

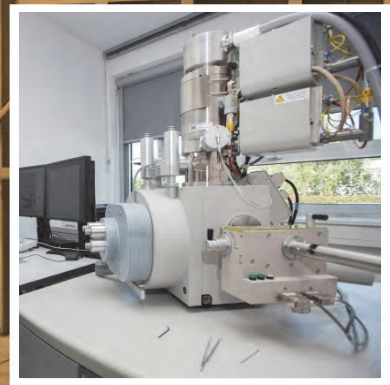


# Hutnické listy

METALLURGICAL  
JOURNAL

ODBORNÝ ČASOPIS PRO METALURGII A MATERIÁLOVÉ INŽENÝRSTVÍ  
PROFESSIONAL PERIODICAL FOR METALLURGY AND MATERIAL ENGINEERING

WWW.HUTNICKELISTY.CZ  
ISSN 0018-8069



**RMTVC**

Regionální materiálové technologické  
výzkumné centrum

**PF 2016**



*Ať Vám život v roce 2016 vybere ze svého menu jen ty nejzdravější, nejchutnější a nejvýživnější pochoutky. Krásný nový rok plný zdraví, štěstí, pohody a pracovních úspěchů Vám za kolektiv Hutnických listů a za vydatele časopisu*

*přeje Šárka Seidlerová, vedoucí redaktorka*

---

#### *Poděkování*

*Vážení autoři, recenzenti a dopisovatelé, rádi bychom Vám poděkovali za spolupráci v uplynulém roce a do nového roku 2016 Vám přejeme co nejvíce tvůrčích myšlenek, pracovního odhodlání a dostatek sil k naplňování odborných i osobních předsevzetí.*

*Možná jste si všimli, že v tomto čísle již nejsou u vědeckých a výzkumných příspěvků jmenovitě uváděni recenzenti. Důvodem je naše snaha zařadit Hutnické listy mezi impaktované časopisy, u kterých je anonymita recenzních posudků jednou z podmínek.*

*redakce Hutnických listů*

**Registrační číslo/Registration Number**  
MK ČR E 18087**Mezinárodní standardní číslo**  
**International Standard Serial Number**  
ISSN 0018-8069**Vydavatel / Publisher**OCELOT s.r.o.  
Pohraniční 693/31, 706 02 Ostrava-Vitkovice  
IČ: 49245848, DIČ: CZ-49245848  
Registrace v obchodním rejstříku Krajského soudu v Ostravě, oddíl C, vložka 30879**Redakce / Editorial Office**OCELOT s.r.o.  
Redakce časopisu Hutnické listy  
Pohraniční 693/31, 706 02 Ostrava-Vitkovice**Vedoucí redaktor / Chief Editor**Mgr. Šárka Seidlerová  
tel.: +420 731 181 238  
e-mail: seidlerovas@seznam.cz**Technický redaktor / Technical Editor**Ing. Jan Počta, CSc.  
tel.: +420 596 995 156  
e-mail: j.pocata@seznam.cz**Grafický redaktor / Graphic Editor**Ing. Dana Horáková  
tel.: +420 777 677 011  
e-mail: hutnicke.listy@seznam.cz**Tisk / Printing**Printo, spol. s r.o.  
Gen. Sochora 1379  
708 00 Ostrava-Poruba**Grafika titulní strany / Graphic design of the title page**

Miroslav Juřica, e-mail: grafik@konstrukce.cz

**Podkladová fotografie / Underlying photograph**

Mgr. Viktor Mácha, e-mail: viktor.macha@centrum.cz

**Redakční rada – Předseda / Editorial Board – Chairman**

prof. Ing. Ludovít Dobrovský, CSc. Dr.h.c. VŠB – Technická univerzita Ostrava, Ostrava, Česká republika

**Členové/ Members**Ing. Michal Baštinský  
Ing. Karel Hala  
prof. dr. hab. inž. Leszek Blacha  
prof. dr. hab. inž. Henryk Dyja  
prof. Ing. Vojtěch Hrubý, CSc.  
Ing. Henryk Huczala  
prof. Ing. František Kavička, CSc.  
Ing. Ludvík Martínek, Ph.D.  
prof. Ing. Karel Matocha, CSc.  
prof. Ing. Ludovít Parířák, CSc.  
Ing. Jiří Petřelza, Ph.D.  
Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D.  
Ing. Vladimír Toman  
prof. Ing. Karel Tomášek, CSc.  
Ing. Zdeněk Vašek, Ph.D.EVRAZ VÍTKOVICE STEEL, a.s., Ostrava, Česká republika  
U.S.Steel Košice, s.r.o., Košice, Slovenská republika  
Politechnika Śląska, Katowice, Polsko  
Politechnika Częstochowska, Częstochowa, Polsko  
Univerzita obrany, Brno, Česká republika  
TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s., Třinec, Česká republika  
VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ, Brno, Česká republika  
ŽDAS, a.s., Žďár nad Sázavou, Česká republika  
MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Ostrava, Česká republika  
ŽP VVC s.r.o., Podbrezová, Slovenská republika  
VÍTKOVICE, a.s., Ostrava, Česká republika  
MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Ostrava, Česká republika  
Hutnictví železa, a.s., Praha, Česká republika  
Technická univerzita v Košiciach, Slovenská republika  
ArcelorMittal Ostrava, a.s., Ostrava, Česká republika

Abstrakty hlavních článků jsou publikovány v české, slovenské a anglické verzi na webových stránkách Hutnických listů.

Časopis vychází 6× ročně. Cena jednotlivého čísla 200 Kč. K ceně se připočítává DPH. Roční předplatné základní 1190 Kč, studentské 20 % sleva proti potvrzení o studiu. K předplatnému se připočítává poštovné vycházející z dodávek každému odběrateli. Po dohodě se zahraničními odběrateli je možno stanovit cenu v Euro (€) jako souhrnnou včetně poštovného. Předplatné se automaticky prodlužuje na další období, pokud je odběratel jeden měsíc před uplynutím abonentního období písemně nezruší prostřednictvím listinné nebo elektronické pošty. Objednávky na předplatné přijímá redakce nebo SEND Předplatné, spol. s r.o., Ve Žlíbku 1800/77, hala A3, 193 00 Praha 9-Horní Počernice, Česká republika (+420 225985225, send@send.cz). Informace o podmínkách publikace, inzerce a reklamy podává redakce.

Za původnost příspěvků, jejich věcnou a jazykovou správnost odpovídají autoři. Podklady k tisku redakce přijímá v elektronické podobě. Recenzní posudky jsou uloženy v redakci. Žádná část publikovaného čísla nesmí být reprodukována, kopírována nebo elektronicky šířena bez písemného souhlasu vydavatele.

© OCELOT s.r.o., 2015

Časopis je zařazen Radou vlády ČR pro výzkum a vývoj do seznamu recenzovaných neimpaktovaných periodik vydávaných v ČR a do mezinárodní databáze CSA Materials Research Database with METADEX, spravované firmou ProQuest, USA.

Abstracts of the main articles are published in Czech, Slovak and

English version at the web site of the Metallurgical Journal. The journal is published 6 times a year. Price of a single issue is CZK 200 without VAT. Net price of basic annual subscription is CZK 1,190, student have 20% discount against the confirmation of study. Forwarding cost (postage) is added to the net price of subscription. Upon agreement with the foreign customers the subscription price, including postage, can be paid in Euro. Subscription is automatically renewed for the next year, unless the customer does not cancel it at the latest one month before the expiry of the subscription period in writing or by electronic mail. Orders are to be sent to the Editorial Office or SEND Předplatné, spol. s r.o., Ve Žlíbku 1800/77, hala A3, 193 00 Praha 9-Horní Počernice, Czech Republic (+420 225985225, send@send.cz). Editorial Office provides also information on the conditions of publication of articles and on conditions of advertising.

The authors bear the responsibility for the originality of their articles and for their factual and linguistic accuracy. Editorial Office accepts the articles in electronic form. Peer reviews are archived in the Editorial Office. No part of the published issues may be reproduced or electronically distributed without written permission of the publisher.

© OCELOT s.r.o., 2015

The journal was included by the Government Council for Research and Development of the Czech Republic into the list of non-impacted peer-reviewed journals published in the Czech Republic. Abstracts of its articles make part of the international database "CSA Materials Research Database with Metadex", administered by the database centre ProQuest, USA.

