)*, *diameter (max)*, *diameter (min)*, *diameter (mean)*, *perimeter*, *perimeter 2*, *perimeter 3*, *roundness*, *fractal dimension*, *box width* и *box height*. Списак и описи различитих параметара дати су у табели 4, у поглављу које се односи на морфолошка испитивања. Природа приказаних параметара је мултиваријантна и може се анализирати уобичајним хеометријским техникама.

Свако идентификовано оштећење изазвано термошоком окарактерисано је помоћу морфолошких параметара. На шест различитих узорака идентификовано је 232 оштећења, изабраних за даљу анализу. На овај начин формиран је скуп од 232×18 (најпогоднија је матрична репрезентација) параметара на свим испитиваним узорцима. Не узимајући у обзир начин припреме изабраних узорака (притисак пресовања и количине додатих влакана) мултиваријантна анализа изведена је на читавом скупу података коришћењем *PCA*. Подаци су пре анализе аутоскалирани.

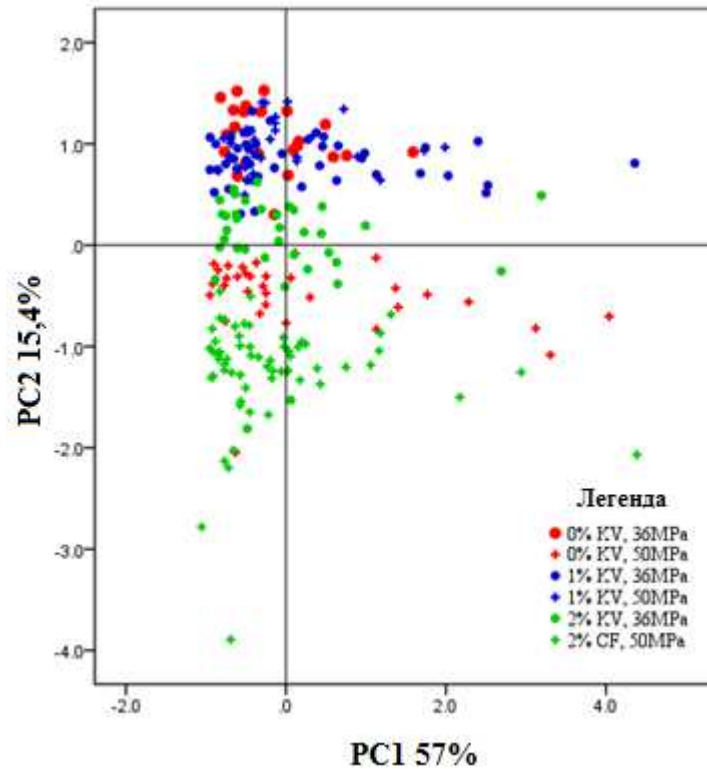
Резултати редукције димензија (изведене коришћењем *SPSS* софтверског пакета) почетног 18 - димензионог простора у нови дводимензиони *PC1 - PC2* простор приказан је на слици 58. На слици 59 приказан је тзв. *loadings plot*. Прве три *PC* компоненте описују више од 81 % варијансе у почетном скупу података, при чему новоформирана *PC1* компонента описује 56,9 %, а *PC2* компонента 15,4 % укупне варијансе у полазном скупу указујући да је у току линеарног пресликавања почетног 18 - димензионог простора у *PC1 - PC2* простор добијена добра слика структуре вишедимензионог скупа података. На слици 60 види се да морфолошке карактеристике оштећења изазваног термошоком зависе од начина припреме материјала, посебно од притиска којим су у току припреме пресовани испитивани узорци. Утицај додатих влакана на нижем притиску (36 МПа) је занемарљив. Значајнији утицај влакана додатих као ојачање уочава се тек на вишем притиску (50 МПа) којим су пресовани узорци и то посебно у односу на узорке без додатка керамичких влакана.

Табела 21. Приказ издвојених објеката за анализу за узорке пресоване на 36 МПа и 50 МПа

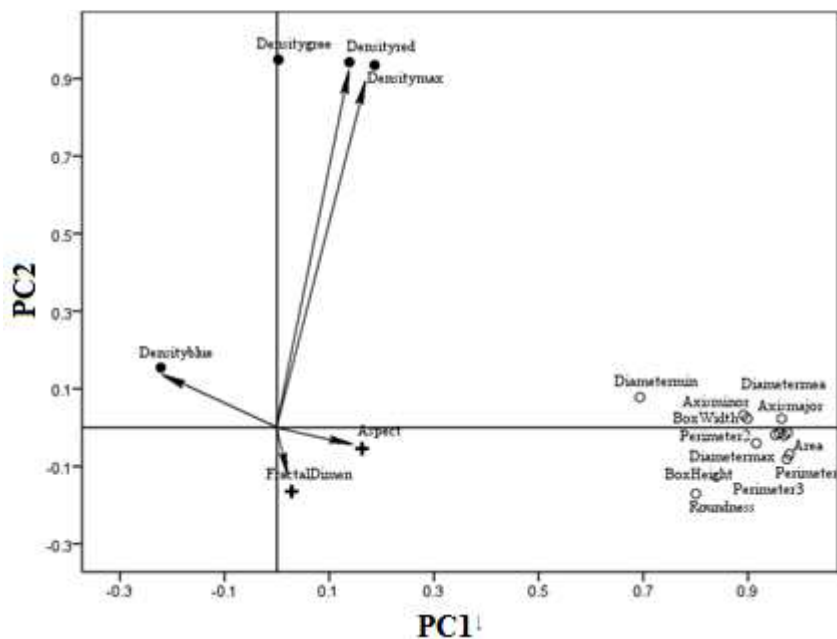
Притисак	Без влакана	1% влакана	2% влакана
36 МПа			
50 МПа			

Из овог разлога детаљнија анализа утицаја на морфолошке карактеристике оштећења испитана је на два скупа података формираних од истих променљивих за дате притиске пресовања материјала. Димензије новоформираних скупова података су 110 x 18 за притисак од 36 МПа и 122 x 18 за притисак од 50 МПа. Резултати *PC* анализе ова два мултиваријантна скупа приказани су на сликама 60 и 62. Додавање 2 % керамичких влакана утиче на морфолошке карактеристике оштећења изазваних термошоком, јер се са слике види да се дата категорија може описати помоћу параметара *Fractal Dimension*, док се остале две категорије за притисак од 36 МПа не могу јасно међусобно разликовати ни по једној од посматраних карактеристика (слика 61). Скуп података који су добијени карактеризацијом узорака припремљених на 50 МПа показују израженији утицај додатих керамичких влакана на морфолошке карактеристике оштећења (слика 63). Сваку групу карактерише утицај различитог параметра којим су квантификована оштећења. Тако су оштећења на узорцима без влакана

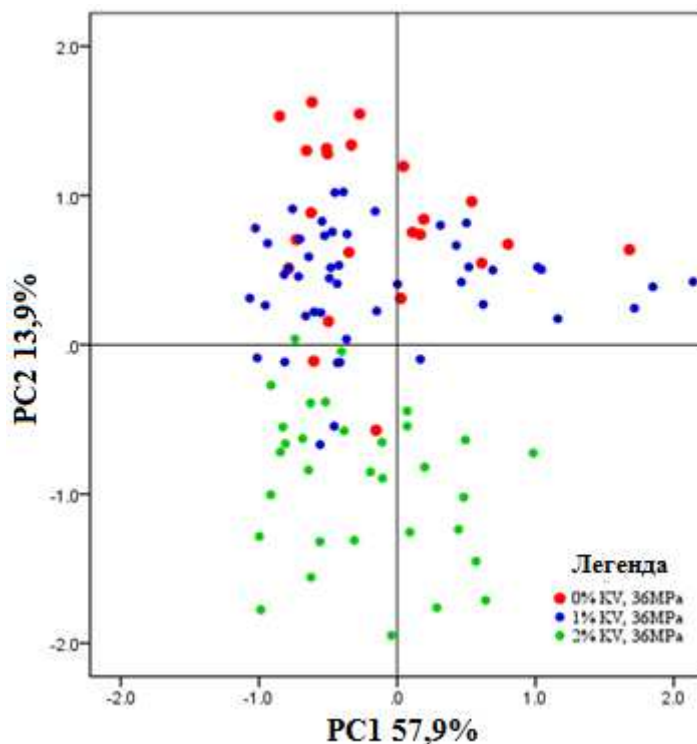
карактерисана параметром *Density blue*, оштећења на узорцима са 1% керамичких влакана карактеришу параметри *Density green*, *Density red* и *Density max*, респективно, док је *Fractal dimension* и у овом случају најдоминантнија карактеристика оштећења изазваних на узорцима са 2% влакана.



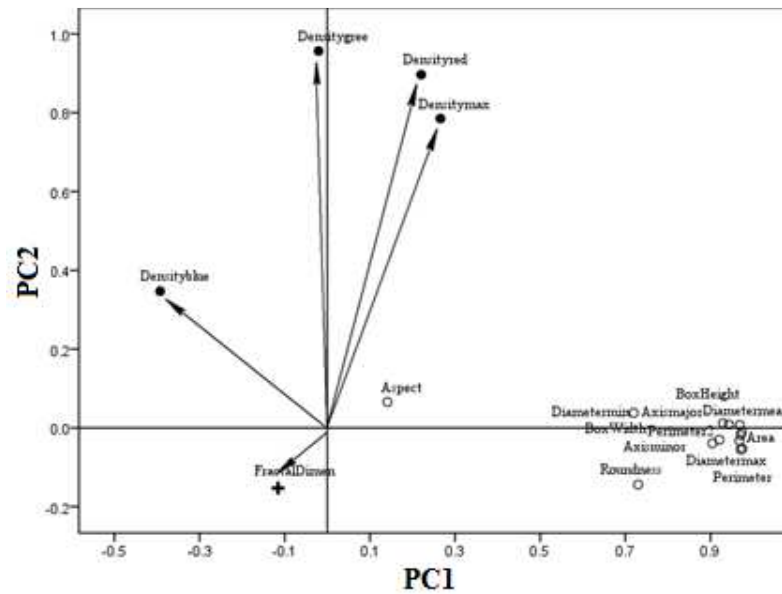
Слика 58. Анализа главних компоненти - график зависности прве две главне компоненте за скуп података формираних од 232 18 - димензионих вектора који описују оштећења настала термошоком



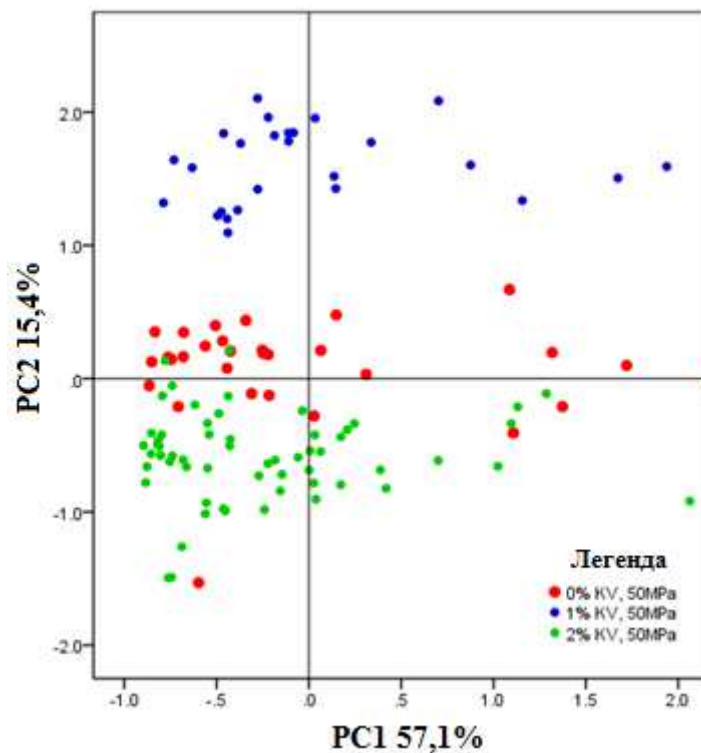
Слика 59. Анализа главних компоненти - график факторских оптерећења за скуп података формираних од 232 18 - димензионих вектора који описују оштећења настала термошоком



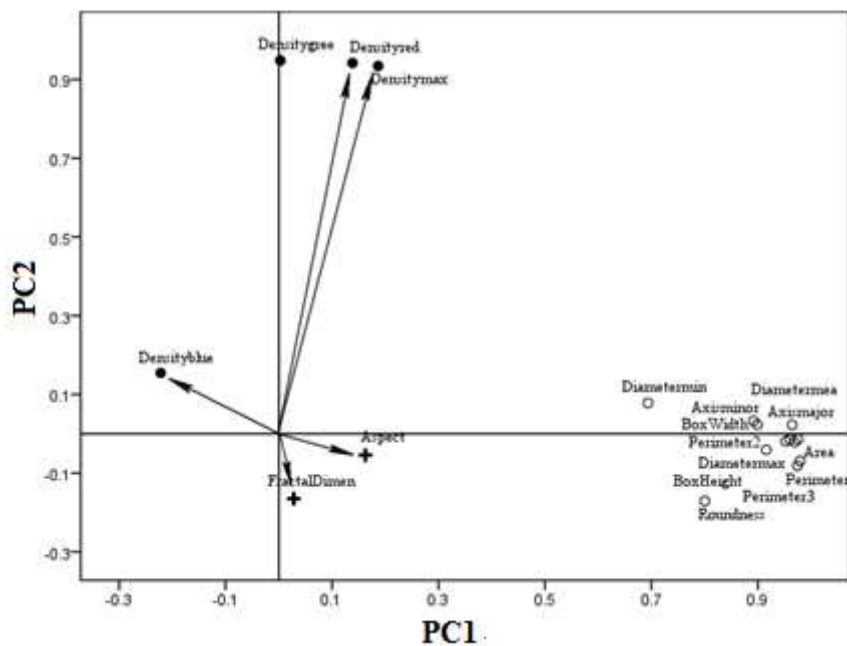
Слика 60. Анализа главних компоненти - график зависности прве две главне компоненте за скуп података формираних од 18 - димензионих вектора који описују оштећења, која су настала термошоком, за узорке пресоване на 36 МПа



Слика 61. Анализа главних компоненти - график факторских оптерећења за скуп података формираних од 18 - димензионих вектора који описују оштећења, која су настала термошоком, узорака пресованих на 36 МПа



Слика 62. Анализа главних компоненти - график зависности прве две главне компоненте за скуп података формираних од 18 - димензионих вектора који описују оштећења, која су настала термошоком, за узорке пресоване на 50 МПа



Слика 63. Анализа главних компоненти - график факторских оптерећења за скуп података формираних од 18 - димензионих вектора који описују оштећења, која су настала термошоком, за узорак пресованих на 50 МПа

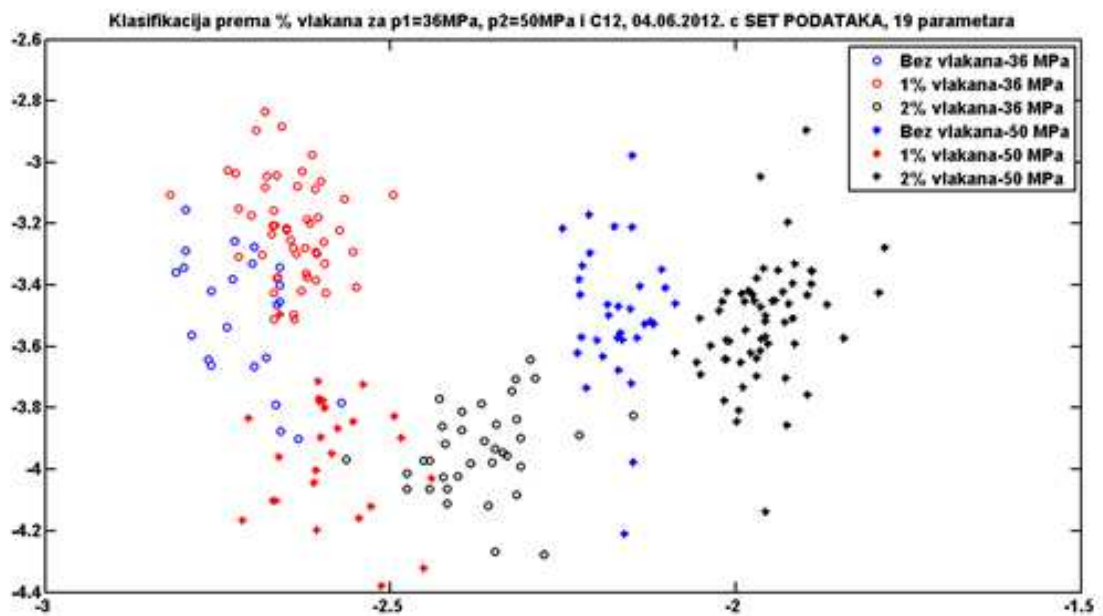
Оштећења изазавана на свим узорцима пресованим на 36 МПа и на узорцима пресованим на 50 МПа којим је додат 1 % керамичких влакана могу се окарактерисати параметрима *Density blue*, *Density green*, *Density red* и *Density max*. На основу описаних параметара може се закључити да оштећења код узорак са 1 % керамичких влакана варирају по дубини а не по површини узорак, што може довести до пуцања узорак. За разлику од њих, две групе узорак (без влакана и са 2 % додатих керамичких влакана) које су пресоване на 50 МПа имају најизраженија оштећења која су карактерисана параметрима *Fractal Dimension* и *Aspect ratio*.