## Obsah / Content

### Recenzované vědecké články / Peer-reviewed scientific papers

*prof. Ing. Karel Michalek, CSc.; prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.; doc. Ing. Karel Gryc, Ph.D. 1*  
*doc. Ing. Bedřich Smetana, Ph.D.; doc. Ing. Markéta Tkadlečková, Ph.D.; Ing. Ladislav Socha, Ph.D.*  
*doc. Ing. Rostislav Dudek, Ph.D.; Ing. Monika Kawuloková, Ph.D.; Ing. Michaela Strouhalová*  
*Ing. Silvie Rosypalová, Ph.D.; Ing. Simona Zlá, Ph.D.; doc. Ing. Lenka Řeháčková, Ph.D.*

**Výstupy aplikovaného výzkumu „Laboratoře modelování procesů v tekuté a tuhé fázi“ projektu RMTVC**  
**Outputs from the Applied Research of „Laboratory for Modelling of Processes in the Liquid and Solid Phases“ of the RMSTC Project**

*doc. Ing. Rostislav Dudek, Ph.D.; doc. Ing. Lenka Řeháčková, Ph.D.; Ing. Silvie Rosypalová, Ph.D.; 10*  
*prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.*

**Studium reologických a povrchových vlastností tavenin v kontextu jejich vnitřní struktury**  
**Study of the Rheological and Surface Properties of Melts in Context with their Internal Structure**

*Mgr. Aleš Kalup; doc. Ing. Lenka Řeháčková, Ph.D.; Ing. Simona Zlá, Ph.D. 16*  
*Ing. Monika Kawuloková, Ph.D.; prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.; doc. Ing. Bedřich Smetana, Ph.D.*

**Výpočet povrchového napětí reálných jakostí ocelí při teplotě 1 550 °C**  
**Calculation of Surface Tension of Real Steel Grades at 1 550 °C**

*doc. Ing. Karel Gryc, Ph.D.; prof. Ing. Karel Michalek, CSc.; Ing. Ladislav Socha, Ph.D. 20*  
*doc. Ing. Markéta Tkadlečková, Ph.D.; dr hab. inž. Mariola Saternus; dr hab. inž. Jacek Pieprzycza*  
*dr inž. Tomasz Merder; Ing. Lukáš Pindor, Ph.D.*

**Fyzikální modelování strhávání strusky v mezipánvi**  
**Physical Modelling of Slag Entrainment in Tundish**

*Mgr. Kateřina Dědková, Ph.D.; Ing. Anastasia Volodarskaja; prof. Ing. Vlastimil Vodárek, CSc. 26*  
*doc. Mgr. Jana Kukutschová, Ph.D.*

**Studium a charakteristika nanostrukturovaných kompozitních materiálů pomocí elektronové mikroskopie**  
**Study and Characteristics of Nanostructured Composite Materials Using Electron Microscopy**

### Recenzované výzkumné články / Peer-reviewed research papers

*Ing. Ladislav Socha, Ph.D.; prof. Ing. Jiří Bažan, CSc.; prof. Ing. Zdeněk Adolf, CSc.; Ing. Petr Jonšta, Ph.D. 31*

**Hodnocení průběhu redukce Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ze strusky při výrobě legovaných ocelí**  
**Evaluation of the Course of Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Reduction from Slag at Production of Alloyed Steels**

*Ing. Vladislav Kurka, Ph.D.; Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D. 36*

**Vliv velikosti teplosměnné plochy mezi odlévaným ingotem a kokilou na vnitřní jakost materiálu, ověřený numerickou simulací**  
**Effect of Size of the Heat Exchange Surface between the Cast Ingot and the Ingot Mould on the Material Inner Quality, Verified by Numerical Simulation**

*Ing. Jan Juřica; Ing. Tomáš Čegan, Ph.D.; Ing. Daniel Petlák 42*

**Příprava a mikrostruktura předslitiny Ta-Al vhodné pro tavení a odlévání intermetalických sloučenin na bázi γ-TiAl legovaných tantalem**  
**Preparation and Microstructure of Master Alloy Ta-Al Suitable for Melting and Casting of Intermetallics Compounds Based on γ-TiAl Alloyed by Tantal**

- prof. Ing. Ivo Schindler, CSc.; Ing. Stanislav Ruzs, Ph.D.; Ing. Petr Kawulok, Ph.D.* 46  
*Ing. Rostislav Kawulok; Ing. Petr Opěla; Ing. Zdeněk Solowski*
- Vliv předchozí deformace na fázovou transformaci v průběhu ochlazování válcovaných tyčí z nízkouhlíkové oceli**  
**Effect of the Previous Deformation on the Phase Transformation in the Course of Cooling of the Rolled Bars from Mild Steel**
- Ing. Petr Opěla; prof. Ing. Ivo Schindler, CSc.; Ing. Petr Kawulok, Ph.D.; Ing. Rostislav Kawulok* 52  
*Ing. Stanislav Ruzs, Ph.D.*
- Nový model pro predikci deformačních odporů oceli C45 za tepla**  
**New Model for Predicting the Hot Flow Stresses of the Steel C45**
- prof. Ing. Ivo Schindler, CSc.; Bc. Radek Jurča; Stanislav Ruzs, Ph.D.; Ing. Rostislav Turoň* 59  
*Ing. Petr Kawulok, Ph.D.; Ing. Rostislav Kawulok; Ing. Petr Opěla*
- Fyzikální simulace teplotně řízeného válcování bezešvých trubek z mikrolegované oceli**  
**Physical Simulation of the Temperature Controlled Rolling of Seamless Tubes from Microalloyed Steel**
- doc. Ing. Richard Fabík, Ph.D.; Ing. Mgr. Petra Halfarová, Ph.D.; Ing. Petra Váňová, Ph.D.* 66
- Stanovení numerických charakteristik skutečné mezilamelární vzdálenosti perlitu po tažení za studena drátu z eutektoidní oceli**  
**Determination of Numerical Characteristics of True Interlamellar Spacing in Pearlite after Cold Wire Drawing from Eutectoid Steel**
- Dr. Ing. Zdeněk Kuboň; Ing. Lenka Pekařová; Ing. Gabriela Rožnovská; Ing. Jana Kosňovská* 73
- Hodnocení creepového poškození ocelí dlouhodobě provozovaných za zvýšené teploty**  
**Creep Damage Evaluation of Steels after Long-term Operation at Elevated Temperatures**
- Ing. Petr Široký, CSc.; František Rosypal; prof. Ing. Jaromír Pištora, CSc.* 79
- Frekvenční závislost magnetických ztrát orientovaných transformátorových plechů ArcelorMittal**  
**Frequency Dependence of Lamination Core Magnetic Loss in High Quality Steels Produced by ArcelorMittal Company**
- Ing. Roman Gabor, Ph.D.; Ing. Irena Vlčková, Ph.D.; Ing. Karel Malaník, CSc.; Ing. Vít Michenka* 84  
*Ing. Jaroslav Marvan; Bc. Martina Doubková; RNDr. Martin Pařízek, Ph.D.*  
*doc. MuDr. Lucie Bačáková, CSc.*
- Výzkum a vývoj přípravy a hodnocení anodické vrstvy na titanové slitině Ti6Al4V**  
**Research and Development of Preparation and Evaluation of Anodic Layer on Titanium Alloy Ti6Al4V**
- Ing. Kamila Hrabovská, Ph.D.; doc. Ing. Ondřej Životský, Ph.D.; RNDr. Ing. Aleš Hendrych, Ph.D.* 93
- Pozorování magnetických domén s využitím magnetooptické Kerrovy mikroskopie**  
**Observation of Magnetic Domains Using the Magneto-optical Kerr Microscopy**
- Ing. Jitka Malcharcziková, Ph.D.; prof. Ing. Miroslav Kursa, CSc.* 100
- Possibilities of Determination of Heavy Metals in Soils**  
**Možnosti stanovení těžkých kovů v půdách**

## Informační články / Informative articles

<b>Zprávy z HŽ, a.s. / Information of HŽ, a.s.</b>	<b>104</b>
<b>Z hospodářské činnosti podniků, institucí a řešitelských pracovišť / Professional periodical for metallurgy and material engineering</b>	
<b>Predikce vývoje ocelářského průmyslu ČR v letech 2015 – 2020, s výhledem do roku 2030</b>	<b>105</b>
<i>prof. Ing. Karel Matocha, CSc.</i>	<b>108</b>
<b>TRANSFORMACE CWA 15627 SMALL PUNCH TEST METHOD FOR METALLIC MATERIALS NA NORMU EU TRANSFORMATION OF THE CWA 15627 SMALL PUNCH TEST METHOD FOR METALLIC MATERIALS TO THE EU STANDARD</b>	
<i>Ing. Tomáš Perna</i>	<b>112</b>
<b>K otázce selhávání numerické simulace tažení drátu Issue of the Failures of Numerical Simulation of Wire Drawing</b>	
<b>Ocenění putovalo do společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. Awards went to companies Material and Metallurgical Research Ltd.</b>	<b>115</b>
<b>Hodnocení vysokých škol Rating universities</b>	<b>116</b>
<b>Ze spolkového života a odborných akcí / Of community life and professional events</b>	<b>118</b>
<b>Historie hutnictví / History of metallurgy</b>	<b>120</b>
<b>Společenská kronika / Social chronicle</b>	<b>123</b>
<b>Historický seriál / Historical serial</b>	<b>124</b>

## Dodavatelé příspěvků v informační části:

- Hutnictví železa, a.s. • OS Výroba oceli ČHS • prof. Ing. Ivan Lukáč, PhD. • pravidelní dopisovatelé • redakce

# Recenzované vědecké články

## Výstupy aplikovaného výzkumu „Laboratoře modelování procesů v tekuté a tuhé fázi“ projektu RMTVC

## Outputs from the Applied Research of „Laboratory for Modelling of Processes in the Liquid and Solid Phases“ of the RMSTC Project

prof. Ing. Karel Michalek, CSc.<sup>1</sup>; prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.<sup>2</sup>; doc. Ing. Karel Gryc, Ph.D.<sup>1</sup>; doc. Ing. Bedřich Smetana, Ph.D.<sup>2</sup>; doc. Ing. Markéta Tkadlečková, Ph.D.<sup>1</sup>; Ing. Ladislav Socha, Ph.D.<sup>1</sup>; doc. Ing. Rostislav Dudek, Ph.D.<sup>2</sup>; Ing. Monika Kawuloková, Ph.D.<sup>2</sup>; Ing. Michaela Strouhalová<sup>1</sup>; Ing. Silvie Rosypalová, Ph.D.<sup>2</sup>; Ing. Simona Zlá, Ph.D.<sup>2</sup>; doc. Ing. Lenka Řeháčková, Ph.D.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Katedra metalurgie a slévárenství, Regionální materiálově technologické centrum, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

<sup>2</sup> VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Katedra fyzikální chemie a teorie technologických pochodů, Regionální materiálově technologické centrum, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

*Laboratoř modelování procesů v tekuté a tuhé fázi vznikla v rámci řešení projektu Regionální materiálově technologické výzkumné centrum (RMTVC). Na řešení se podílejí týmy Katedry metalurgie a slévárenství a Katedry fyzikální chemie a teorie technologických pochodů Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství (FMMI) na VŠB – Technické univerzitě Ostrava. Vzhledem k potřebám průmyslových partnerů se jejich činnost zaměřuje na studium procesů souvisejících především s výrobou, odléváním a tuhnutím oceli. Spolupráce s hutními podniky je založena na základě společně řešených projektů či na individuálně řešených zakázkách. Díky kvalitnímu unikátnímu přístrojovému a SW vybavení (vysokoteplotní zařízení pro termickou analýzu, viskozimetr, SW ProCAST, SW Thermocalc, SW Dictra a fyzikální model pro modelování metalurgických procesů) pořízeném při řešení projektu RMTVC a interdisciplinární spolupráci obou kateder již byly úspěšně prověřeny teploty likvidu a solidu druhů ocelí, vyráběných jak plynulým odléváním, tak ingotovou cestou. Dále jsou realizovány numerické simulace vedoucí k optimalizaci výroby ingotů či plynule odlévaných předlitků. Celá řada získaných poznatků byla a je průběžně publikována, mj. také v impaktovaných časopisech. V předkládaném příspěvku jsou shrnuty nejzajímavější vědecké výstupy za dosavadní 5leté období činnosti „Laboratoře modelování procesů v tekuté a tuhé fázi“.*

**Klíčová slova:** ocel; oxidické taveniny; viskozita; termická analýza; termodynamika; kinetika; numerické modelování

*The Laboratory for Modelling of Processes in the Liquid and Solid Phases was formed within the frame of solution of the project aimed at establishment of the Regional Materials Science and Technology Centre (RMSTC) at the VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Metallurgy and Materials Engineering in the Czech Republic. The following scientific teams participate in solution: Department of Metallurgy and Foundry and Department of Physical Chemistry and Theory of Technological Processes. Their activities are devoted to studies of processes mainly related to refining, casting and solidification of steel. Cooperation with metallurgical companies is based both on the jointly solved projects and on individual contracts. The high-quality and unique equipment (high-temperature devices: thermal analysis devices, viscometer, software: ProCAST, Thermocalc, Dictra, physical model for modelling of metallurgical processes) acquired during solution of the RMSTC project and interdisciplinary cooperation between the two mentioned departments is utilized in the applied research activities. The team of the Laboratory during its 5 years long existence presented more than 100 publications. The results of our applied research are used in the currently solved projects (5) and realized contracts (9).*

*The viscosity of different oxidic system was experimentally studied by Anton Paar Rheoplus viscometer and numerical model of rheological properties of such multi-component systems is now being developed. Focused on liquidus and solidus temperatures of industrially produced steels, more than 200 measurements on different thermo-analytical devices and methods with different masses of steel samples were done. The obtained results were and are intensively used*

for optimising the steelmaking processes directly in the steel plants and/or as input data for numerical simulations of steel solidification processes. Numerical simulations in development are thus focused mainly on optimisation of production of heavy forging ingots and continuously cast billets. Temperature field in ingots and on the surface of the moulds was compared and adjusted on the basis of the plant measurements realized by thermo camera. Thermal capacity of the mould material was studied as well. Also, a comparison of solidus and liquidus temperatures with the results based on computational methods (commonly used equations and thermal databases) was done. Porosity and macro segregation phenomena in heavy ingots and in continuously cast billets were studied, too. The Laboratory for Modelling of Processes in the Liquid and Solid Phases is the workplace, where it is possible to realize a lot of applied results in cooperation with industrial partners, not only in the field of steelmaking processes.

**Key words:** steel; oxidic melts; viscosity; thermal analysis; thermodynamics; kinetics; numerical modelling

Laboratoř modelování procesů v tekuté a tuhé fázi vznikla v roce 2010 v rámci projektu Regionální materiálově technologické výzkumné centrum (RMTVC). Je součástí 6. výzkumného programu „Experimentální ověřování nových technologických postupů u kovových materiálů s vyššími kvalitativními parametry“. V laboratoři dochází k úspěšné spolupráci mezi odborníky z příbuzných vědních oborů, především pak z oblasti technologie výroby oceli a teorie technologických pochodů.

Od zahájení činnosti laboratoře vzniklo již více než 100 publikačních výstupů prezentovaných na odborném fóru formou přednášek či příspěvků v odborných i impaktovaných časopisech. Další jsou v současné době v tisku a stále se připravují nové. Výsledky činnosti byly a nadále jsou využívány při řešení 5 projektů aplikovaného výzkumu, které jsou realizovány ve spolupráci s průmyslovými partnery řešitelů. Výsledky zakázkové činnosti byly předány ve formě 10 výzkumných zpráv zadavatelům z průmyslové sféry. Výsledky byly také využity při zpracovávání závěrečných prací studentů a začínají být implementovány do výuky odborných předmětů.

Hlavním cílem „Laboratoře modelování procesů v tekuté a tuhé fázi“ je reagovat na aktuální potřeby trhu a zaměřit se na problematiku technologie výroby, lití a tuhnutí oceli, která zatím není ještě v ČR komplexně řešená.

Jednotlivé oblasti zaměření laboratoře lze definovat následovně:

- studium termofyzikálních vlastností tavenin kovů a strusek,
- optimalizace metalurgických procesů pomocí metod modelování (fyzikálního i numerického),
- spolupráce s aplikační sférou při návrhu, testování a zavádění nových technologií zpracování a odlévání tekuté oceli.