Анализом главних компоненти установљен је значајан утицај притиска пресовања на морфологију оштећења изазваних термошоком. Редукција димензија у *PC1 - PC2* простор није показала услове за класификацију на 36 МПа али додаток керамичких влакана и пресовање на 50 МПа значајно утичу на морфологију оштећења. Екстракција обележја омогућила је идентификацију параметара облика оштећења који су карактеристични за појединачне услове припреме узорак.

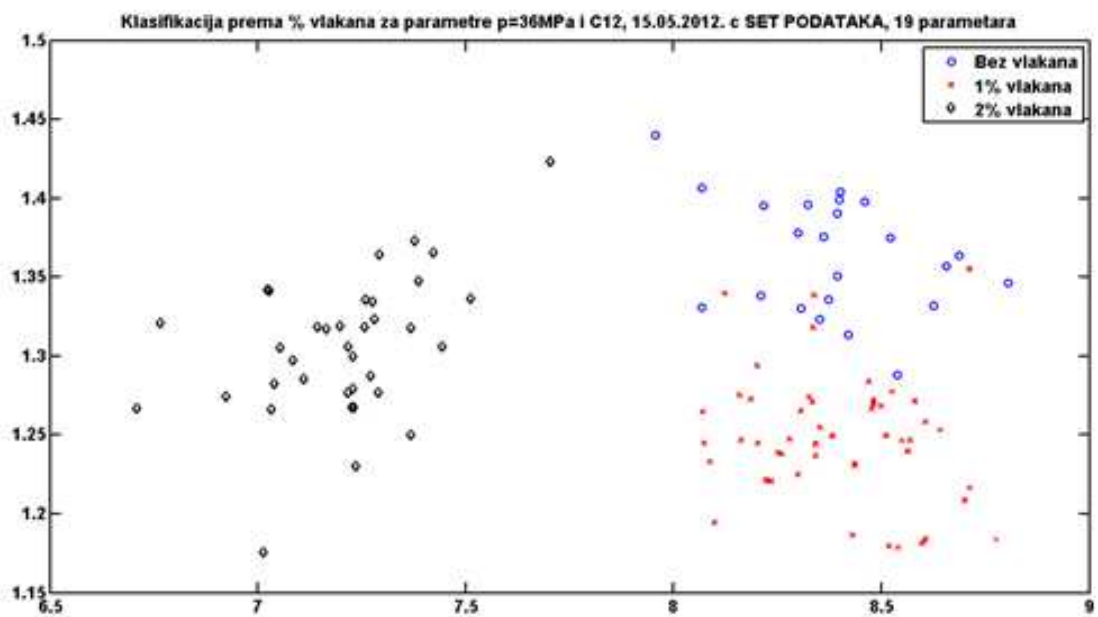
Предложени поступак издвајања облика оштећења показао се као ефикасан за описивање карактеристичних морфолошких одлика оштећења на керамичким узорцима изложеним термошоку. Уочава се да постоје јасне морфолошке разлике на узорцима чији се састав и начин припреме разликују, чиме се осликава различит начин одговора на излагање термошоку [176].

17.2 Дискриминантна анализа

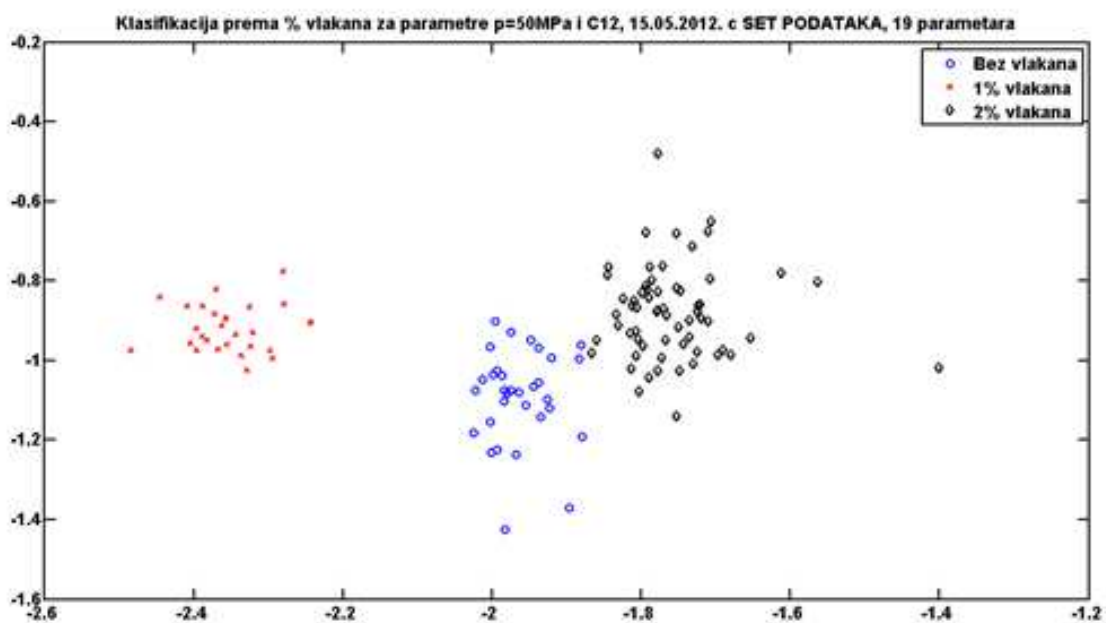
Иако је редукција димензија у простор максималне варијансе показала значајне могућности за класификацију, на истим скуповима података за које је вршена анализа главних компоненти, извршена је и дискриминантна анализа. Резултати дискриминантне анализе добијени су коришћењем *MATLAB - version R2010a, Math Works, Inc.* Сазнање да постоје могућности за класификацију је у току ове анализе потврђено, при чему је извршена и екстракција оних обележја који су одговорни за ту класификацију. Међусобним поређењем слика (*PCA - све са DA - све, PCA - 36 са DA - 36, PCA - 50 са DA - 50*) уочено је исто раздвајање група према начину припреме, као и приликом редукције димензија у простор одређен максималном варијансом. Значајније одступање примећује се једино за групу оштећења насталих на узорку који има додат 1 % влакана и који је пресован на 36 МПа (слика 64). Такође, уочљиво је и значајно побољшање групне кохезије, што доприноси побољшању услова за класификацију. Једном речју, тренд издвајања класа у простору максималне варијансе потврђен је и у новоформираном простору одређеном линеарном комбинацијом почетних променљивих. Међукласно растојање боље је дефинисано постојањем значајнијих линеарних сегмената довољних да се класификација изврши са најмањом грешком (слика 65). Групна кохезија је боље очувана у *F1 - F2* простору, што је још један фактор који утиче на смањење грешке класификације (слика 66).



Слика 64. Редукција димензија заснована на матрицама расејања за све узорке заједно



Слика 65. Редукција димензија заснована на матрицама расејања за узорке са различитим уделом влакана пресованих на 36 МПа



Слика 66. Редукција димензија заснована на матрицама расејања за узорке са различитим уделом влакана пресованих на 50 МПа

У табели 22 дате су параметри који утичу н класификацију за узорке на два различита притиска.

Табела 22. Параметри који утичу на класификацију за узорке на два притиска од 36 и 50 МПа

За шест узорака	По оси F_1			По оси F_2	
	Главна оса - 0,60991	Мања оса -0,42091	-	Површина 0,362793	Фрактална димензија -0,6222
36 МПа	Средњи пречник 0,808705	Главна оса -0,34063	-	Средњи пречник 0,408959	Фрактална димензија -0,66397
50 МПа	Средњи пречник 0,65122	Фрактална димензија 0,358655	Главна оса -0,37626		Фрактална димензија -0,69537

Применом две методе за редукцију димензија показана је важност избора простора за редукцију. Показано је да се погодним избором простора у који се врши пројектовање почетног вишедимензионог простора може утицати на

смањење грешке класификације на два начина: кроз боље очување групне кохезије и кроз повећање линеарног сегмента између две групе чиме се директно побољшава класификација.

Поређењем параметара који су екстраховани у процесу редукције димензија у две коришћене методе, потврђено је да је *Fractal Dimension* параметар који на најбољи начин описује разлику између оштећења насталих на узорцима који су припремљени на различите начине. Утицај овог параметра најизразитији је на узорцима припремљеним додавањем 2 % керамичких влакана. Ово значи да додавање 2 % влакана омогућава да оштећења услед термошока буду више распоређена по површини, а мање иду у дубину материјала.

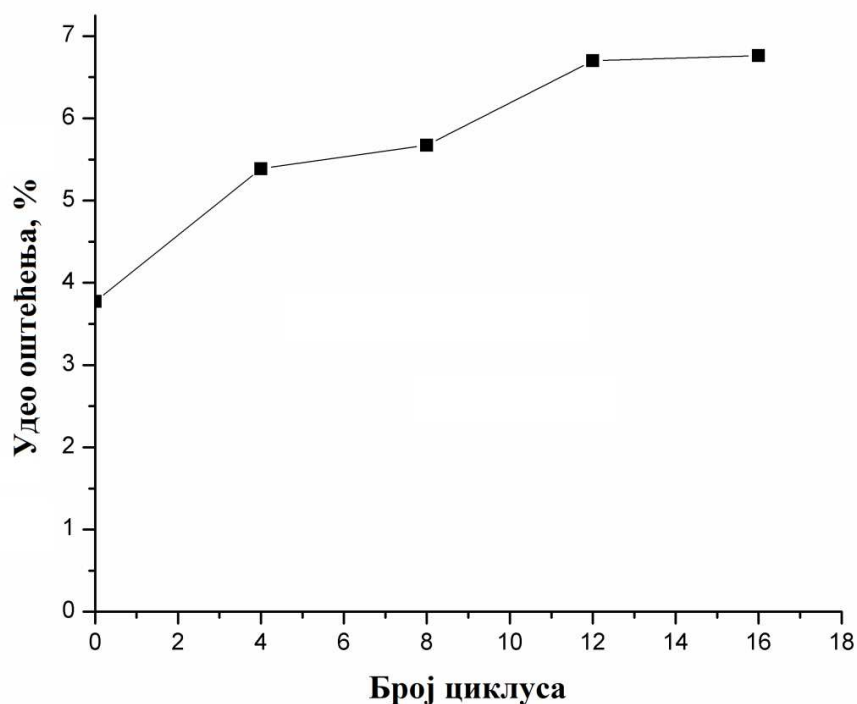
Даља истраживања могу водити ка детаљном испитивању свих циклуса термошока и пројектовању и тестирању класификатора у циљу препознавања у ком циклусу термошока се материјал тренутно налази. За ово је потребно да се добро развије и тестира модел, што првазилази обим и циљ ове дисертације.

18. Примена методе коначних елемената на прорачун напона у материјалу изложеном термошоку

У овом делу експерименталног рада описана је примена методе коначних елемената на одређивање вредности поља напона у узорцима који су изложени термошоку. Испитано је да ли облик и дубина оштећења утичу на вредност напона. Метода коначних елемената коришћена је иза одређивање расподеле напрезања између влакана и матрице када је матрица без пора и када су у матрицу убачене поре. Добијени резултати су описани у наставку рада.

18.1 Утицај облика оштећења узорака на концентрацију заосталих напона

Испитивање отпорности узорака на термошок детаљно је описана у поглављу 13.5. На основу добијених резултата види се да удео оштећења расте са бројем циклуса термошока, слика 67.

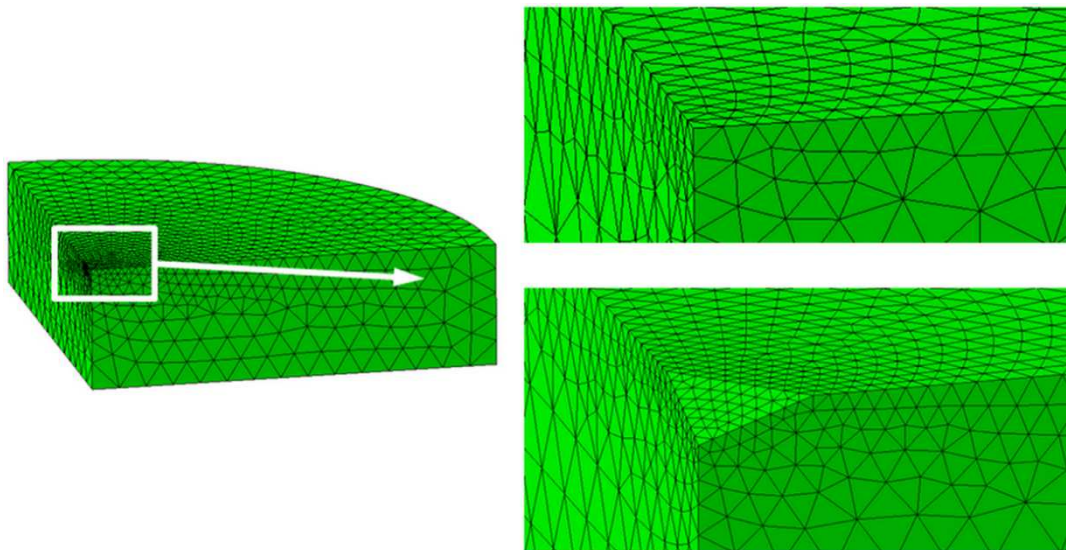


Слика 67. Удео оштећења након излагања узорка термошоку

Током истраживања уочено је да се оштећења међусобно разликују и да су неправилних облика. У ватросталним материјалима који су изложени наглим променама температуре долази до индуковања напона. Ти напони даље изазивају настајање нових или ширење већ постојећих прскотина у материјалу.

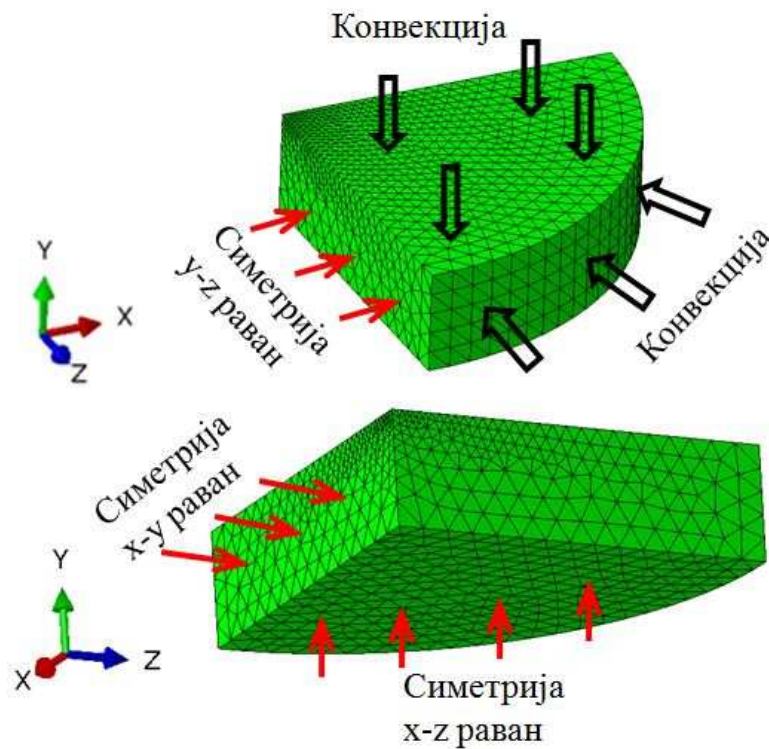
Питања које се постављају у наставку ових истраживања су: где је концентрација напона највећа и колики је напон који заостаје у материјалу након загревања и хлађења узорка? Да ли добијени напони зависе од ширине и дубине оштећења?

Расподела температуре и напона у узорцима, пресованим на притиску од 50 МПа, одређени су методом коначних елемената користећи софтверски пакет *Abaqus* [177]. Направљени су тродимензиони модели, користећи симетрију кад год је то могуће. Један од модела приказан је на слици 68; то је 1/8 диска (узорка) са и без оштећења.



Слика 68. Модел узорка без оштећења и са једним симетрично постављеним оштећењем

Механички и топлотни гранични услови (симетрија и конвекција, респективно) дати су на слици 69.



Слика 69. Механички и термички гранични услови (симетрија и конвекција)

Моделовање се базира на претпоставци да су сва оштећења последица термошока и да су изазвана термичким напрезањима. Направљено је неколико идеализованих облика оштећења, а разлог за то је што су површина и дубина анализираних оштећења постављени на основу просечно добијених експерименталних вредности. Изабрана су три облика оштећења: елипсasti (без оштрих углова), облик пирамиде (са оштрим ивицама и наглашеним врхом) и неправилни облик (са неколико пирамида). Ова оштећења симулирају актуелна оштећења која се појављују на површини узорака који су изложени термошоку а циљ рада је да се одреди утицај геометрије оштећења на поље напона. Експериментални резултати показују да дубина оштећења не прелази 1 mm.