K porovnání vývoje činnosti laboratoře je možné využít předchozí souhrnné publikace [1, 2]. Níže jsou blíže rozvedeny činnosti související s jednotlivými pořizovacími investicemi.

## Výzkum viskozity oxidických tavenin

V současnosti se laboratoř anorganických tavenin orientuje na výzkum systémů sloužících jako základ metalurgických strusek. Konkrétně se jedná o ternární systém  $\text{CaO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ . Jeho složky jsou dominantní komponenty většiny ocelářských strusek a licích prášků. Oproti reálným systémům, obsahujícím řadu doprovodných příměsí, byla pro vlastní experimenty zvolena zjednodušená ternární soustava z hlediska vhodnosti jejího využití pro srovnávání experimentálních dat s modelovými simulacemi. Tento typ taveniny byl z hlediska fyzikálně-chemických vlastností komplexně zkoumán. Jmenovitě byly v závislosti na koncentračních zastoupeních jednotlivých komponent definovány jeho teploty solidu a likvidu, fázová složení, povrchové a mezifázová napětí a viskozity [3 – 5].

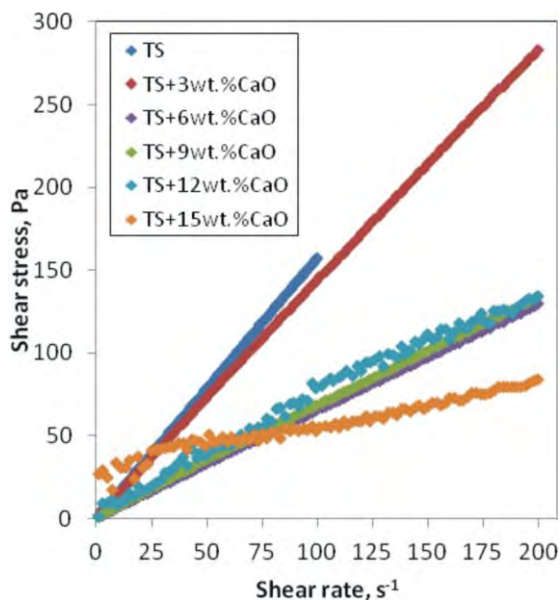
Předložený text je zaměřen na výzkum viskozity tohoto systému z důvodu významné role této vlastnosti během metalurgických pochodů, a to zejména v kontextu vyplouvání vměstků, korozivního působení struskových materiálů na vyzdívky a nezastupitelné role vrstvy licího prášku během plynulého odlévání oceli.

Pro vlastní experiment byla vybrána strusková soustava s odstupňovaným složením  $\text{CaO}$  (tab. 1). Tato sloučenina v rámci roztavených materiálů sehrává roli modifikátora složitých křemičitanových iontů. Zásadní vliv na zkracování křemičitanových řetězců má zejména přítomnost můstkových a nemůstkových kyslíků v oxidické tavenině [6 – 12].

Tab. 1 Chemické složení vzorků  
Tab. 1 Chemical composition of the samples

	$\text{SiO}_2$	$\text{CaO}$	$\text{Al}_2\text{O}_3$
	(hm. %)		
TS	47,20	36,90	15,90
TS + 3 hm. % CaO	44,96	39,90	15,14
TS + 6 hm. % CaO	42,71	42,90	14,39
TS + 9 hm. % CaO	40,47	45,90	13,63
TS + 12 hm. % CaO	38,22	48,90	12,88
TS + 15 hm. % CaO	35,98	51,90	12,12

Experiment byl proveden na vysokoteplotním viskozimetru Anton PAAR 1600. Vzorek o hmotnosti 55 g byl zahříván do teploty 1 400 °C rychlostí 13 °C·min<sup>-1</sup>. Následovala prodleva 30 minut z důvodu homogenizace teplotních polí a konstrukce tokových křivek (obr. 1).



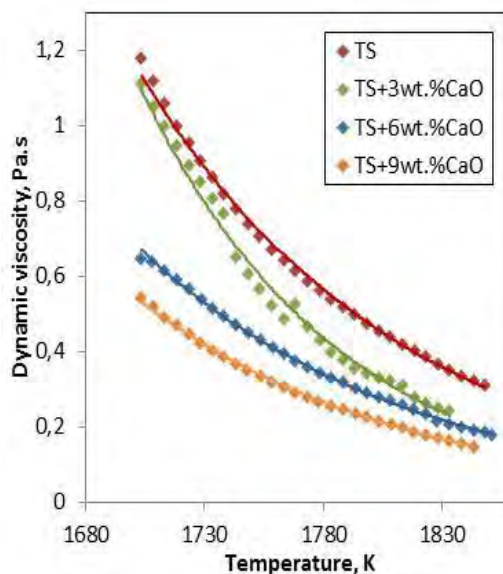
Obr. 1 Tokové křivky ternárního systému s odstupňovanou koncentrací CaO

Fig. 1 Flow curves of the ternary system with graded concentrations of CaO

Tyto křivky byly konstruovány z důvodu identifikace míry newtonovského chování taveniny. Během experimentu byla při konstantní teplotě plynule zvyšována smyková rychlost z 0 na 200 rpm a následně odečítáno smykové napětí. Délka experimentu byla vždy 10 min. Následoval ohřev systému z teploty 1 400 na 1 565 °C rychlostí 3,3 °C·min<sup>-1</sup>. Během této teplotní zátěže vzorku byla měřena viskozita při smykové rychlosti vřetene 85 rpm. Poté byl experiment ukončen. Po celou dobu experimentu byla teplota snímána platinovým termočlánkem typu B a v okolí vzorku byla udržována inertní atmosféra sestávající z Ar čistoty 6.0. Jako materiál kelímku i vřetene byl použit grafit. Získané výsledky teplotní závislosti viskozity jednotlivých systémů jsou prezentovány na obr. 2.

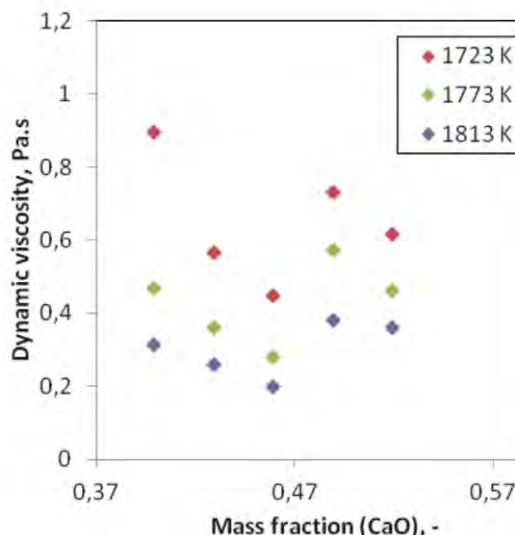
V rámci experimentu byl dále zkonstruován graf závislosti viskozity na koncentraci CaO při teplotách 1 450, 1 500 a 1 550 °C (obr. 3).

Z provedených experimentů lze vyvodit následující závěry: během konstrukce tokových křivek se výchozí systém a systémy s nižšími koncentracemi CaO chovaly jako typicky newtonovské kapaliny. Při vysokých navážkách CaO se newtonovský charakter počal ztrácet. Viskozita u všech systémů, dle očekávání, s narůstající teplotou klesala. Překvapující byl ovšem průběh závislosti viskozity na koncentraci CaO. Viskozita při všech teplotách dosahovala lokálního minima při určité navážce CaO a s jeho narůstající koncentrací pak opět stoupala.



Obr. 2 Teplotní závislost viskozity vybraných vzorků zkoumané koncentrační řady

Fig. 2 Temperature dependence of viscosity of the CaO concentration series during heating



Obr. 3 Závislost viskozity na koncentraci CaO

Fig. 3 Dependence of viscosity on concentration of CaO at the constant temperature

Vliv bazicity (resp. koncentrace CaO) na viskozitu roz-tavených strusek lze obecně interpretovat následujícím způsobem: viskozita je tím větší, čím větší jsou rozměry komplexních aniontů. Jejich velikost podmiňuje vzájemné propojování sousedních vrstev taveniny a tedy i vnitřní tření. Velikost křemíko-kyslíkových komplexů je možno vyjádřit poměrem O : Si. Ten může být ovlivněn množstvím zásaditých oxidů, které disociují na Me<sup>2+</sup> a O<sup>2-</sup> v důsledku toho, že vazby mezi Si-O jsou silnější než vazby Me-O. Ionty kyslíku vstupují do křemičitano-oxidických komplexů, kde zvyšují poměr O : Si, což má za následek rozrušování složitých komplexů na jednodušší, čímž se snižuje vnitřní tření a v důsledku toho i viskozita. Se zvyšující se teplotou roste kinetická energie částic a současně může docházet ke štěpení složitých křemičitanových komplexů. Oba

tyto efekty vedou ke snižování viskozity. Ovšem při vyšších teplotách se vlivem částečné defragmentace křemičitanových komplexů méně projeví vliv defragmentace spojené s modifikačním účinkem CaO na křemičitanové vazby. Z tohoto důvodu je vliv obsahu CaO na změny hodnot viskozit se změnami jeho koncentrací v tavenině menší při vyšších teplotách, jak je patrné z obr. 3.