Моделовање анализираног проблема захтева употребу коначних елемената са променом температуре и померања. Коришћена је стандардна процедура за решавање овог типа парцијалних диференцијалних једначина за нестационарно провођење топлоте и појаву одговарајућих напона. Коришћена је мрежа стандарних *C3D4T* елемента са четворочворним повезаним тетраедром линеарног

померања и температуре. Мрежа је профињена у близини оштећења како би се на одговарајући начин описали градијенти напона.

У ватросталним материјалима који су изложени наглим променама температуре долази до индуковања поља напона у материјалу. Да би се израчунали ти напони потребно је познавати одређене карактеристике материјала које су дате у табели 23. Термичка својства узета су из спецификације произвођача док су механичка својства измерена експериментално на термички третираним узорцима [171].

Табела 23. Карактеристике испитиваних материјала [178]

Термичке особине	
Кондуктивност, λ (W/mk)	1,32
Специфична топлота, C_p (KJ/kgK)	1,05
Коеф. линеарног темп.ширења, α (%)	0,7
Физичке и механичке особине	
Густина, ρ (g/cm ³)	2,05
Притисна чврстоћа, σ_p (MPa)	35
Јунгов модуо еластичности, E (MPa)	9,88
Поасонов однос, ν	0,2

Што се тиче коефицијента преноса топлоте, који је коришћен за пренос топлоте конвекцијом, узето је да је променљива величина због наглог пада температуре.

Пренос топлоте је окарактерисан линеарном зависношћу од температуре, са вредности од 300 W/m²K на собној температури и 3000 W/m²K на 950 °C (то је температура на којој се загрева узорак у пећи и која представља почетни услов у прорачуну).

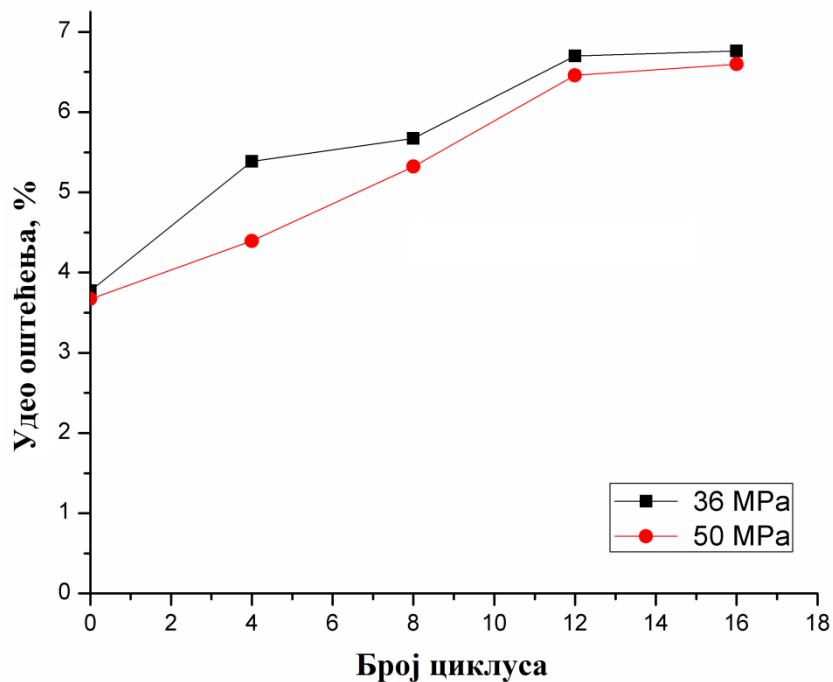
У прорачунима су коришћена физичко-механичка својства два узорка са различитим начинима припреме који као резултат имају различита површинска оштећења. Из табеле која даје статистичке параметре облика оштећења очигледно је да се за узорке пресоване на различитим притисцима разликују средња вредност површине и пречника оштећења.

У претходном поглављу у табели 21 дат је приказ оштећења уочена на површини узорка пресованог на два различита притиска. Табела 24 приказује карактеристичне статистичке параметре оштећења узорака који су пресовани на 36 МПа и 50 МПа.

Табела 24. Карактеристични статистички параметри оштећења узорака који су пресовани на притисцима од 36 МПа и 50 МПа

	36 МПа		50 МПа	
	<i>Површина</i>	<i>Пречник (средњи)</i>	<i>Површина</i>	<i>Пречник (средњи)</i>
Средња вредност	1,395	1,269	0,814	1,061
Стандардна грешка	0,273	0,129	0,109	0,094
Медијана	0,679	0,950	0,633	0,937
Стандардна девијација	1,567	0,742	0,525	0,451
Варијанса	2,454	0,551	0,275	0,204
Опсег	5,678	2,623	2,263	1,999
Минимум	0,239	0,471	0,294	0,479
Максимум	5,918	3,094	2,557	2,479
Сума	46,03	41,89	18,73	24,41

На слици 70 приказана је зависност удела оштећења површине узорака без влакана са бројем циклуса.

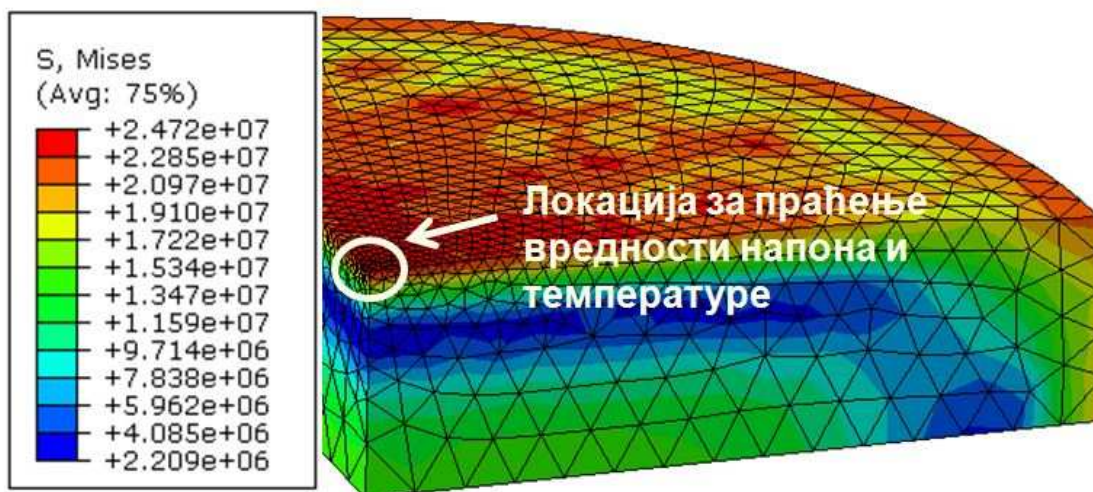


Слика 70. Удео оштећења површине узорак без влакана P/P_0 са бројем циклуса N на различитим притисцима пресовања

У поглављу 15, дат је детаљан опис одређивања удела оштећења површине узорак који су изложени термошоку. На основу добијене зависности примећује се да и код узорак без влакана постоји оштећење површине и да после одређеног броја циклуса вредност удела оштећења расте са бројем циклуса. Узорци који су пресовани на 50 МПа имају мањи удео оштећења од узорак пресованих на 36 МПа.

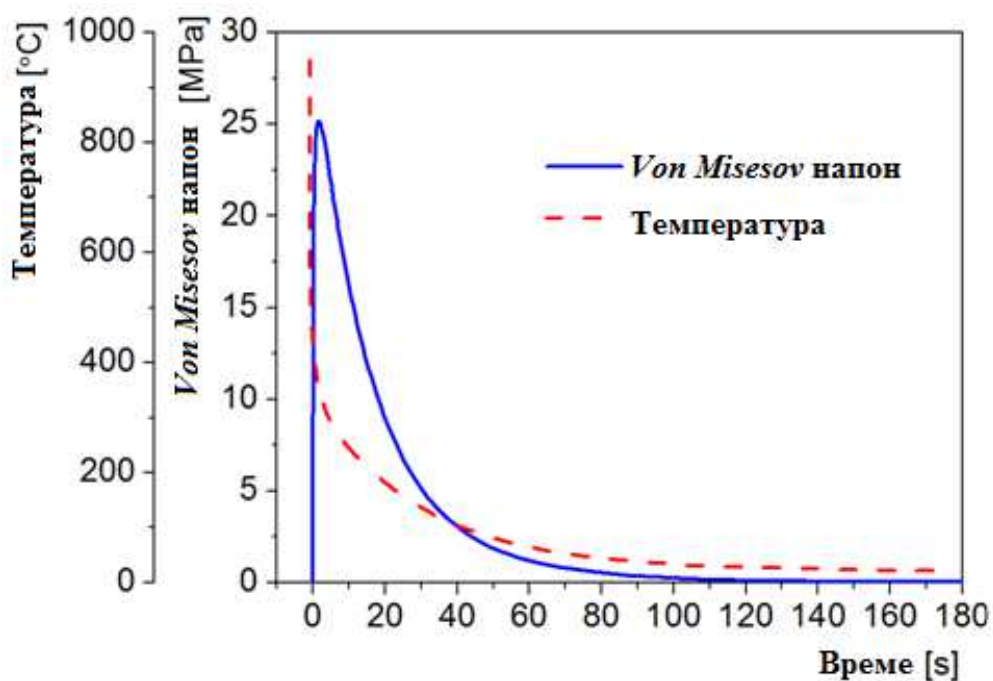
Израчунавање поља напона који се развија у материјалу после термошока је поента овог истраживања. Потребно је утврдити да ли облик и величина оштећења утиче на напон у материјалу. Ово је постигнуто коришћењем методе коначних елемената не само у циљу одређивања заосталих напона већ и да се докаже да оштећења имају тенденцију да се шире по површини узорак, а не да иду у дубину.

Као што је претходно поменуто, направљени су модели за узорке без оштећења и модели са различитим облицима и величинама оштећења. Материјал који нема оштећења коришћен је као референтни материјал. Еквивалентни *von Mises* -ов напон за модел без оштећења дат је на слици 71.



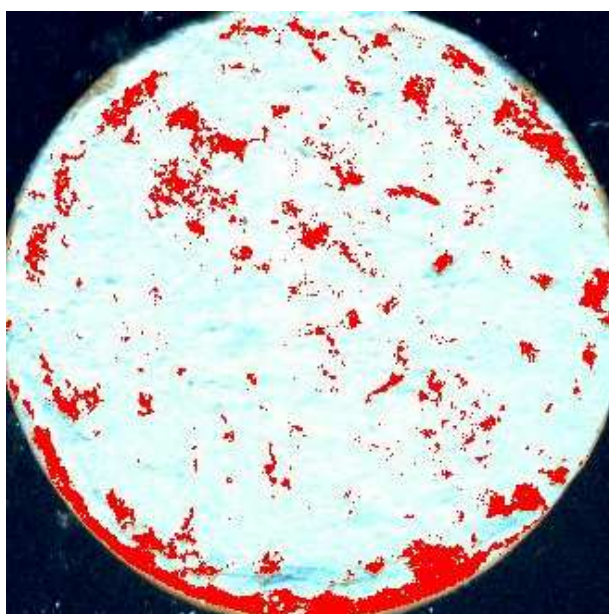
Слика 71. Приказ еквивалентног *von Mises* – овог напона (који се изражен у Pa) на узорку без оштећења

Зависност *von Mises* – овог напона и температуре са временом (слика 72) добијена је на средини горње површине узорка (локација означена на слици 71). Објашњење за веома нагло смањење напона може се тражити у условима тестирања јер узорак није био ограничен у било ком правцу у току хлађења.



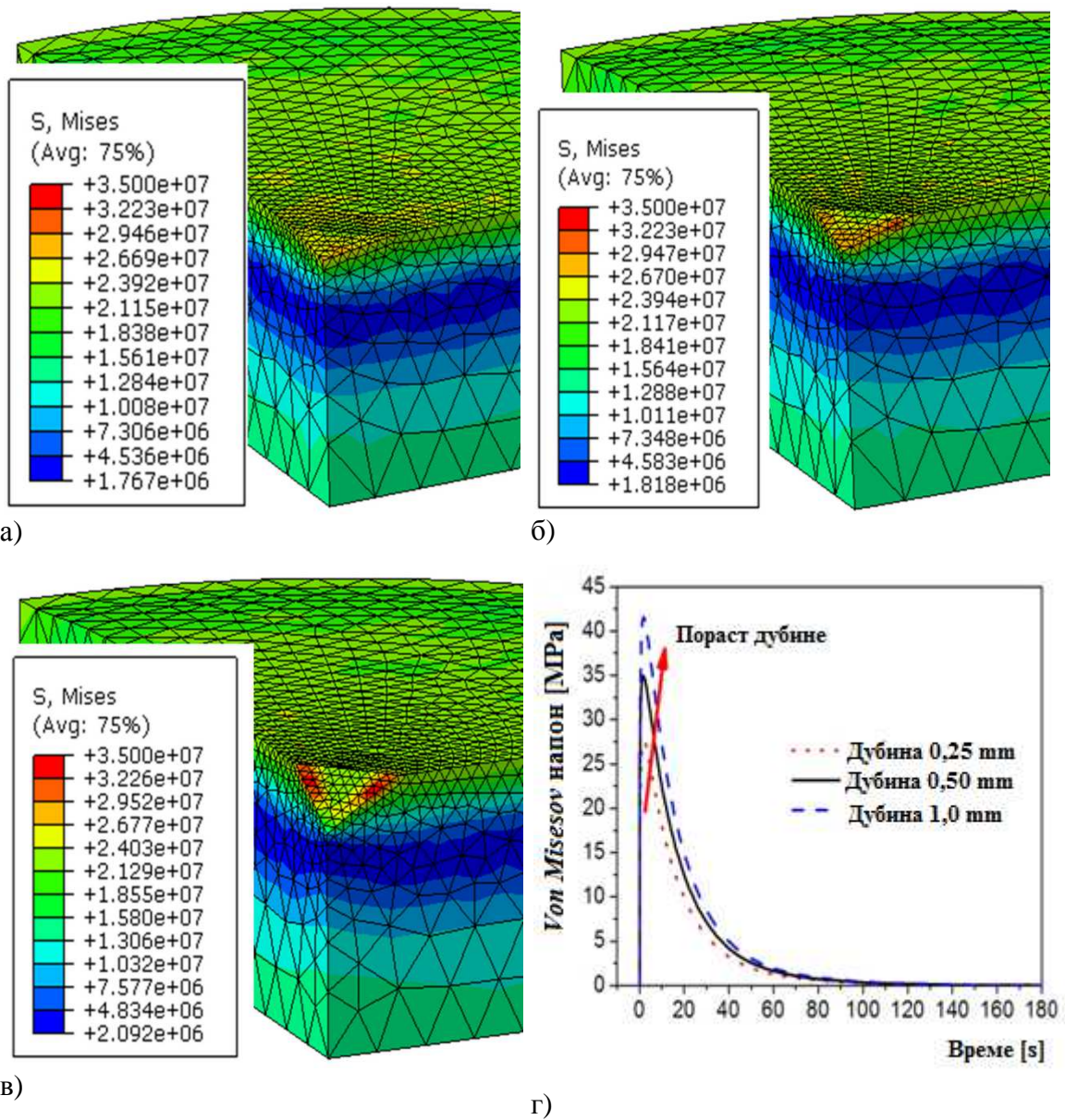
Слика 72. Зависност *von Mises* – овог напона и температуре са временом

Добијена вредност напона је 24,72 МПа. Та вредност је мања у поређењу са притисном чврстоћом материјала која износи 35 МПа, али присуство пора може да изазове локалну концентрацију напона, који води ка стварању оштећења. Ова вредност достиже се након 3 секунде после потапања узорка у воду и након тога се вредност напона смањује и долази на вредност од 10^{-4} Ра, што се може протумачити да нема заосталих напона у материјалу. Вредност напона је највећа на средини и по ивицама диска, што и одговара стварном настајању оштећења на узорку који је изложен термошоку, видети слику 73.



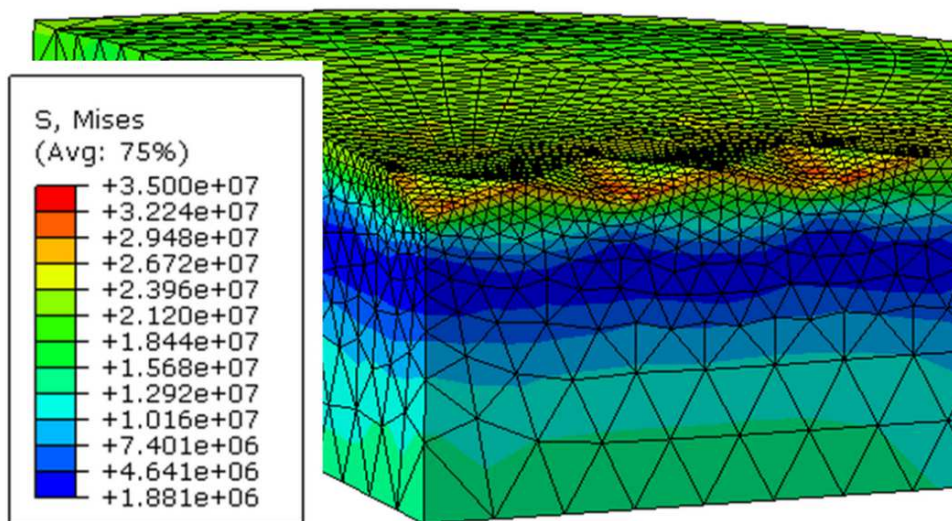
Слика 73. Узорак са оштећењима који настају током термошока

Димензије оштећења усклађене су са експерименталним подацима. Добијени резултати су показали да је средња вредност пречника оштећења око 2 mm па је та вредност коришћена за даља израчунавања. Оштећења су представљена као жлебови са три различите дубине (0,25, 0,5 и 1 mm) и у облику елипсоида дубине 0,5 mm. Циљ истраживања је да се анализира утицај ширине и дубине оштећења на заостали напон. Резултати еквивалентног *von Mises* – овог напона за моделе приказани су на слици 74.



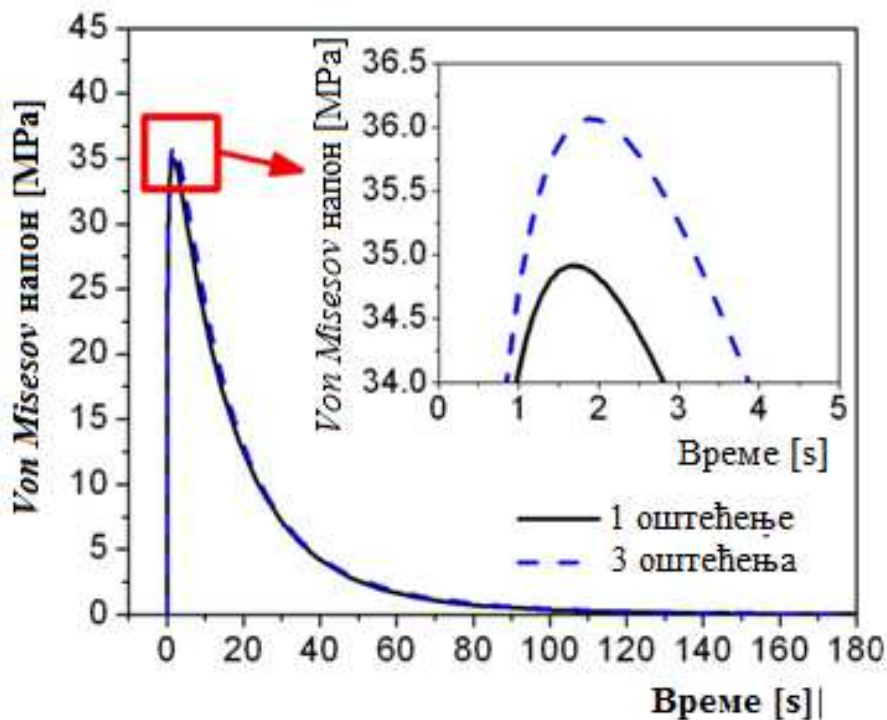
Слика 74. Приказ еквивалентног *von Mises* – овог напона (који се изражен у Pa) за узорке са оштећењем у облику жлеба са различитим дубинама: а) 0,25 mm, б) 0,5 mm в) 1 mm, и г) промена напона са временом

На слици 75 приказан је еквивалентни *von Mises* – ов напона за узорак са три оштећења у облику жлеба дубине без оштећења 0,5 mm.



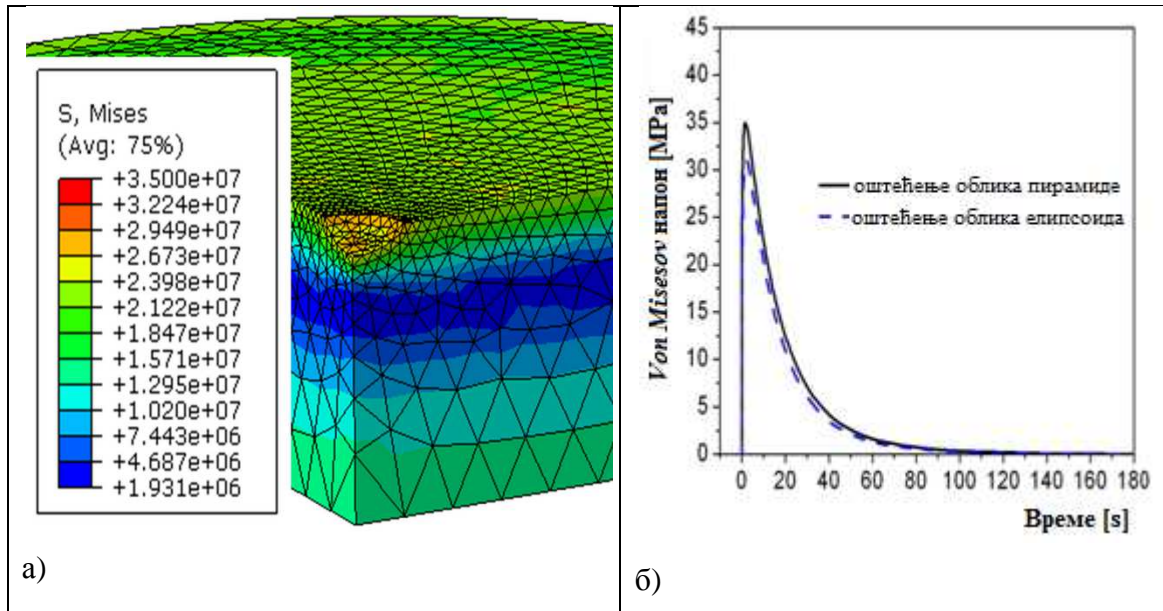
Слика 75. Приказ еквивалентног *von Mises* – овог напона (који се изражен у Pa) за узорак са три оштећења у облику жлеба дубине 0,5 mm

На слици 76 дата је промена еквивалентног *von Mises* – овог напона са временом за једно и три оштећења.



Слика 76. Промена еквивалентног *von Mises* – овог напона са временом за једно и три оштећења

На слици 77 приказан је еквивалентни *von Mises* – ов напон за узорак са оштећењем у облику елипсоида дубине 0,5 mm и промена вредности напона са временом за оштећења дубине 0,5 mm и промена вредности напона са временом за оштећења у облику пирамиде и елипсоида.

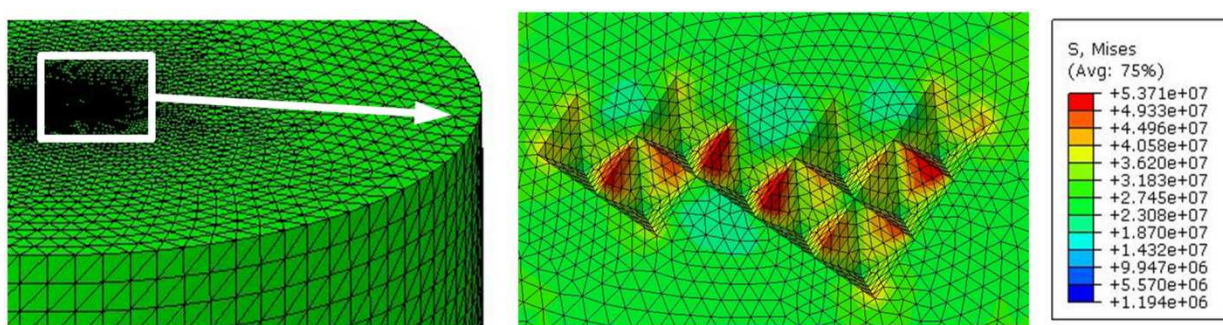


Слика 77. а) Еквивалентни *von Mises* – ов напон (који се изражен у Pa) за узорак са оштећењем у облику елипсоида дубине 0,5 mm и промена вредности напона са временом за оштећења дубине 0,5 mm, б) промена вредности напона са временом за оштећења у облику пирамиде и елипсоида

Добијени резултати показују да се напон повећава повећањем дубине оштећења, али да ниво остаје исти када се повећава дужина оштећења, тј. када постоји неколико оштећења у низу.

У случају оштећења дубине 1 mm, концентрација напона је ближа површини узорка и не иде у дубину узорка. Чињеница да је концентрација напона (за дубину од 1 mm) ближа површини може да објасни зашто мали број оштећења има дубину преко 0,5 mm и да оштећења расту по површини узорка. Модел са оштећењем у облику елипсоида има нешто мању конентрацију напона у поређења оштећењем облика жлеба исте дубине.

Поред облика оштећења који су разматрани у претходном делу текста, направљен је и модел са неправилним обликом оштећења који одговара облику оштећења који је издвојен са узорка који је изложен термошоку. Површина и дубина ових оштећења (анализираних као неколико случајно постављених пирамида близу средине диска) су слични површини и дубини појединачних оштећења приказаним на слици 78. У овом случају нису примењени услови симетрије због неправилног облика оштећења. На слици 78 приказан је еквивалентни *von Mises* – ов напон за узорак са оштећењем неправилног облика.



Слика 78. Приказ еквивалентног *von Mises* – ов напона (који се изражен у Pa) за узорак са оштећењем неправилног облика

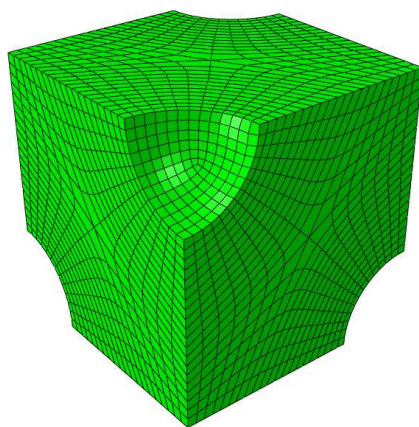
Велике вредности напона појављују се на просторима између појединачних жљебова што значи да појединачна оштећења имају тенденцију да се спајају а не да се простиру у дубину узорка. Може се рећи да су разлике између резултата добијених за различите облике оштећења и квантитативне и квалитативне – утврђено је да ја концентрација напона већа по површини узорака пре него у дубини [178]. Слично понашање примењено је експериментално на различитим ватросталним материјалима, као што су композити силицијум карбид/кордиерит [180, 181]. С друге стране, анализа случајно формираних оштећења (више пирамида које формирају неправилан облик) који највише личе на реална оштећења, показала је да ће мањи недостаци имати тенденцију да се споје у једно веће оштећење.

18.2 Узицај пора на механичка својства материјала

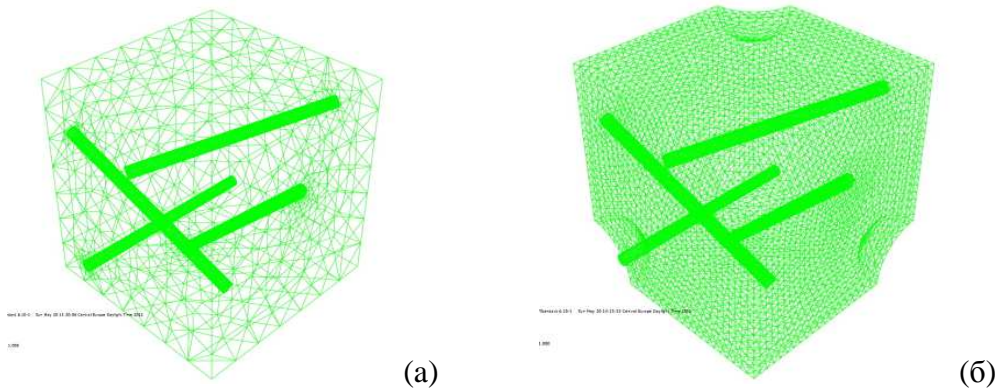
Да би се анализирао утицај порозности на механичка својства направљене су јединичне ћелије са влакнима без пора и ћелије у које су убачене поре. Геометрија ћелије добијена је на основу података о саставу материјала и снимања његове микроструктуре [182]. Материјал се састоји од матрице и ојачања који имају приближне вредности густине. Пречник влакана је $7,5 \mu\text{m}$, а дужина влакана је $134 \mu\text{m}$ ($l/d \approx 17$). Запремина влакна је израчуната према следећем изразу:

$$\text{Запремина влакна: } V_L = \frac{d^2 \pi}{4} \cdot l = \frac{7,56^2 \pi}{4} \cdot 134,4 = 6028 \mu\text{m}^3 \quad (58)$$

Запремина материјала која одговара просечном влакну израчуната је помоћу једноставне пропорције $V_{\text{вл}} : V_{\text{ћел}} = 2\% : 100\%$ и добијена запремина ћелије је $301442,7 \mu\text{m}^3$, одакле следи да је, уколико се узме јединична коцка, одговарајућа дужина ивице је $67 \mu\text{m}$. С обзиром да је дужина влакна $134 \mu\text{m}$, ћелија треба да буде довољно велика да влакна могу да стану у њу па је уведена претпоставка да се елементарна ћелија састоји од 8 влакана и одговарајуће количине матрице. 8 влакана припадају јединичној ћелији и ћелија је облика коцке димензија $0,14 \text{ mm} \times 0,14 \text{ mm} \times 0,14 \text{ mm}$, а пречник влака је $r = 0,003925 \text{ mm}$ и дужина влакана је $l = 0,137388 \text{ mm}$. Влакна су насумице убачена у матрицу. На сликама 79 и 80 приказане су ћелије са порам, са влакнима без пора и са влакнима и порам.



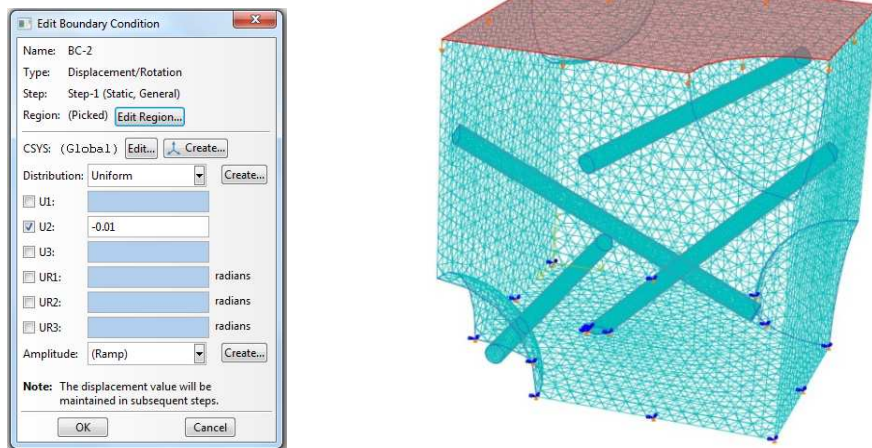
Слика 79. Приказ ћелије са порам



Слика 80. Приказ ћелија: а) са влакнима без пора, б) са влакнима и порам

На слици 81 приказана је расподела *von Mises* – овог напона између влакана и матрице када у матрици нема пора.

На слици 81 приказано је дефинисање притисног оптерећења које делује на ћелију. Ово оптерећење задато је применом граничног услова - задатог померања површине означене на слици.

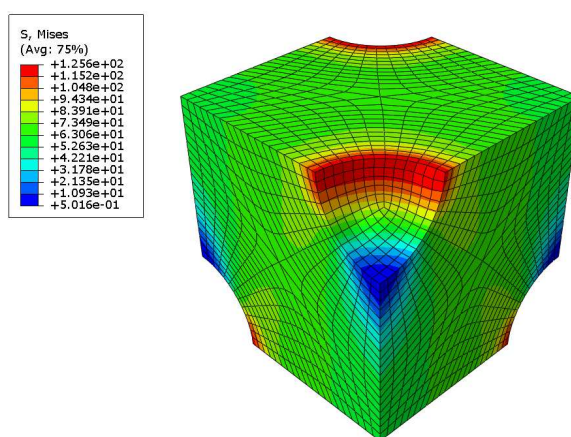


Слика 80. Дефинисање оптерећења које делује на ћелију

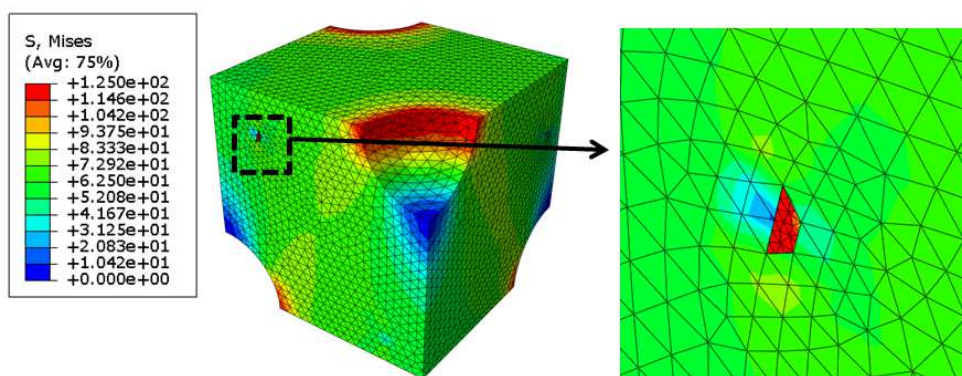
Слика 82 показује како саме поре делују као концентратори напона у материјалу. У зависности од правца дејства напона, долази до повећања напона на порам; на слици је дата расподела *von Mises* – овог напона. На слици 83 приказана је расподела *von Mises* – овог напона за модел који садржи и поре и влакна. Концентрација напона је изражена у околини пора, као и за модел без

влакана, али се може видети и да је вредност напона у влакну велика (јер се оптерећење великим делом преноси преко влакна, које ојачава композитни материјал).