Podle předešlých tvrzení by tedy měl zvyšující se obsah CaO v křemičitanových taveninách vždy vést k poklesům hodnot viskozit. Experimenty ovšem ukazují, že viskozita s nárůstem obsahu CaO (a tedy se vzrůstem bazicity) klesá jen do určité mezní koncentrace CaO. Další navyšování obsahu CaO (zhruba od hodnoty 0,47) pak vede ke zvyšování hodnot viskozity tavenin. Zde je třeba brát v úvahu poloměry jednotlivých iontů figurujících v tavenině a podíl a sílu kovalentní a iontové vazby v rámci jednotlivých oxidů.

Obecně platí, že čím vyšší je pozitivní náboj iontu, tím menší je jeho poloměr. Pro atomové poloměry dále platí, že v periodách se poloměr iontu zmenšuje, protože roste efektivní náboj jádra, který způsobí větší koncentraci elektronového obalu. Tento trend platí i pro ionty o stejném mocenství. Částice s větším poloměrem, u nichž se předpokládá kulovitý tvar, vyvolávají větší vnitřní tření, a nutně tak zvyšují hodnotu viskozity taveniny. Podle výše uvedených pravidel roste poloměr iontů v tomto pořadí  $\text{Si}^{4+} \rightarrow \text{Al}^{3+} \rightarrow \text{Mg}^{2+} \rightarrow \text{Ca}^{2+}$ .

Opomene-li se tedy asociovaný charakter taveniny, pak zvyšování obsahu CaO musí nutně vést k nárůstu viskozity. Při studiu ternárního systému s odstupňovanou koncentrací CaO lze tedy sledovat dva protichůdné efekty – CaO snižuje asociovaný charakter taveniny vlivem jeho modifikačních účinků, resp. snižuje viskozitu taveniny a současně viskozitu zvyšuje vlivem svého iontového poloměru. Na základě provedených experimentů dojde ke zlomu v jeho vlivu na celkovou viskozitu taveniny při hodnotě bazicity  $\text{CaO/SiO}_2 = 1,13$ .

Dalším hlediskem vlivu oxidů na viskozitu je energie vazeb mezi ionty. Energie vazby se skládá ze složky iontové a kovalentní. V oxidech předchozího typu převládá vazba iontová, přičemž ale poměr vazby iontové a kovalentní je u různých oxidů různý. Podíl hodnoty energie kovalentní vazby se zvětšuje od oxidu kovu s největším iontovým poloměrem k oxidu kovu s nejmenším iontovým poloměrem. Vnášíme-li tedy do taveniny CaO, které v disociovaném stavu disponuje velkými rozměry iontů vůči ostatním komponentám, lze také předpokládat snižování podílu existence kovalentních vazeb v rámci taveniny, a tím mírné snižování hodnot viskozit zkoumaných systémů v důsledku tohoto efektu [13 – 15].

Předložené výstupy představují pouze zlomek celkově prováděných experimentů a v dlouhodobém horizontu jsou prováděny paralelní experimenty se systémy o různé složitosti, stejně jako matematické modelování viskozit.

## Metody termické analýzy

Metody studia procesů souvisejících s výrobou oceli jsou založeny na znalosti termodynamických vlastností materiálů vyskytujících se v daných technologických uzlech. Především pro odlévání a tuhnutí oceli patří mezi nejkritičtější parametry teplota solidu ( $T_S$ ) a likvidu ( $T_L$ ). Přesná znalost  $T_L$  je důležitá především vzhledem k nastavení teploty přehřátí oceli před jejím odléváním.  $T_S$  pak souvisí zejména s průběhem vlastního procesu tuhnutí, kdy v dvoufázové oblasti mezi  $T_L$  a  $T_S$  dochází k segregacním jevům. Znalost těchto kritických teplot je důležitá nejen pro korektní nastavení dané technologie odlévání a tuhnutí ocelového meziproduktu, ale také pro přesné nastavení podmínek pro modelování průběhu tuhnutí oceli.

Existuje několik desítek termo-analytických metod. Tři z nich jsou nejvýznamnější. Tyto tři metody se používají v rozsahu jedné poloviny až tří čtvrtin všech profesionálních prací v oblasti termických analýz [16 – 20]. Těmito metodami jsou: diferenční termická analýza (DTA), diferenční skenovací kalorimetrie (DSC) a termo-gravimetrie (TG). Existují i metody simultánní v kombinacích TG/DTA a TG/DSC. V minulosti byla také velmi používána metoda přímé termické analýzy založená na přímém měření změny teploty vzorku především při řízeném ochlazení [21]. Tato metoda byla a je využívána především pro měření  $T_L$  a  $T_S$  kovových materiálů.

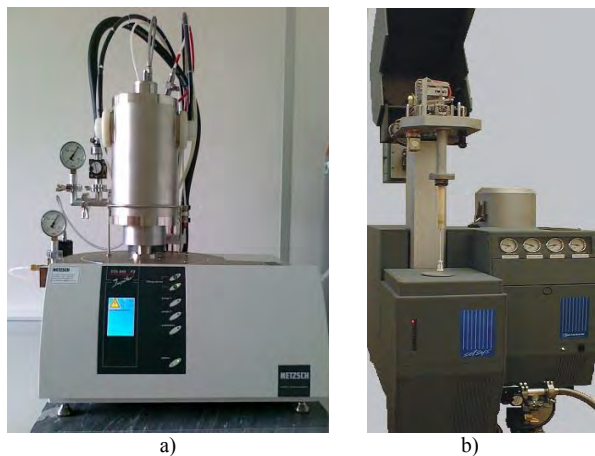
Tato část příspěvku navazuje na celou řadu předchozích prací, např. [22, 23, 24]. Opět se zaměřuje na možnosti zpřesnění kritických teplot ( $T_L$ ,  $T_S$ ) pomocí experimentálních metod vysokoteplotní termické analýzy. Tentokrát byla pozornost zaměřena na průmyslově vyráběnou ložiskovou ocel 100CrMo7, jejíž směrné chemické složení ukazuje tab. 2. U této oceli se lze domnívat, že s ohledem na velmi vysoký obsah C, může být skutečná hodnota teploty likvidu výrazně odlišná od teoretické teploty stanovené výpočtem. Očekává se, že zpřesněním informace o teplotě likvidu lze upravit teplotu odlévání tak, aby bylo dosaženo vyšší kvality ingotu, tj. nižší rozsah porozity a makrosegregace.

Tab. 2 Chemické složení ložiskové oceli

Tab. 2 Chemical composition of bearing steel

Prvek	Obsah prvku (hm. %)
C	0,93 – 1,05
Si	0,15 – 0,35
Mn	0,25 – 0,45
P	max. 0,025
S	max. 0,015
Cr	1,65 – 1,95
Mo	0,15 – 0,30
Cu	max. 0,30
Al	max. 0,050

Využito bylo dvou moderních zařízení pro vysokoteplotní termickou analýzu (obr. 4). Na zařízení STA 449 F3 Jupiter byla aplikována na vzorcích o hmotnosti cca 22 g metoda přímé termické analýzy (PTA). S využitím zařízení Setaram SETSYS 18<sup>TM</sup> byly vzorky o hmotnosti cca od 120 do 210 mg podrobeny diferenční termické analýze (DTA).