Велике вредности напона се често јављају и између влакна и матрице, што може довести до деламинације. Овај процес доводи до повећања жилавости материјала зато што материјал апсорбује енергију потребну да се влакно извуче из матрице што отежава лом материјала. Влакна прва преузимају оптерећење и матрица тек при значајном повећању оптерећења преузима оптерећење.



Слика 81. Слика поре као концентратора *von Mises* – овог напона



Слика 83 показује како саме поре делују као концентратори напона у материјалу. У зависности од дејства наглих промена температура на материјал долази до повећања напона на порам у материјалу.

Закључак

У теоријском делу ове докторске дисертације приказан је преглед и структура ватросталних материјала. Приказана је подела и својства керамичких материјала, а нарочито је пажња указана на композите који су ојачани валкнима. У експерименталном делу приказана је синтеза узорака као и методе испитивања материјала које су примењене у даљем експерименту.

Циљ овог рада био је да се испита како влакна уграђена у керамичку матрицу утичу на термостабилност и физичко - механичка својства материјала. У случају термостабилности као значајан параметар наводи се отпорност површине на оштећења. Анализом слике одређен је удео оштећења површине узорака који су изложени термошоку. Методом мултиваријантне анализе испитивано је који параметри оштећења утичу на њихово раздвајање. Метода коначних елемената коришћена је за испитивање заосталих напона који се јављају на површини узорка који су изложени термошоку. Где је концентрација напона највећа, да ли напони зависе од ширине и дубине оштећења.

Из резултата ове докторске дисертације могу се извести следећи закључци:

- За синтезу основног материјала коришћене су стандардне рецептуре за израду шамотних керамичких материјала. Сировине су хомогенизоване у ролерима, сушене у сушници, пресоване на два различита притиска (36 МПа и 50 МПа) и синтероване на температури од 1200 °С, 2 сата.
- Испитана је синтеза ватросталног материјала у лабораторијским условима са додатком керамичких влакана. Приликом синтезе коришћене су лабораторијске методе за умешавање компонената па је уочен проблем умешавања керамичких влакана где долази до агломеризације влакана која се понашају као центри над којима се концентрише напрезање водећи до лома узорка.
- Испитано је како удео керамичких влакана и њихова морфологија (која се огледа у односу дужине и пречника) утичу на отпорност материјала на термошок. Уколико се влакна нису равномерно распоредила кроз матрицу долази до пуцања узорка.

- Вlakна побољшавају отпорност узорака на термошок али битну улогу има и притисак пресовања. Узорци са већим уделом влакана и на већем притиску пресовања имају мањи удео оштећења површине.
- Чврстоћа материјала се повећава са повећањем количине додатих влакана али и са повећањем притиска пресовања узорака.
- Резултати за површинско оштећење показују слично понашање узорака без влакана и са 1 % влакана.
- Површинско оштећење за узорке без влакана резултује дубљим оштећењима у поређењу са оним узорцима који имају 2 % додатих влакана.
- Дефинисана је процедура у анализи слике површине ватросталног материјала којом се препознавање оштећења изводи без утицаја оператера.
- Алати који се користе у анализи слике искоришћени су за несубјективну квантификацију облика оштећења насталих под дејством термошока на узорцима припремљеним пресовањем на различитим притисцима и са додатком различитих количина влакана за ојачање материјала.
- Коришћењем стандардних програма за анализу слике од којих је *Image Pro Plus* међу широко прихваћеним алатима, могуће је издвојеним оштећењима одредити параметре који осим геометријских димензија и површине карактеришу и облик оштећења.
- Коришћењем статистичке анализе података издвојени су параметри који битно утичу на раздвајање облика оштећења у зависности од природе узорка на коме су настали.
- Притисак којим су пресовани узорци има утицаја на морфолошке карактеристике облика оштећења.
- За узорке пресоване на 36 МРа оштећења изазвана термошоком се не разликују значајно на узорцима без влакана и са 1 % керамичких влакана. Извесна разлика може се уочити тек на узорцима са 2 % додатих влакана и та оштећења се разликују помоћу *Fractal dimension* параметра.

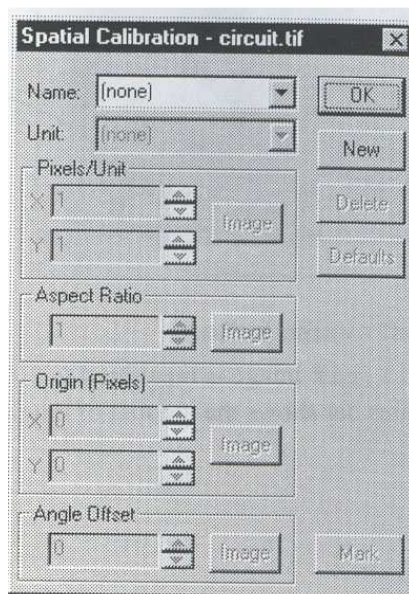
- На узорцима пресованим на 50 МПа, својстава оштећења изазваних термошоком јасно се разликују у зависности од количине додатих влакана. Свако од ових оштећења може се окарактерисати различитим параметрима.
- Израчунавање расподеле температуре и напона омогућава визуализацију поља напона и концентрацију напона. Када се погледа слика узорка који је изложен термошоку, види се да се највеће оштећење јавља у области максималних напрезања.
- Израчунавање расподеле температуре и напона омогућава визуализацију поља напона а нарочито концентрације напона. Када се пореди са сликом узорка који је претходно подвргнут термошоку, примећено је да главна површина разарања добијена у области максималног напрезања. Различити услови припреме узорака резултују у различитим облицима површинских оштећења који имају неке морфолошке карактеристике које омогућавају праћење утицаја облика и величине оштећења на даљу концентрацију напона.
- Анализа поједностављених оштећења (у облику једне или више пирамида или елипсоида) показује да ниво напрезања, који је добијен методом коначних елемената, зависи од облика оштећења а не од дужине оштећења (у случају када је спојено неколико оштећења заједно). Дубина оштећења такође утиче на ниво напона. Примећено је да у случају када је дубина оштећења 1 mm, концентрација напона није највећа на дну оштећења већ ближе површини узорка, што фаворизује повећање површинског оштећења а не ставрање дубљих оштећења. Модели са неправилним обликом оштећења (састављени од неколико неправилно распоређених пирамида) одликују се веома великим нивоима напона у везама између појединачних оштећења, што значи да лигаметни имају тенденцију да се споје у једно веће оштећење.
- За све моделе који су добијени методом коначних елемената заједничко је да се максимални напони добијају током првих неколико секунди, а после 180 s током хлађења вредност напона се смањује скоро на нулу, што значи да нема заосталих напона у материјалу.

- Практични значај овог рада може се видети у два правца. Прво је симулација услова који су потребни за термошок и анализирање индукованих термичких напрезања. Такође је битан и њихов утицај на формирање оштећења и раст прскотина који имају утицај на механичка понашања током теста. Други приступ би био коришћење овог модела при чему су добијени резултати са различитим условима припреме који се разликују од оних према стандардној процедури (нпр. различити опсег температуре, температура нижа и виша од 950 °C).
- Главни научни значај овог рада је био да се проучава како се развијају различита површинска оштећења и који су највероватнији начини њиховог развоја. Из студија представљених у овом раду, јасно је да је и средња вредност пречника оштећења различита за узорке који су пресовани на различитим притисцима. Оштећење које је узето да представља реалан облик налази се на површини једног од испитиваних узорака. Геометрија је поједностављена и циљ истраживања био је да се разјасни на који начин термошок утиче на такво оштећење и да се успоставе неки критеријуми који могу бити смернице за произвођаче ватросталних материјала, тј. да ублаже стварање оштећења на површини узорака.
- Уколико су у материјалима присутна и влакна тада се највећа напрезања јављају између влакна и матрице.
- У случају када постоје и поре у материјалу оне доводе до релаксације материјала при повећању оптерећења на материјал.

Прилог А

Одређивање расподеле и дужине влакана анализом слике

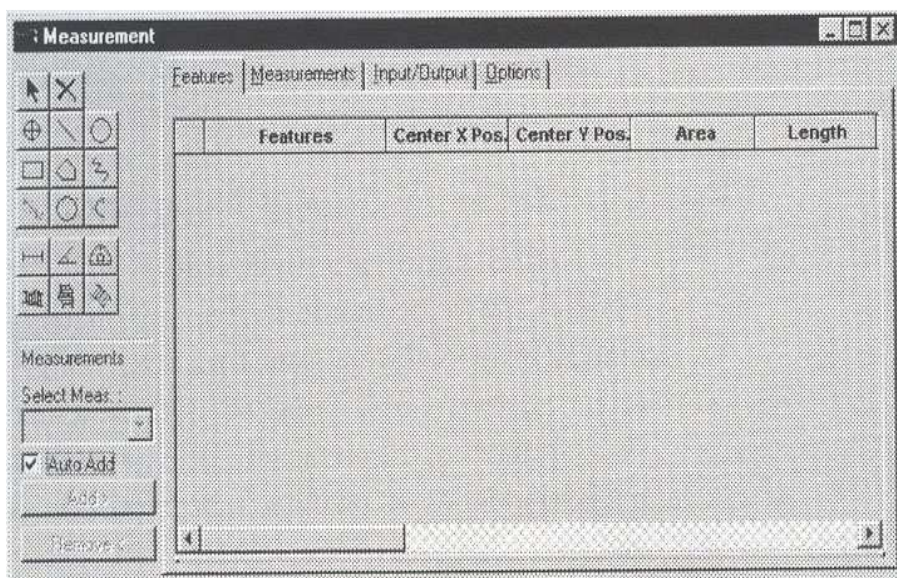
У анализи слика са влакнима, *Image Pro Plus* користи се за одређивање дужине и пречника влакана. Рад са програмом почиње отварањем наредбе *Open* из падајућег менија *File* и на тајначин отвара се жељена слика. Пре почетка анализе потребно је извршити калибрацију слике. У менију *Measure* изабере се опција *Calibration*. Њеним отварањем, бира се опција *Spatial* (у којој се задаје мерна јединица) и *Spatial Calibration - circuit.tif* прозор се појављује.



Слика 82. Изглед прозора *Spatial Calibration*

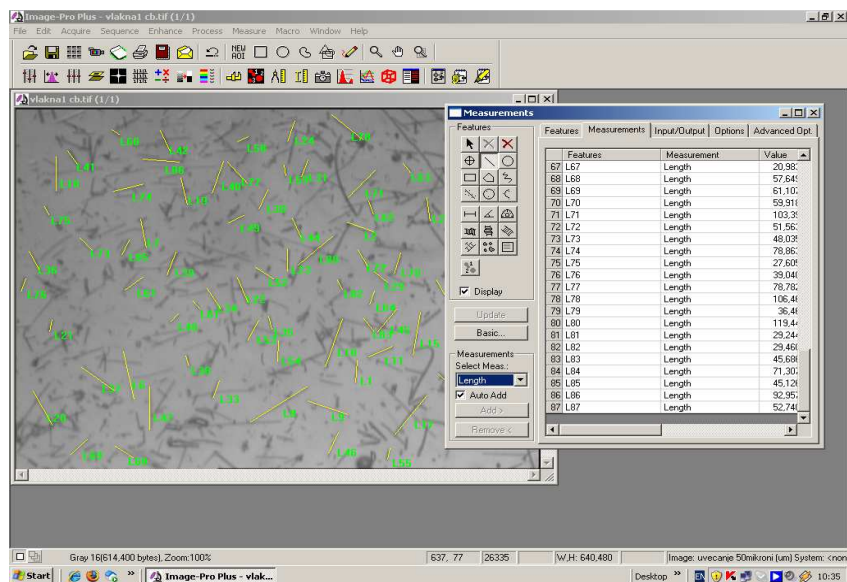
Отварањем прозора *Image* могуће је стварну физичку величину узорка доделити снимку и искористити за одређивање осталих димензија узорка. Калибрацију треба сачувати избором ОК, како би ставка мерења била доступна за било коју каснију анализу.

Када је извршена правилна калибрација коначно се приступа анализи слике помоћу задатог програма. Из падајућег менија *Measure* бира се опција *Measurements* и отвара се прозор *Measurements*.




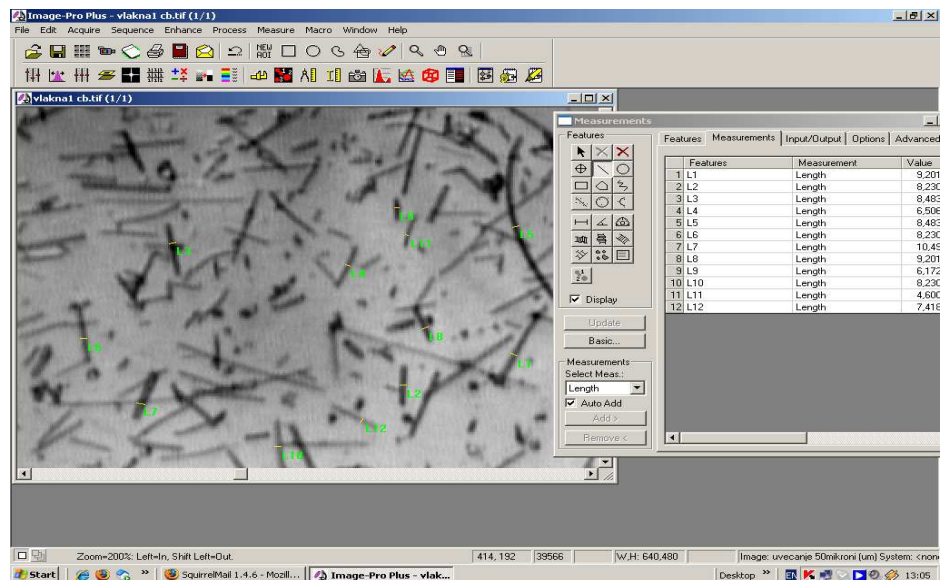
Слика 83. Изглед прозора *Measurement*

У овом прозору, бира се алатка [L] помоћу које се одређује дужина и пречник влакана. Слика 86 приказује одређивање дужине влакана.



Слика 84. Изглед екрана при одређивању дужине влакана

Слика 87 приказује одређивање пречника влакана. Пошто су влакна малих пречника коришћена је алатка zoom  за увећање.



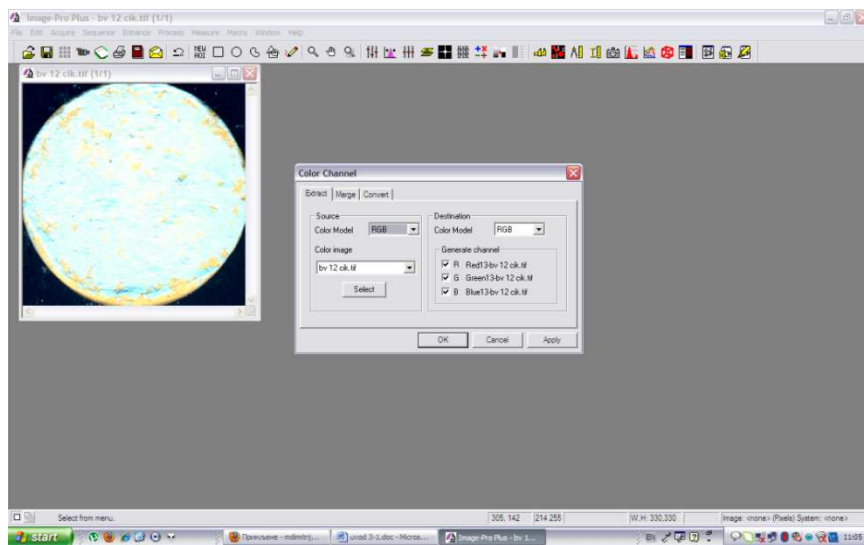
Слика 85. Изглед екрана при одређивању пречника влакана

Програм је директно повезан са *Excel* – ом тако да се сви резултати могу пребацити у *Excel* где се врше даља рачунања.

Прилог Б

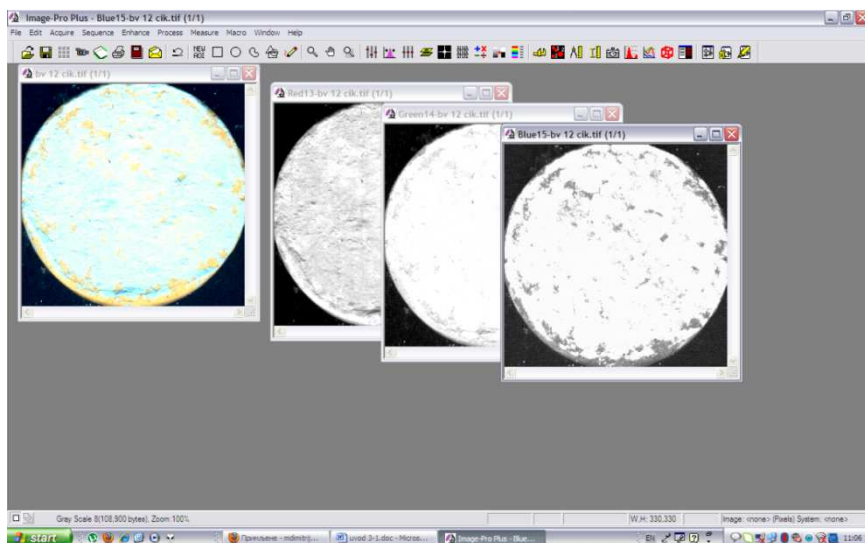
Одређивање површинског оштећења узорака

Пре сваке анализе потребно је урадити калибрацију која се ради на исти начин као што је описано код одређивања дужине и пречника влакана. За издвајање оштећења на површини узорака у падајућем менију опције **Process** бира се **Color Channel** опција и појављује се прозор **Color Channel**, као на слици 88.



Слика 86. Изглед екрана са **Color Channel** прозором

Кликом на **OK** добијене су слике са плавим, црвеним и зеленим каналом, као што је приказано на слици 89.

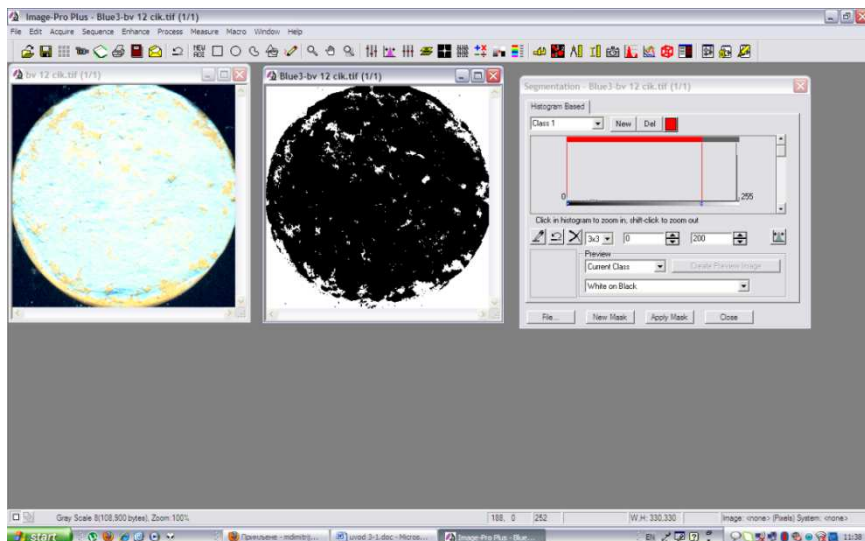


Слика 87. Приказ слике са оштећењима за узорак са 1% влакана пресован на притиску од 36 МРа а) оригинална слика заједно са резултатом издвајања информација коришћењем алата за издвајање информација о плавој, зеленој и црвеној боји. Уочава се да се на узорку са плавом бојом добро уочавају оштећења на узорку

Циљ ове манипулације сликом био је да се олакша уочавање оштећења насталих као последица излагања термошоку. Визуелно се уочава да је на слици са подацима добијеним на каналу са плавом бојом веома јасно видљиво оштећење узорака које је тамно, док је неоштећени део узорка светао. Слика са подацима о плавој боји коришћена је у даљој анализи.

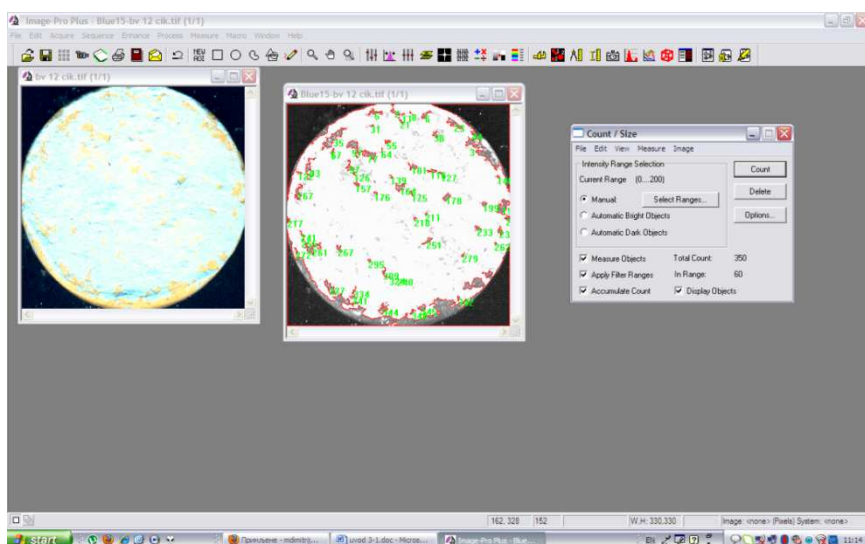
Пошто је на овај начин информација сведена на тродимензионалну матрицу са подацима о положају и интензитету само једне компоненте боје и пошто су коришћене осмобитне слике добија се 256 нијанси сиве боје па је сада могуће је применити једноставне технике за издвајање оштећења од неоштећеног дела узорка. Светле области на слици имају интензитета од 200 до 255, па је за издвајање оштећења одабран опсег од 0 до 199. Издвајањем пиксела чији је интензитет у датој области, њима се додељује вредност 1 док се свим неиздвојеним пикселима додељује вредност 0, слика 90. На овај начин добија се бинарна слика са објектима који су издвојени за анализу. Предност оваквог

издвајања објеката је што је процедура потпуно једнака за све анализиране слике без утицаја оператора на избор објеката за анализу.



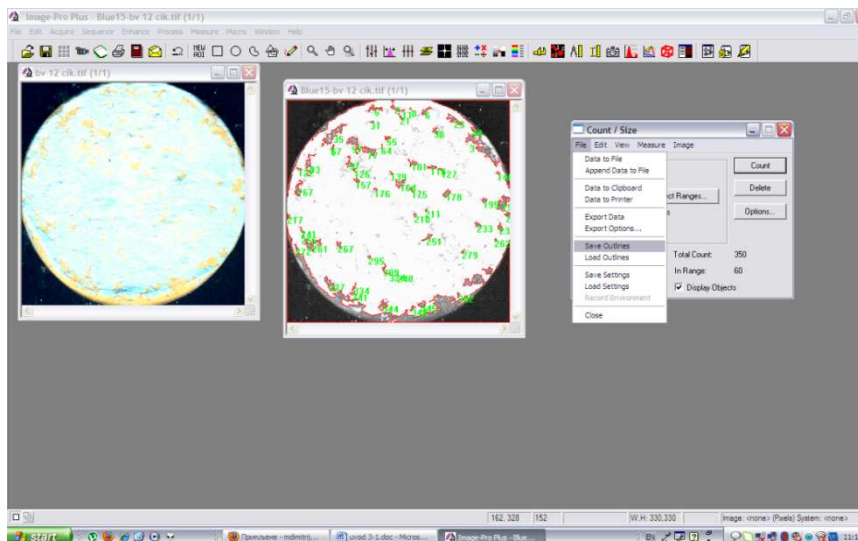
Слика 88. Приказ положаја објеката који су издвојени за анализу

Кликом на *Close* појављује се прозор *Count/Size* у коме притиском на дугме *Count* пребројавају се оштећења, као што је приказано на слици 91.



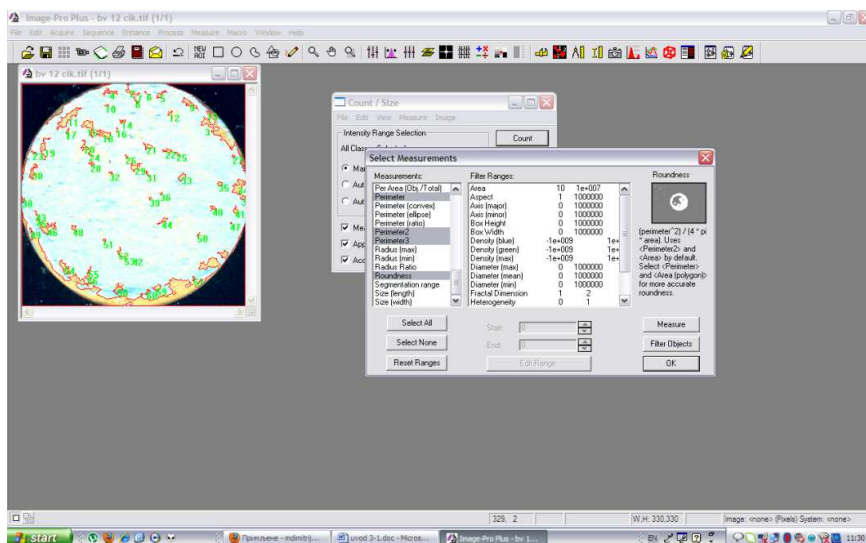
Слика 89. Изглед екрана са *Count/Size* прозором

Добијена оштећења се чувају опцијом *Save Outlines* која се налази у падајућем менију опције *File* прозора *Count/Size*, као што је приказано на слици 92.



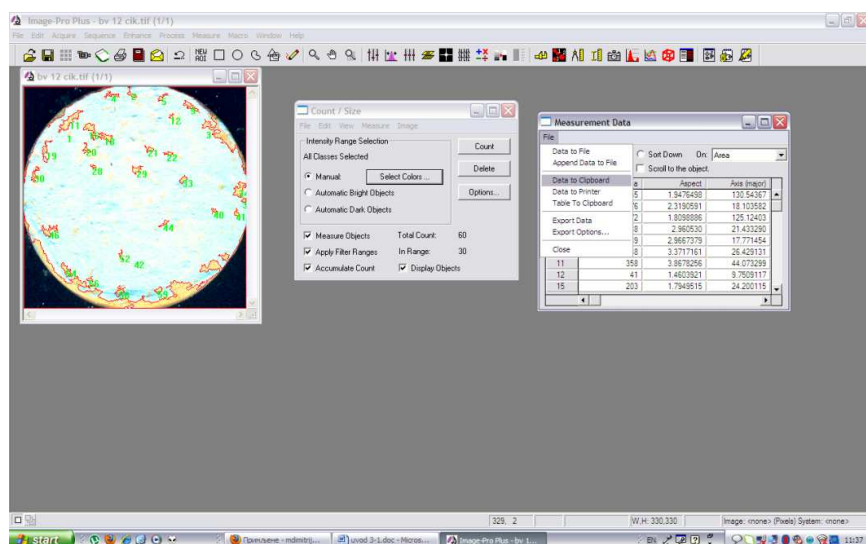
Слика 90. Приказ екрана са опцијом чувања издвојених оштећења

На оригиналну слику опцијом *Load Outlines* примењују се добијена оштећења. У прозору *Count/Size* из падајућег менија *Measurement* бира се *Select Measurements* и отвара се прозор у коме се задају параметри који су потребни за анализу, као што је приказано на слици 93.



Слика 91. Изглед екрана након селектовања оштећења на површини узорка и са понуђеним избором мерења

У прозору *Count/Size* из падајућег менија *View* бира се *Measurement Data* и појављује се прозор са добијеним резултатима. Програм је директно повезан са *Excel*-ом, па из падајућег менија *File* бира се опција *Data to Clipboard*, као што је приказано на слици 94.



Слика 92. Изглед екрана са добијеним резултатима и начин њиховог пребацивања у *Excel*

Литература

- [1] M. Tecilazić - Stevanović, Tehnologija keramike, Tehnološko - metalurški fakultet, Beograd, (1998).
- [2] T. Volkov – Husović, Vatrostalni materijali svojstva i primena, Tehnološko - metalurški fakultet, Beograd, (2007).
- [3] L. L. Hench, R. W. Gould, Characterisation of ceramics, Marcel DEKKer.Inc. New York, (1988).
- [4] G. Alipardi, Materiaux Refractories et Ceramiques Techniques, Edition Septima, Paris, (1979).
- [5] T. H. Courtney, Mechanical behavior of materials, Department of Materials Science Universitz of Virginia, (1990).
- [6] R. Aleksić, P. Uskoković, Optička vlakna kao senzori za detekciju mehaničkih oštećenja u kompozitnim materijalima, Tehnološko – metalurški fakultet, Beograd, (2005).
- [7] J. L. Broutman, R. G. Krock, Modern Composite Materials, Addison-Wesley, Reading, Mass, (1967).
- [8] P. Colomban, G. Gouadec, The Ideal Ceramic Fiber/Oxide Matrix Composite: How to Conciliate Antagonist Physical and Chemical Requirements?, Annales de Chimie (Lavoisier) N° spécial Les Composites Céramiques J. Lamon Ed. 30 (2005) 1 – 16.
- [9] G. S. Holister, C. Thomas, Fibre Reinforced Materials, Elsevier, London, England, (1986).
- [10] J. Todd, Ceramic composites with ceramic fibers, United States Patent, Patent Number: 5,407,740, Apr.18. (1995).
- [11] J. Birchall, W. Clegg, Production Of Fibre Reinforced Ceramic Composite, United States Patent, Patent Number: 5,053,175, Oct.1, (1991).
- [12]http://www.fsb.hr/NewsUpload/30_09_2006_5506_Novi_materijali_IV_2_predavanje_Franz.ppt.
- [13] D. Hull, An Introduction to Composite Materials, Cambrige University Press, Cambridge, England, (1981).
- [14] K. Strelov, Struktura i svojstva ogneporov, *Metallurqiya*, Moskva, (1969).
- [15] M. R. Piggot, Load Bearing Fibre Composites, Pergamon Press, Oxford, England, (1980).

- [16] A. Kelly, Reinforcement of Structural Materials by Long Strong Fibres, *Metallurgical Transactions*, 3 (1972) 2313.
- [17] R. Jančić, R. Aleksić, Zavistnost prečnika Al_2O_3 keramičkih vlakana od uslova oblikovanja na rotirajućem disku, *Metalurgija*, 5 (1999) 6 – 74.
- [18] S. Putić, R. Aleksić, Mehanizam oštećenja u vlaknima ojačanim kompozitnim materijalima usled delovanja promenljivog opterećenja, *Naučno Tehnički Pregled VTI Kov*, 4 (1996) 17 – 20.
- [19] R. F. Bunshah, *Handbook of Hard Coatings*, Noyes Publications, (2001).
- [20] B. W. Rosen, *Mechanics of Composite Strengthening in Fibre Composite Materials*, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 37 (1965).
- [21] T. Volkov - Husović, Karlo Raić, *Metalurške peći*, TMF, Univerzitet u Beogradu, (2010).
- [22] T. Volkov - Husović, *Ispitivanja vatrostalnih materijala*, TMF, Univerzitet u Beogradu, (2004).
- [23] S. S. Manson, R. W. Smith, Theory of thermal shock resistance of brittle materials based on Weibull's statistical theory of strength, *Journal of the American Ceramic Society*, 38 (1955) 18 – 27.
- [24] J. M. C. Duhamel, *Memoire sur le temperature dans les corps solides*, *Memoires de l'Institute de France*, 440 (1983).
- [25] T. Volkov - Husović, R. Jančić - Hajneman, *Termostabilnost vatrostalnih materijala: ispitavanje – analiza – modelovanje*, Savez inženjera metalurgije, Beograd, (2005).
- [26] D. P. H. Hasselman, Strength behavior of polycrystalline alumina subjected to thermal shock, *Journal of the American Ceramic Society*, 53 (1970) 490 – 495.
- [27] D. P. H. Hasselman, Unified theory of thermal shock fracture initiation crack propagation in brittle ceramics, *Journal of the American Ceramic Society*, 52 (1969) 600 – 604.
- [28] C. Yuan, L. J. Vandeperre, R. J. Stearn, W. J. Clegg, The effect of porosity in thermal shock, *Journal of Materials Science*, 43 (2008) 4099 – 4106.
- [29] X. Q. You, T. Z. Si, N. Liua, P. P. Rena, Y. D. Xua, J. P. Feng, Effect of grain size on thermal shock resistance of Al_2O_3 – TiC ceramics, *Ceramics International*, 31 (2005) 33 – 38.