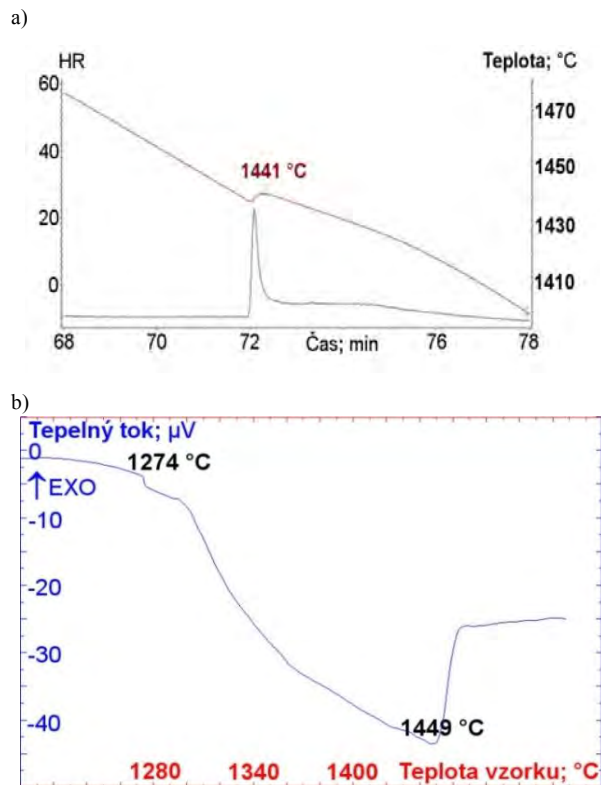
Obr. 4 Zařízení pro vysokoteplotní termickou analýzu:  
a) Netzsch STA 449 F3 Jupiter; b) Setaram SETSYS 18<sup>TM</sup>  
Fig. 4 Instruments for high-temperature thermal analysis:  
a) Netzsch STA 449 F3 Jupiter; b) Setaram SETSYS 18<sup>TM</sup>

Vlastnímu určování  $T_S$  a  $T_L$  této oceli předcházela celá řada metodických experimentů. Mj. byla na obou zařízeních při využití obou metod provedena kalibrace zařízení na vzorcích standardu niklu o čistotě 4N5, u kterého je známa teplota tání 1 455 °C. Odchytky získané při experimentech s niklem o uvedené čistotě pak umožnily kvantifikovat hodnotu pro teplotní korekci vyjadřující vliv experimentálních podmínek na hodnoty  $T_S$  a  $T_L$  reálných druhů oceli.

Teploty solidu a likvidu byly získány na základě vyhodnocení experimentálně získaných křivek při ohřevu (DTA) a ochlazování (PTA – pouze teplota likvidu) (obr. 5). Jak je patrné z příkladu křivky ochlazování (obr. 5b), při ochlazování velkých vzorků z této oceli nebylo možné spolehlivě určit  $T_S$ , neboť v průběhu ochlazování byl na velkých vzorcích tepelný efekt, odpovídající fázi tuhnutí, pozvolný. Nebyl identifikovatelný ostrý zlom nezbytný pro identifikaci  $T_S$ .

Každou z metod termické analýzy (přímou i DTA) byly analyzovány 4 vzorky ložiskové oceli. U  $T_L$  se výsledné průměrné hodnoty lišily o 1 °C. Směrodatná odchylka byla u obou metod 3 °C. To vypovídá jednak o robustnosti obou metodik, ale také potvrzuje srovnatelnost hodnot  $T_L$  stanovených oběma způsoby termické analýzy. U  $T_S$  identifikované pouze z měření metodou DTA byla sice směrodatná odchylka 10 °C, avšak dopočtenou průměrnou  $T_S = 1\,280$  °C lze vzhledem k nízké variabilitě (0,78 %) přesto považovat za relevantní. Určení  $T_S$  je obecně náročnější. Průměrné hodnoty  $T_L$  a  $T_S$  byly dále korigovány na základě předcházejících metodických experimentů realizovaných na vzorcích niklu.

Výsledky měření pomocí metod termické analýzy byly také konfrontovány s odpovídajícími teplotami získanými od průmyslového partnera (VÍTLOVICE HEAVY MACHINERY, a.s.) a s teplotami získanými využitím specializovaných programů IDS a ThermoCalc.



Obr. 5 Příklady křivek získaných při vysokoteplotní termické analýze studované oceli: a) Křivka ochlazování vzorku oceli 100CrMo7 na zařízení NETZSCH STA 449 F3 JUPITER; b) DTA křivka z ohřevu vzorku oceli 100CrMo7 na zařízení SETARAM SETSYS 18<sup>TM</sup>  
Fig. 5 Examples of curves obtained during high-temperature analysis of 100CrMo7 steel grade: a) cooling curve for steel sample from experiment realised on NETZSCH STA 449 F3 Jupiter device, b) DTA curve from heating of steel sample in SETARAM SETSYS 18<sup>TM</sup> device

Porovnání hodnot  $T_S$  a  $T_L$  stanovených pomocí korektně nastavené metodiky vysokoteplotní termické analýzy s výpočtově stanovenými hodnotami (tab. 3) ukazuje, že se u oceli 100CrMo7 reálné  $T_S$  a  $T_L$  od odpovídajících teplot stanovených teoreticky výrazně liší.

Tab. 3 Srovnání experimentálně získaných a teoreticky stanovených  $T_L$  a  $T_S$

Tab. 3 Comparison of the measured and calculated  $T_L$  and  $T_S$

Zdroj	$T_S$	$T_L$	$\Delta T_S$	$\Delta T_L$
	[°C]			
Termická analýza	1280	1441	X	X
VHM	1125	1469	-155	28
IDS	1319	1451	39	10
ThermoCalc	1318	1453	38	12

Nejvýraznějších rozdílů bylo dosaženo u obou teplot ( $T_S$  a  $T_L$ ), srovnají-li se experimentálně stanovené hodnoty s hodnotami používanými v podmínkách průmyslového partnera, přičemž rozdíl mezi  $T_S$  je 155 °C a mezi  $T_L$  je 28 °C. Teoreticky vypočítané teploty (IDS, resp. ThermoCalc) jsou si vzájemně velmi blízké. Od experimentálně stanovené  $T_S$  a  $T_L$  se liší méně, než hodnoty dodané průmyslovým partnerem, přesto jsou rozdíly ne zcela zanedbatelné (39; 38, resp. 10 a 12 °C). Ve všech případech se projevuje výraznější odchylka mezi  $T_S$  než mezi  $T_L$ .

Dosavadní výsledky naznačují, že problematika prověřování  $T_L$  a  $T_S$  vyžaduje komplexnější přístup s využitím více přístupů a metod řešení. Větší rozdíly oproti výpočtům lze očekávat zejména v případech speciálních ocelí s vysokým obsahem uhlíku, nebo legujících prvků. V konečné fázi by mělo být přistoupeno k provozním experimentům, které by umožnily upravit nastavení technologie tak, aby došlo k nemalým úsporám plynoucím zejména ze snížení teplot přehřátí, resp. odlévání. Navíc je vhodné zjištěné výsledky implementovat do numerických simulací zaměřených na optimalizaci procesu lití a tuhnutí oceli, což povede k dosažení přesnějších výsledků více odpovídajícím reálným podmínkám.

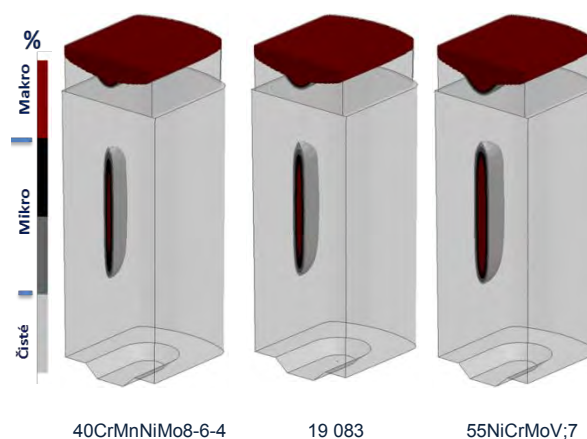
## Numerické modelování

Numerické modelování dnes sehrává jednu z klíčových rolí při optimalizaci procesu výroby oceli, jak dokládá řada publikací, např. [25 – 30]. „Laboratoř modelování procesů v tekuté a tuhé fázi“ disponuje komerční licencí software ProCAST [31], jež umožňuje provádět komplexní analýzy plnění a tuhnutí nejen ocelových ingotů, ale i plynule litých předlitků, či slévarenských odlitků, s predikcí vad a napěťových stavů. Souhrnné řešení zabezpečují moduly pro výpočet plnění a tuhnutí (Flow Module, Thermal Module), modul predikce makrosegregace (Macroseggregation Module), dále pak modul pro výpočet zbytkového pnutí (Stress Module) a v neposlední řadě i modul umožňující simulace procesů probíhajících v krystalizátoru a v objemu předlitku během plynulého odlévání a tuhnutí (MILE algoritmus). V loňském roce byly výpočetní možnosti software rozšířeny o nadstavbový modul výpočtu porozity vznikající během plynulého odlévání oceli (APM modul – Advanced Porosity Module) a o CAFE modul, který umožňuje výpočet nukleace a růstu zrn. V letošním roce byla konfigurace doplněna nadstavbovým modulem HCS (Hot Cracking Sensitivity), který je určený pro predikci trhlin za tepla (Hot Tears) u plynule odlévaných ocelových předlitků pomocí tzv. kritéria HTC (Hot Tearing Criterion), popsaného v původní publikaci [32]. Přístrojové i softwarové vybavení „Laboratoře modelování procesů