- [30] F. Tacibana, S. Enya, Heat Transfer Problems in Quenching, *Bull of JSME*, 16 (1973) 100 – 109.
- [31] S. Marenovic, M. Dimitrijevic, T. Volkov - Husovic, B. Matovic, Thermal shock damage characterization of refractory composites, *Ceramics International*, 34 (2008) 1925 – 1929.
- [32] T. J. Lu, N. A. Fleck, The Thermal Shock Resistance of Solids, *Acta Materialia*, 46 (1998) 4755 – 4768.
- [33] P. K. Panda, T. S. Kannan, J. Dubois, C. Olagnon, G. Fantozzi, Thermal shock and thermal fatigue study of alumina, *Journal of the European Ceramic Society*, 22 (2002) 2187 – 2196.
- [34] M. Dimitrijevic, M. Posarac, J. Majstorovic, T. Volkov - Husovic, B. Matovic, Behavior of silicon carbide/cordierite composite material after cyclic thermal shock, *Ceramics International*, 35 (2009) 1077 – 1081.
- [35] T. D. Volkov - Husović, R. M. Jančić, Z. V. Popović, Thermal shock stability of ceramic material: Comparison of fracture resistance parameter with the critical T values $\Delta T_c = \Delta T_c(Bi)$, Meeting of the European Society of Ceramics, Versailles, , Euro Ceramics V, Part 1, Sessions 1A, 1C, 1D, 3, *Trans. Tech. Publications*, 22 – 26 (1997) 603 – 607.
- [36] T. D. Volkov - Husović, R. M. Jančić, Z. V. Popović, K. T. Raić, Poređenje R i R_{st} parametara sa kritičnim vrednostima temperature razlike pri ispitivanju termostabilnosti vatrostalnih uzoraka na bazi Al_2O_3 , *Metalurgija*, 2 (1995) 221 – 229.
- [37] T. D. Volkov - Husović, R. M. Jančić, Z. V. Popović, K. T. Raić, Poređenje R parametara sa kritičnim vrednostima temperature razlike, ΔT_c , *Tehnika*, 5 (1995) 20 – 26.
- [38] S. Almeida - Prieto, J. Blanco - Méndez, F. J. Otero - Espinar., Microscopic image analysis techniques for the morphological characterization of pharmaceutical particles: Influence of the software, and the factor algorithms used in the shape factor estimation, *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 67 (2007) 766 – 776.
- [39] E. H. Exner, E. Link, Image analysis for characterization of size and shape distribution of load powders, *Powder Metallurgy Int.*, 9 (1977) 131 – 133.

- [40] L. Helle'n, J. Yliruusi, Process variables of instant granulator and spheroniser: III. Shape and shape distributions of pellets, *International Journal of Pharmaceutics*, 96 (1993) 217 – 223.
- [41] L. S. C. Wan, P. W. S. Heng, C. V. Liew, Spheronization conditions on spheroid shape and size, *International Journal of Pharmaceutics*, 96 (1993) 59 – 65.
- [42] P. B. Deasy, M. F. L. Law, Use of extrusion – spheronization to develop an improved oral dosage form of indomethacin, *International Journal of Pharmaceutics*, 148 (1997) 201 – 209.
- [43] G. A. S. Awad, C. A. A. Charrueau, P. Allain, J. C. Chaumeil, Formulation and evaluation of bioadhesive pellets containing different carbomers made by extrusion – spheronization, *STP Pharma Science*, 12 (2002) 157 – 162.
- [44] J. S. Wu, H. O. Ho, M. T. Sheu, A statistical design to evaluate the influence of manufacturing factors on the material properties and functionalities of microcrystalline cellulose, *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, 12 (2001) 417 – 425.
- [45] E. P. Cox, A method of assigning numerical and percentage values to the degree of roundness of sand grains, *Journal of Paleolimnology*, 1 (1927) 179 – 183.
- [46] H. Linder, P. Kleinebudde, Use of powdered cellulose for the production of pellets by extrusion/spheronization, *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 46 (1994) 2 – 7.
- [47] M. A. Ramadan, R. Tawashi, Effect of surface geometry and morphic features on the flow characteristics of microsphere suspensions, *Journal of Pharmaceutical Science*, 79 (1990) 929 – 933.
- [48] R. D. Shah, M. Kabadi, D. G. Pope, L. L. Augsburger, Physicomechanical characterization of the extrusion–spheronization process. Part II: rheological determinants for successful extrusion and spheronization, *Pharmaceutical Research*, 12 (1995) 496 – 507.
- [49] R. M. Iyer, L. L. Augsburger, D. G. Pope, R. D. Shah, Extrusion/ spheronization-effect of moisture content and spheronization time on pellet characteristics, *Pharmaceutical Development and Technology*, 2 (1996) 325 – 331.
- [50] P. Kleinebudde, Use of a power - consumption - controlled extruder in the development of pellet formulations, *Journal of Pharmaceutical Science*, 84 (1995) 1259 – 1264.

- [51] H. A. Rashid, J. Heina`ma`ki, O. Antikainen, J. Yliruusi, Effects of process variables on the size, shape, and surface characteristics of microcrystalline cellulose beads prepared in a centrifugal granulators, *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 25 (1999) 605 – 611.
- [52] S. H. Neau, M. Y. Chow, G. A. Hileman, J. Durrani, F. Gheyas, B. A. Evans, Formulation and process considerations for beads containing Carbopol 947 P, NF resin made by extrusion – spheronization, *International Journal of Pharmaceutics*, 199 (2000) 129 – 140.
- [53] S. H. Neau, M. Y. Chow, G. A. Hileman, J. Durrani, Fabrication and characterization of extruded and spheronized beads containing Carbopol 974 P NF resin, *International Journal of Pharmaceutics*, 131 (1996) 7 – 55.
- [54] G. A. Hileman, S. M. Upasdrashta, S. H. Neau, Drug solubility effects on predicting optimum conditions for extrusion and spheronization of pellets, *Pharmaceutical Development and Technology*, 2 (1997) 43 – 52.
- [55] R. Junnila, J. Heina`ma`ki, J. Yliruusi, Effects of surface-active agent on the size, shape and hardness of microcrystalline cellulose/maizestarch pellets prepared by an extrusion/spheronization technique, *STP Pharma Science*, 8 (1998) 221 – 226.
- [56] P. Kleinebudde, Use of a power - consumption - controlled extruder in the development of pellet formulations, *Journal of Pharmaceutical Science*, 84 (1995) 1259 – 1264.
- [57] M. Eriksson, G. Alderborn, F. Podczeck, J.M. Newton, Comparison between and evaluation of same methods for the assessment of the sphericity of pellets, *International Journal of Pharmaceutics*, 148 (1997) 149 – 154.
- [58] C. Schmidt, H. Linder, P. Kleinebudde, Comparison between a twinscrew extruder and a rotary ring die press I. Influence of formulation variables, *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 44 (1997) 169 – 176.
- [59] C. Vervaet, J. P. Remon, Influence of impeller design method of screen perforation and perforation geometry on the quality of pellets made by extrusion – spheronization, *International Journal of Pharmaceutics*, 133 (1996) 29–37.
- [60] L. Baert, J. P. Remon, P. Knight, J. M. Newton, A comparison between the extrusion forces and sphere quality of a gravity feed extruder and a ram extruder, *International Journal of Pharmaceutics*, 86 (1992) 187 – 192.

- [61] L. Baert, D. Fanara, J. P. Remon, D. Massart, Correlation of extrusion forces, raw materials and sphere characteristics, *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 44 (1992) 676 – 678.
- [62] R. Junnila, J. Heina`ma`ki, J. Yliruusi, Effects of surface - active agent on the size, shape and hardness of microcrystalline cellulose/maizestarch pellets prepared by an extrusion/spheronization technique, *STP Pharma Science*, 8 (1998) 221 – 226.
- [63] K. Lo`vgren, P. J. Lundberg, Determination of sphericity of pellets prepared by extrusion/spheronization and the impact of some process parameters, *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 15 (1989) 2375 – 2392.
- [64] F. Podczeck, S. R. Rahman, J. M. Newton, Evaluation of a standardized procedure to assess the shape of pellets using image analysis, *International Journal of Pharmaceutics*, 192 (1999) 123 – 138.
- [65] P. Schneiderho`hn, Eine vergleichende studie u`ber methoden zur quantitativen bestimmung von abrundung und form an sandko`rnern, *Heidelb. Beitr. Miner. Petrogr.* 4 (1954) 172 – 191.
- [66] O. M. Y. Koo, P. W. S. Heng, The influence of microcrystalline cellulose grade on shape and shape distribution of pellets produced by extrusion – spheronization, *Chemical and Pharmaceutical Bulletin*, 49 (2001) 1383 – 1387.
- [67] F. Podczeck, J. M. Newton, A shape factor to characterize the quality of spheroids, *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 46 (1994) 82 – 85.
- [68] F. Podczeck, S. R. Rahman, J. M. Newton, Evaluation of a standardized procedure to assess the shape of pellets using image analysis, *International Journal of Pharmaceutics*, 192 (1999) 123 – 138.
- [69] M. Saad, A. Sadoudi, E. Rondet, B. Cuq, Morphological characterization of wheat powders, how to characterize the shape of particles?, *Journal of Food Engineering*, 102 (2011) 293 – 301.
- [70] S. Almeida - Prieto, J. Blanco - Mendez, F. J. Otero - Espinar, Image analysis of the shape of granulated powder grains, *Journal of Pharmaceutical Science*, 93 (2004) 621 – 634.
- [71] A. M. Bouwman, J. C. Bosmaa, P. Vonkb, J. A. Wesselinghc, H.W. Frijlink, Which shape factor(s) best describe granules? *Powder Technollogy* 146 (2004) 66 – 72.
- [72] <http://www.b92.net/zivot/nauka>

- [73] <http://nauka.adsoglas.com/fizikamatematika/fraktali3geometrija.php>
- [74] <http://e.math.hr/frakdim/index.html#Fraktalna>
- [75] H. Peitgen, H. Jürgens, Saupe, Dietmar, *Chaos and Fractals: New Frontiers of Science*, Springer New York, (2006).
- [76] Mandelbrot, *The Fractal Geometry of Nature*, Freeman, (1982).
- [77] Edgar, Gerald Measure, *Topology and Fractal Geometry*. New York: Springer Science+Business Media, (2008) 7.
- [78] Falconer, *Fractal Geometry: Mathematical Foundations and Applications*, 25.
- [79] Novak, *Thinking in Patterns: Fractals and Related Phenomena in Nature*, 177.
- [80] H. O. Peitgen, H. Jürgens, D. Saupe, C. Zahlten, *Fractals — An Animated Discussion*, Video film . Freeman, New York.
- [81] The Encyclopedia Americana, New York, states, Britain has coasts totaling 4650 miles = 7440 km, *Collier's Encyclopedia*, (1958).
- [82] B. B. Mandelbrot, How long is the coast of Britain? Statistical self - similarity and fractional dimension, *Science* 155 (1967).
- [83] J. Dostanic, M. Dimitrijevic, R. Jancic - Heinemann, T. Volkov – Husović, *Primena analize slike u karakterizaciji materijala*, Tehnolosko - metalurski fakultet, Beograd, (2009).
- [84] www.wikipedia.org/wiki/Digital_Image
- [85] www.wikipedia.org/wiki/Pixel
- [86] M. Salerno, M. Banzato, Minkowski Measures for Image Analysis in Scanning Probe Microscopy, *European Microscopy and Analysis* 1 (2005) 13.
- [87] T. Buchert et al., Morphological characterization using the Minkowski Functionals, rapport Martin France (CRAL, *Working Group in Morphology* (2010).
- [88] <http://vacaero.com/Metallography-with-George-Vander-Voort/Metallography-with-George-Vander-Voort/grain-size-measurement-the-saltykov-rectangle.html>
- [89] S. A. Saltykov, *Steremetriceskaya Metallografiya (Stereometric Metallography)*, 2nd revised and supplemented edition, Metallurgizdat, Moscow (1958) 444.
- [90] C. Michel, C. Jean - Louis, *Précis d'analyse d'images - Book on image analysis*, Ed. du C.N.R.S.France, (Monographie), (1985) 10 – 521.

- [91] S. Le Roux, F. Medjedoub, G. Dour, F. Rézai-Aria, Image analysis of microscopic crack patterns applied to thermal fatigue heat - checking of high temperature tool steels, *Micron* 44 (2013) 347 – 358.
- [92] P. Milanović, M. Dimitrijević, R. Jančić Heinemann, J. Rogan, D. B. Stojanović, A. Kojović, R. Aleksić, Preparation of low cost alumina nanofibers via electrospinning of aluminium chloride hydroxide/poly (vinyl alcohol) solution, *Ceramics International*, 39 (2013) 2131 – 2134.
- [93] T. Volkov - Husović, R.M. Jančić - Heinemann, D. Mitraković, Z. Aćimović - Pavlović, K. Raić, Korišćenje programa za analizu slike za određivanje stepena oštećenja vatrostalnog uzorka pri termošoku, *Tehnika*, 49 (2006) 60 – 63.
- [94] R. Kwitt, N. Vasconcelos, N. Rasiwasia, A. Uhl, B. Davis, M. Häfner, F. Wrba, Endoscopic image analysis in semantic space, *Medical Image Anaysis*, 16 (2012) 1415 – 1422.
- [95] Y. Xia, D. D. Feng, T. Wang, Rongchun Zhao, Yanning Zhang, Image segmentation by clustering of spatial patterns, *Pattern Recognition Letters*, 28 (2007) 1548 – 1555.
- [96] S. Bodziocha, M. R. Ogielab, New approach to gallbladder ultrasonic images analysis and lesions recognition, *Computerized Medical Imaging and Graphics*, 33 (2009) 154 – 170.
- [97] R. Fabbri, W. N. Gonçalves, F. J. P. Lopes, O. M. Brunoa, Multi – q pattern analysis: A case study in image classification, *Journal of Physics, A* 391 (2012) 4487 – 4496.
- [98] H. Schmarr, J. Bernhardt, Profiling analysis of volatile compounds from fruits using comprehensive two-dimensional gas chromatography and image processing techniques, *Journal of Chromatography A*, 1217 (2010) 565 – 574.
- [99] B. Lanza, V. Marsilio, N. Martinelli, Olive pollen ultrastructure: characterization of exine pattern through image analysis-scanning electron microscopy (IA-SEM), *Scientia Horticultural*, 65 (1996) 283 – 294.
- [100] J. M. Prats-Montalban* and A. Ferrer, Integration of colour and textural information in multivariate image analysis: defect detection and classification issues, *Journal of Chemometrics*, 21 (2007) 10 – 23.

- [101] M. R. Ogiela, R. Tadeusiewicz, Syntactic reasoning and pattern recognition for analysis of coronary artery images, *Artificial Intelligence in Medicine*, 26 (2002) 145 – 159.
- [102] H. Fonga, Pattern recognition in gray-level images by Fourier analysis, *Pattern Recognition Letters*, 17 (1996) 1477 – 1489.
- [103] S. J. Glass, K. G. Ewsuk, Ceramic Powder Compaction, *Materials Research Society Bulliten*, 22 (1997) 24– 28.
- [104] E. Arit, The influence of an increasing particle coordination on the densification of spherical polders, *Acta Metallurgica*, 30 (1982) 1883 – 1890.
- [105] A. B. Groenou, R. C. D. Lissenburg, Inhomogeneous Density in Die Compaction: Experiments and Finite - Element Calculations, *Journal of the American Ceramic Society*, 66 (1983) 156 – 158.
- [106] M. J. Mayo, D. C. Hague, Porosity - grain growth relationships in the sintering of nanocrystalline ceramics, *Nanostructured Materials*, 3 (1993) 43 – 52.
- [107] V. Srdic, Procesiranje novih keramičkih materijala, Univerzitet u Novom Sadu, Tehnološki fakultet, (2004).
- [108] N. J. Shaw, Advanced ceramics, *Powder Metallurgy International*, 21 (1989) 16– 20.
- [109] Lj. Kostić - Gvozdrenović, R. Ninković, Neorganska hemijska tehnologija, Univerzitet u Beogradu, Tehnološko - metalurški fakultet, Beograd, (1987).
- [110] D. Muntz, T. Fett, Ceramics: Mechanical properties, failure Behavior and materials Sescction, Springer, New York, (2001).
- [111] M. Benigsu, Engineering Ceramics, Springer, (2001).
- [112] J. D. Gilchrist, Fuels, Furnaces and Refractories, pergamon Press, (1977).
- [113] W. Trinks, M. H. Mawhinney, R. A. Shannon, R. J. Reed and J. R. Garvey, Industrial Furnaces, Sixth Edition, John Wiley & Sons, Inc. (2004).
- [114] A. Charles Schacht, Refractories Handbook, New York, Basel, (2004).
- [115] A. Terzić, D. Izvonar, Lj. Pavlović, Ispitivanje nemetalnih mineralnih komponenti za primenu u konstrukcionim materijalima, ITNMS, Beograd, (2007).
- [116] Elektronska mikroskopija, Centar za mikroanalizu i ispitivanje površine, INN „Vinča“, Beograd.