v tekuté a tuhé fázi“ tak umožňuje úspěšné řešení společných projektů, a to např. s VÍTKOVICE HEAVY MACHINERY, a.s. nebo ArcelorMittal Ostrava, a.s.

V oblasti optimalizace výroby těžkých ocelových ingotů je numerické modelování zaměřeno především na verifikaci vlivu okrajových podmínek odlévání či jakosti odlévané oceli na konečný rozsah objemových vad, jako je porozita, makrosegregace a napěťové stavy, jež mohou vést ke vzniku trhlin a prasklin. Na obr. 6 je ukázka rozsahu konečné porozity v řezu téhož bramového ingotu, ale pro tři různé druhy oceli, predikované numerickým modelováním za použití APM modulu.

Objem porozity u oceli 40CrMnNiMo8-6-4 představoval 304 cm<sup>3</sup>, u oceli 19 083 pak 336 cm<sup>3</sup> a u oceli 55NiCrMoV7 až 522 cm<sup>3</sup>. Je však třeba mít na paměti, že rozsah porozity je u výsledků numerického modelování zobrazován celou výpočetní buňkou s určitým podílem objemu nezaplňeného kovem. To znamená, že se nezobrazuje porozita v absolutním vyjádření jejího objemu (cm<sup>3</sup>), ale pouze se lokalizuje místo s jejím pravděpodobným výskytem.

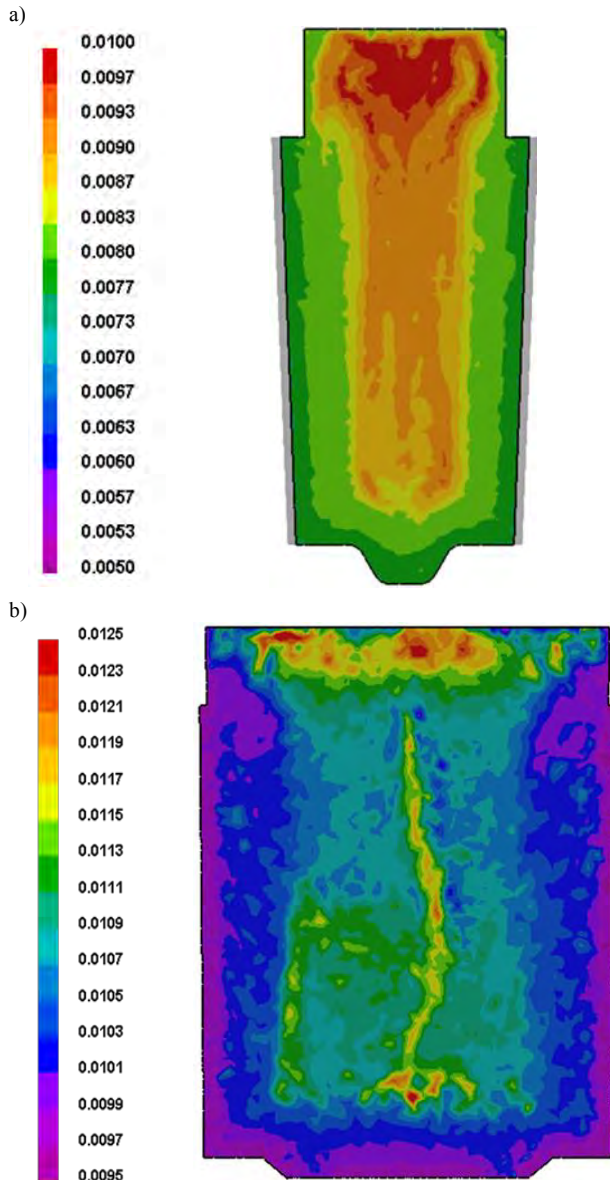


Obr. 6 Rozsah porozity v řezu téhož bramového ingotu, ale pro tři různé druhy oceli

Fig. 6 Range of porosity in the cut section of the same slab ingot but for three types of cast steel grades

Zobrazení porozity se tedy bude v závislosti na velikosti výpočetních buněk jevit ve výsledcích numerické simulace větší, než tomu je ve skutečnosti. Aby se docílilo co nejpřesnějšího vizuálního i objemového srovnání se skutečným stavem, je vhodné mít při výpočtu tuhnutí oceli jemnější výpočetní síť s menší velikostí výpočetních buněk.

Porovnání predikce rozsahu makrosegregace fosforu v klasickém těžkém polygonálním 40tunovém ocelovém ingotu a 40tunovém bramovém ingotu ze stejné oceli je zachyceno na obr. 7.

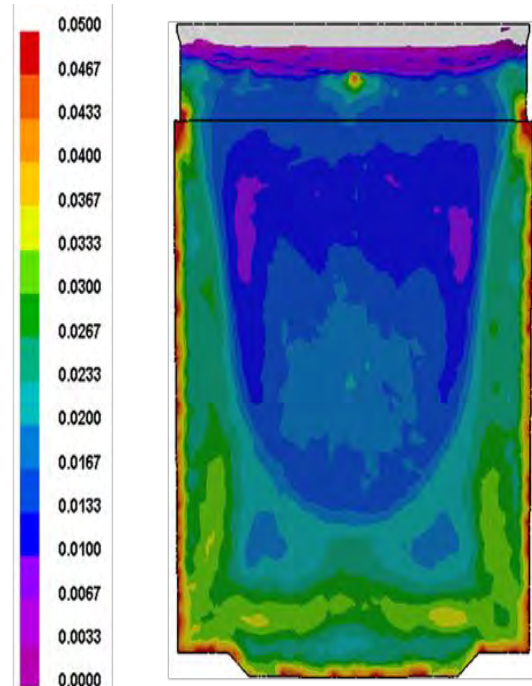


Obr. 7 Porovnání distribuce makrosegregace fosforu (hm. %) mezi (a) klasickým polygonálním ingotem a (b) bramovým ingotem. Obsah fosforu definovaný při simulaci činil u klasického polygonálního ingotu 0,0004 hm. %, u bramového ingotu 0,01 hm. %

Fig. 7 Comparison of the distribution map of macro-segregation of phosphorus of the 40-ton steel slab ingot (wt. %) with the macro-segregation of phosphorus in the conventional ingot. The defined content of phosphorus in the simulation was for the conventional ingot 0.004 wt.%, for the slab ingot 0.01 wt. %

Při hodnocení výsledků numerického modelování plnění obou druhů kokil bylo detekováno velmi podobné rozložení teplotního pole v okamžiku po naplnění. Přesto v důsledku rozdílů v geometrii ingotů (kokil) činila konečná doba tuhnutí u bramového ingotu zhruba pouze polovinu času doby tuhnutí klasického polygonálního ingotu [33]. Vlivem výrazně kratší doby tuhnutí bramového ingotu pak bylo dosaženo i výrazně nižší makrosegregace prvků v porovnání s makrosegregací v klasickém polygonálním ingotu. Tak jako u predikce porozity, je nutno i u výsledků numerického modelování makro-