- [117] C. E. Hall, Introduction to electron microscopy, Mc.Graw - Hill, New York, (1953).
- [118] D. H. Kay, Tehniques for elektron microscopy, Blackwell Scientifis Publication LTD, Oxford, (1965).
- [119] H. P. Klug, L. E. Alexander, X - ray diffraction procedures for polycrystalline and amorfous materials, New York, John Wiley and Sons, (1986).
- [120] E. Tkalčec, Difrakcija rentgenskih zraka na polikristaličnim i amorfnim materijalima i njihova primena kod ispitivanja keramičkih sirovina i kontrole gotovih proizvoda, Seminar o korišćenju modernih metoda ispitivanja i kontrole u tehnologiji keramičke proizvodnje, Zagreb, (1973).
- [121] M. Arsenović, S. Stanković, Z. Radojević, L. Pezo, Prediction and fuzzy synthetic optimization of process parameters in heavy clay brick production, *Original Research Article Ceramics International*, 39 (2013) 2013 – 2022.
- [122] M. D. Gajic - Kvascev, M. Marić - Stojanović, R. Jančić - Heinemann, G. Kvaščev, V. Andrić, Non - destructive characterisation and classification of ceramic artefacts using pEDXRF and statistical pattern recognition, *Chemistry Central Journal*, 6 (2012) 102 <http://journal.chemistrycentral.com/content/pdf/1752-153X-6-102.pdf>
- [123] M. Arsenovic, Z. Radojevic, S. Stankovic, Z. Lalic, L. Pezo, What to expect from heavy clay?, *Ceramics International*, 39 (2013) 1667 – 1675.
- [124] M. Gajić - Kvaščev, Nedestruktivna karakterizacija arheoloških keramičkih artefakata i njihovog porekla statističkim metodama prepoznavanja oblika, Doktorska disertacija, Tehnološko – metalurški fakultet, Beograd, (2013).
- [125] A. Webb, Statistical pattern recognition, John Wiley; New London, 68 (2002).
- [126] K. Vermuza, P. Filzmoster, Introduction to Multivariate Statistical Analysis in Chemometrics, CRC Press; Boca Raton FL, 69 (2000).
- [127] G. M. Arnold, A. J. Collins, Interpretation of transformed axes in multivariate analysis, *Journal of Applied Statistics*, 42 (1993) 381 – 400.
- [128] I. T. Jolliffe, Principal Component Analysis, Springer; New York, 71 (1986) 64 – 91.
- [129] R. O. Duda, P. E. Hart, D. G. Stork, Pattern Classification. 2nd edition, Wiley: New York. 67 (2000) 655.

- [130] K. Varmuza, P. Filzmoser, Introduction to multivariate statistical analysis in chemometrics, Taylor & Francis Group, (2008).
- [131] B. G. M. Vandeginste, D. L. Massart, L. C. M. Buydens, S. De Jong, J. Smeyers-Verbeke, Handbook of Chemometrics and Qualimetrics: Part B. Elsevier, Amsterdam, The Netherlands, (1998).
- [132] C. J. Huberty, Applied Discriminant Analysis. Wiley, New York, (1994).
- [133] R. A. Johnson, D. W. Wichern, Applied Multivariate Statistical Analysis. Prentice Hall, Upper Saddle River, NJ, (2002).
- [134] C. R. Rao, The utilization of multiple measurements in problems of biological classification, *Journal of the Royal Statistical Society Series B*, 10 (1948) 159 – 203.
- [135] K. Fukunaga, Introduction to Statistical Pattern Recognition, 2nd edition, Academic: Orlando, 452 (1990).
- [136] T. Volkov - Husović, R. Jančić - Hajneman, Termostabilnost vatrostalnih materijala, Savez inženjera metalurgije, Tehnološko - metalurški fakultet, Beograd, (2005).
- [137] T. J. Coppack, A Method for Thermal Cycling Refractories and an Appraisal of its Effects by a Non - Destructive Technique, *Transaction and Journal of British Ceramic Society*, 80 (1981) 43 – 46.
- [138] C. E. Semer, Nondestructive ultrasonic evaluation of refractories, *Interceram*, 5 (1981) 485 – 488.
- [139] F. Aly, C. E. Semer, Prediction of refractory strength using nondestructive sonic measurements, *Ceramic Bulliten*, 64 (1985) 1555 – 1558.
- [140] W. P. Klinziling, J. C. Rozzi, I. Mudawar, Prediction of the temperature – time cooling curves for three dimensional aluminium production during spray quenching, *Journal of Heat Treating*, 8 (1990) 81 – 91.
- [141] T. A. Deiters, I. Mudawar, Optimization of spray quenching for aluminium extrusion, forging or continous casting, *Journal of Heat Treating*, 7 (1989) 9 – 18.
- [142] B. A. Boley, J. H. Weiner, Theory of thermal stresses, Wiley, New York, (1960) 228.
- [143] W. D. Kingery, Factors affecting thermal shock resistance of ceramic materials, *Journal of The American Ceramic Society*, 38 (1955) 3 – 15.

- [144] W. D. Kingery, Factors affecting thermal stress resistance of brittle materials based on Weibull statistical theory of strength, *Journal of the American Ceramic Society*, 38 (1955) 18 – 27.
- [145] P. Uskoković, R. Jančić, R. Aleksić, Dobijanje jednoosnih kompozita stakleno vlakno – polyester, *Tehnika - Novi materijali*, 3 (1994) 5 – 9.
- [146] T. Volkov - Husovic, Ispitivanje zavisnosti parametara otpornosti na lom i oštećenje sa kritičnim vrednostima temperaturske razlike kod termostabilnosti vatrostalnih materijala, doktorska disertacija, Tehnološko - metalurški fakultet, Beograd (1999).
- [147] D. Roylance, *Mechanics of Materials*, J. Wiley, New York, (1996).
- [148] S. Jordanović, T. Volkov - Husović, Uticaj prenosa toplote na održavanje termostabilnosti vatrostalnog materijala, *Metallurgija*, 8 (2002) 19 – 31.
- [149] T. D. Volkov - Husović, R. M. Jančić, Određivanje koeficijenta prenosa toplote tokom ispitivanja termostabilnosti aluminoznih vatrostalnih materijala, *Metallurgija*, 7 (2001) 275 – 283.
- [150] T. Ohji, K. Hirao, S. Kanaki, Fracture resistance behavior of highly anisotropic silicon nitride, *Journal of the American Ceramic Society* 178 (1955) 3126 – 3128.
- [151] M. Rakin, Lokalni pristup žilavom lomu metalnih materijala, Tehnološko - metalurški fakultet, Beograd, (2009).
- [152] N. Murugan, R. Narayanan, Finite element simulation of residual stresses and their measurement by contour method, *Materials and Design*, 30 (2009) 2067 – 2071.
- [153] A. G. Tomba, A. L. Cavalieri, Numerical simulation of the thermal shock of alumina disks with different surface finish, *Journal of the European Ceramic Society*, 21 (2001) 1205 – 1212.
- [154] S. Wei, F. Qunbo, W. Fu-chi, M. Zhuang, Modeling of micro - crack growth during thermal shock based on microstructural images of thermal barrier coatings, *Computational Materials Science*, 46 (2009) 600 – 602.
- [155] M. Saâdaoui, G. Fantozzi, Crack growth resistance under thermal shock loading of alumina, *Materials Science and Engineering A*, 247 (1998) 142 – 151.
- [156] D. Li, W. Li, W. Zhang, D. Fang, Thermal shock resistance of ultra-high temperature ceramics including the effects of thermal environment and external constraints, *Materials & Design*, 37 (2012) 211 – 214.

- [157] H. Liu, J. Tao, Y. Gautreau, P. Zhang, J. Xu, Simulation of thermal stresses in SiC – Al₂O₃ composite tritium penetration barrier by finite - element analysis, *Materials & Design*, 30 (2009) 2785 – 2790.
- [158] E. Celik, Y. Islamoglu, Y. Akin, Y.S. Hascicek, Thermal analysis of high temperature ZrO₂ insulation ceramic coatings on Ag tapes used as sheath of Bi-2212 superconducting materials using finite element method, *Materials & Design*, 24 (2003) 543 – 546.
- [159] M. Dube, V. Doquet, A. Constantinescu, D. George, Y. Remond, S. Ahzi, Modeling of thermal shock-induced damage in a borosilicate glass, *Mechanics of Materials*, 42 (2010) 863 – 872.
- [160] P. Hvizdoš, D. Jonsson, M. Anglada, G. Anné, O.Van Der Biest, Mechanical properties and thermal shock behaviour of an alumina/zirconia functionally graded material prepared by electrophoretic deposition, *Journal of the European Ceramic Society*, 27 (2007) 1365 – 1371.
- [161] K. Nakonieczny, T. Sadowski, Modelling of ‘thermal shocks’ in composite materials using a mesh free FEM, *Computational Materials Science*, 44 (2009) 1307 – 1311.
- [162] Macy Liddell *Handbook of chemical engineering, Volume 1* McGraw - Hill Book Company, (1922).
- [163] [Bauxite and Alumina](#)" (PDF). U.S. Geological Survey (Mineral Commodity Summaries). January 2012., Retrieved August 1, (2012) 27.
- [164] P.L. Jain, *Principles of Foundry Technology* (4th, revised ed.), Tata McGraw-Hill, (2003).
- [165] <http://ip.com/patapp/JP06340471A>
- [166] www.thermalceramics.com/products/categories/bulk
- [167] Standard: JUS B.B7.127, Ispitivanje fizičkih i mehaničkih svojstava, Određivanje zatezne čvrstoće indirektnom metodom, Savezni zavod za standardizaciju, 1988 – 2013.
- [168] A. R. Boccaccini, Z. Fan, A New Approach for the Young`s Modulus-Porosity Correlation of Ceramic Materials, *Ceramics International*, 23 (1997) 239 – 245.
- [169] M. M. Dimitrijević, Dj. Veljović, M. Posarac - Marković, R. Jančić - Heinemann, T. Volkov - Husović, M. Zrilić, Mechanical Properties Correlation to Processing

Parameters for Advanced Alumina Based Refractories', *Science of Sintering*, 44 (2012) 25 – 33.

[170] R. Jancic, R. Aleksic, Influence of formation conditions and precursor viscosity on mean fiber diameter formed using the rotating disk method, *Materials Letters*, 42 (2000) 350 – 355.

[171] N. M. Talijan, A. Milutinovic - Nikolic, R. Jancic, I. Petrovic - Prelevic, J. Stajic - Trosic, The influence of the sintering regime on the stability of the SmCo5 phase, *Materials Letters*, 32 (1997) 85 – 89.

[172] T. Volkov - Husović, R. M. Jančić, D. Mitraković, Using the Image Analysis Program for Prediction of Thermal Stability Behavior of Refractory Specimen, *Materials Science Forum*) Functionally Graded Materials VIII, ed. Omer Van der Biest, Michael Gasik, Jozef Vleugels, 492 – 493 (2005) 561 – 56.

[173] T. Volkov - Husovic, R. Jancic - Heinemann, Thermal Shock Behavior of Alumina Based Refractories: Comparison with the Mechanical Data and Thermal Stability Behavior Prediction, *Silicates Industriels*, 73 (2008) 201 – 205.

[174] T. Volkov - Husovic, R. M. Jancic, M. Cvetkovic, D. Mitrakovic, Z. Popovic, Thermal shock behavior of alumina based refractories: fracture resistance parameters and water quench test, *Materials Letters*, 38 (1999) 372 –378.

[175] M. M. Dimitrijevic, R. Jancic - Heinemann, T. Volkov - Husovic, M. Posarac, J. Majstorovic, Morphological analysis of surface degradation of advanced alumina based refractories subjected to thermal shock, *Procedia Engineering*, 10 (2011) 2153 – 2157.

[176] M. M. Dimitrijević, M. D. Gajić - Kvaščev, R. M. Jančić Heinemann, D. V. Mitraković, Influence of preparation conditions of alumina based refractory on the morphological parameters of surface defects, *International Journal of Applied Ceramic Technology*, Under review

[177] Abaqus Analysis User's Manual, Simulia, (2012).

[178]BOMEX Holding. c2010 [cited 2012 Dec 1]. Available from: <http://www.bomexholding.com/>

[179] M. M. Dimitrijević, B. Medjo, R. Jančić - Heinemann, M. Rakin, T. Volkov - Husović, Experimental and numerical analysis of thermal shock damages to alumina based ceramic disk samples, *Materials & Design*, 50 (2013) 1011 – 1018.

- [180] M. Posarac, M. Dimitrijevic, T. Volkov - Husovic, A. Egelja, A. Devecerski, B. Matovic, Thermal stability of cordierite/silicon carbide composites after cyclic thermal shock, *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 10 (2008) 883 – 886.
- [181] M. Posarac, M. Dimitrijevic, T. Volkov - Husovic, A. Devecerski, B. Matovic, Determination of thermal shock resistance of silicon carbide/cordierite composite material using nondestructive test methods, *Journal of the European Ceramic Society*, 28 (2008) 1275 – 1278.
- [182] Dj. Veljovic, R. Jancic - Heinemann, I. Balac, B. Jokic, S. Putic, R. Petrovic, Dj. Janackovic, The effect of the shape and size of the pores on the mechanical properties of porous HAP - based bioceramics, *Ceramics International*, 37 (2011) 471 – 479.

Биографија

Кандидат мр Марија Димитријевић, дипл. инж. технологије, рођена је у Ужицу 1979. године. Основну школу и гимназију завршила је у Ужицу. На Технолошко – металуршки факултет у Београду уписала се школске 1998/99 године и завршила га је 2005. године на одсеку за Органску хемијску технологију и полимерно инжењерство са просечном оценом студија 8,89. Последипломске студије уписала је на Технолошко – металуршком факултету 2005. године и завршила их одбранивши магистарску тезу са темом „Могућности за побољшавање термомеханичких својстава ватросталних материјала на бази алуминијум – оксида додатком керамичких влакана“ 2008. године. Током магистарских студија била је стипендиста министарства за науку и технолошки развој од 2006 до 2008. године. Тренутно је ангажована као истраживач на пројекту технолошког развоја „ Развој опрема и процеса добијања полимерних композитних материјала са унапред дефинисаним функционалним својствима“ под бројем *TR34011*.

Кандидаткиња Марија Димитријевић говори енглески језик и обучена је за рад на рачунарским програмима (*Word, Excel, Image Pro Plus Program, Adobe Photoshop*).

Прилог 1.

Изјава о ауторству

Потписани-а мр Марија Димитријевић

број индекса

Изјављујем

да је докторска дисертација под насловом

Морфолошка анализа оштећења ватросталних материјала изложених термошоку

- резултат сопственог истраживачког рада,
- да предложена дисертација у целини ни у деловима није била предложена за добијање било које дипломе према студијским програмима других високошколских установа,
- да су резултати коректно наведени и
- да нисам кршио/ла ауторска права и користио интелектуалну својину других лица.

Потпис докторанда

У Београду, 24.9.2013.

Марија Димитријевић

Прилог 2.

Изјава о истоветности штампане и електронске верзије докторског рада

Име и презиме аутора мр Марија Димитријевић

Број индекса

Студијски програм

Наслов рада **Морфолошка анализа оштећења ватросталних материјала
изложених термошоку**

Ментор др Радмила Јанчић – Хајнеман, ванредни професор ТМФ - а

Потписани/а

Димитријевић Хајнеман

Изјављујем да је штампана верзија мог докторског рада истоветна електронској верзији коју сам предао/ла за објављивање на порталу **Дигиталног репозиторијума Универзитета у Београду**.

Дозвољавам да се објаве моји лични подаци везани за добијање академског звања доктора наука, као што су име и презиме, година и место рођења и датум одбране рада.

Ови лични подаци могу се објавити на мрежним страницама дигиталне библиотеке, у електронском каталогу и у публикацијама Универзитета у Београду.

Потпис докторанда

У Београду, 24. 9. 2013.

Марија Димитријевић

Прилог 3.

Изјава о коришћењу

Овлашћујем Универзитетску библиотеку „Светозар Марковић“ да у Дигитални репозиторијум Универзитета у Београду унесе моју докторску дисертацију под насловом:

Морфолошка анализа оштећења ватросталних материјала изложених термошоку

која је моје ауторско дело.

Дисертацију са свим прилозима предао/ла сам у електронском формату погодном за трајно архивирање.

Моју докторску дисертацију похрањену у Дигитални репозиторијум Универзитета у Београду могу да користе сви који поштују одредбе садржане у одабраном типу лиценце Креативне заједнице (Creative Commons) за коју сам се одлучио/ла.

1. Ауторство
2. Ауторство - некомерцијално
3. Ауторство – некомерцијално – без прераде
4. Ауторство – некомерцијално – делити под истим условима
5. Ауторство – без прераде
6. Ауторство – делити под истим условима

(Молимо да заокружите само једну од шест понуђених лиценци, кратак опис лиценци дат је на полеђини листа).

Потпис докторанда

У Београду, 24.9.2013.

Марија Шишић

1. Ауторство - Дозвољавање умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце, чак и у комерцијалне сврхе. Ово је најслободнија од свих лиценци.

2. Ауторство – некомерцијално. Дозвољавање умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце. Ова лиценца не дозвољава комерцијалну употребу дела.

3. Ауторство - некомерцијално – без прераде. Дозвољавање умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, без промена, преобликовања или употребе дела у свом делу, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце. Ова лиценца не дозвољава комерцијалну употребу дела. У односу на све остале лиценце, овом лиценцом се ограничава највећи обим права коришћења дела.

4. Ауторство - некомерцијално – делити под истим условима. Дозвољавање умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце и ако се прерада дистрибуира под истом или сличном лиценцом. Ова лиценца не дозвољава комерцијалну употребу дела и прерада.

5. Ауторство – без прераде. Дозвољавање умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, без промена, преобликовања или употребе дела у свом делу, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце. Ова лиценца дозвољава комерцијалну употребу дела.

6. Ауторство - делити под истим условима. Дозвољавање умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце и ако се прерада дистрибуира под истом или сличном лиценцом. Ова лиценца дозвољава комерцијалну употребу дела и прерада. Слична је софтверским лиценцама, односно лиценцама отвореног кода.