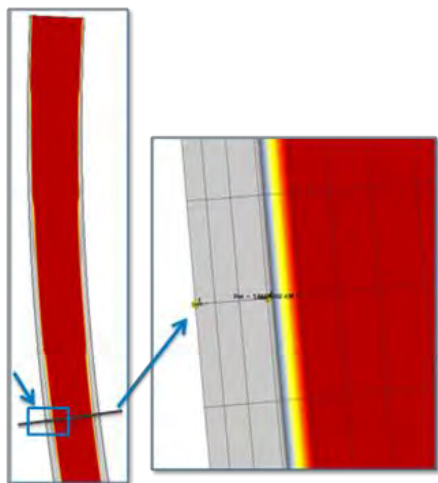
segregace počítat s určitými rozdíly mezi modelovaným a skutečným stavem. V případě výpočtu makrosegregace není například uvažováno s pohybem ani sedimentací utuhlé frakce [34]. Při tuhnutí skutečného ingotu však dochází obvykle v důsledku změny hustoty v závislosti na teplotě k přirozené konvekci taveniny, která může ulamovat osy sekundárních dendritů. Ty se poté neřízeně pohybují v objemu tuhnoucího kovu až do okamžiku utuhnutí a obvykle sedimentují v patní části ingotu. Z provozního hlediska jsou však zásadní trendy v rozložení makrosegregace prvků při úpravě podmínek odlévání, a ty lze s využitím numerického modelování jednoznačně prokázat. Napětí a deformace lze predikovat pomocí modulu Stress a HCS modulu. Mezi typické výsledky, které lze získat, je možno zařadit distribuci napětí (Stress distribution), elastickou a plastickou deformaci (Deformations -elastic and plastic), vznik vzduchové mezery (Gap formation), vyčerpávání plasticity, střední normálové napětí, trhliny a praskliny. Příklad predikce prasklin u bramového ingotu je zachycen na obr. 8. Nebezpečí vzniku trhlín a prasklin se objevuje v rozích u paty ingotu a v místech u napojení hlavy a těla ingotu. U paty ingotu dochází ke vniku trhlín vlivem velkých teplotních gradientů, napětí a deformací v polotuhém kovu. Rizikovou oblastí je rovněž osa ingotu, respektive okolí s výskytem porozity, kde rovněž dochází k vyčerpání plasticity.



Obr. 8 Predikce prasklin  
Fig. 8 Prediction of cracks

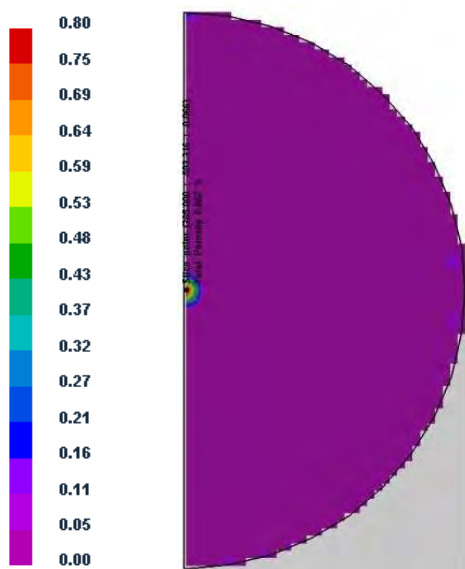
Ve výrobě plynule odlévané oceli je prioritou každého výrobního podniku zvýšení výrobnosti, bezpečnosti a kvality vyráběné oceli za současně minimalizace ekologické zátěže. Numerické modelování v SW ProCAST dnes již umožňuje předpovídat chování tuhnoucího předlitku v závislosti na okrajových podmínkách odlévání a určit teplotní pole předlitku, resp. tloušťku lící

kúry na konci krystalizátoru, metalurgickou délku, velikost středové porozity i nebezpečí vzniku trhlin a prasklin. Novinkou je i možnost predikce uvedených parametrů za současné aktivace elektromagnetického míchání. Na obr. 9 je zachyceno hodnocení tloušťky lící kúry na konci krystalizátoru u kruhového plynule litého předlitku o průměru 130 mm [35].



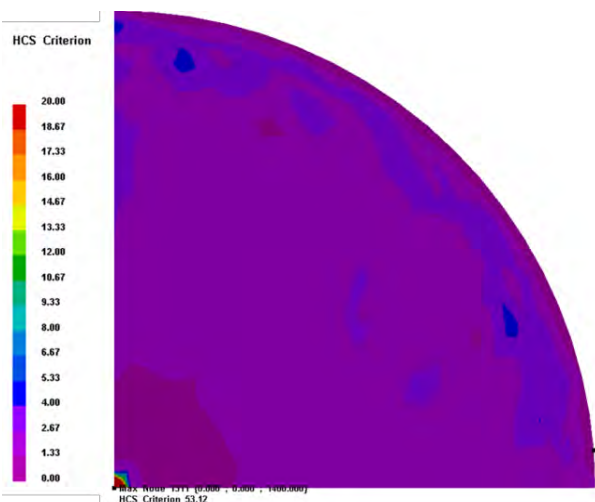
Obr. 9 Tloušťka lící kúry na konci krystalizátoru, která činí 10,4 mm  
Fig. 9 Thickness of solidified shell at the end of the mould, which is 10.4 mm for both variants

Obr. 10 ukazuje finální predikovanou porozitu ose kruhového plynule litého předlitku o průměru 130 mm s využitím APM modulu [35].



Obr. 10 Finální porozita predikovaná modulem APM  
Fig. 10 Final porosity predicted by Advanced Porosity Module

Na obr. 11 je znázorněn řez předlitkem z numerické simulace, která zachycuje charakter trhlin pomocí napětového kritéria HCS. Jak výsledky simulace potvrdily, okolí osy předlitku je kritické na vznik trhlin, které se následně mohou šířit směrem od středu k okrajům [36].



Obr. 11 Predikce trhlin v řezu ocelového plynule litého kruhového předlitku pomocí numerické simulace s HCS kritériem.  
Fig. 11 Prediction of cracks in the cross section of the continuously cast steel billet using numerical simulation with the HCS criterion

Ke kvalitě výsledků numerického modelování objemových vad v oceli, ale i neželezných kovech, je nutno připomenout, že je rovněž určována hodnotami termodynamických veličin oceli či materiálu kokily, resp. krystalizátoru. Součástí SW ProCAST je sice základní materiálová databáze, avšak v případě odlišného chemického složení materiálu, který není součástí databáze, je potřeba definovat nový materiál. Laboratoř RMTVC proto konfrontuje známé literární poznatky s vlastními výsledky z termické analýzy a s výsledky generovanými termodynamickým modulem Compu-Therm, který je součástí SW ProCAST [23, 37].

## Závěr

Předložený příspěvek je věnován stručnému shrnutí současného rozsahu aktivit „Laboratoře modelování procesů v tekuté a tuhé fázi“, která byla založena v roce 2010 v rámci zahájení řešení projektu Regionální materiálově technologické výzkumné centrum. Činnost laboratoře je zaměřena na studium vlastností metalurgických materiálů s důrazem na využití výsledků pro přímou implementaci do aplikovaného výzkumu realizovaného ve spolupráci s výrobními podniky.

Nejen celá řada moderních měřicích přístrojů a profesionální software, ale především dlouhodobě kvalitní spolupráce vysoce kvalifikovaných pracovníků laboratoře s průmyslovými partnery vytváří předpoklad dalšího rozvoje poznání ve studovaných oblastech. Tyto prostředky slouží nejen k poznání dané problematiky ze strany partnerů projektu, ale také pro publikační a vzdělávací činnosti (při respektování utajovaných skutečností) v domácím i světovém odborném tisku či zapojení studentů do prováděného aplikovaného výzkumu v rámci řešení jejich závěrečných prací.

### Poděkování

**Tato práce vznikla při řešení projektů: č. LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum – program udržitelnosti" financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky; Studentské grantové soutěže (SGS) VŠB-TUO, projekt č. 2015/70, č. 2015/78 a č. 2015/88.**

### Literatura

- [1] MICHALEK, K., et al. Aktuální výzkumné aktivity „Laboratoře modelování procesů v tekuté a tuhé fázi“ projektu RMTVC. *Hutnické listy*, 65 (2012) 6, 7–14. ISSN 0018-8069
- [2] MICHALEK, K., et al. Rozsah výzkumných aktivit v „Laboratoři modelování procesů v tekuté a tuhé fázi“ projektu RMTVC. *Hutnické listy*, 67 (2014) 6, 31–39. ISSN 0018-8069
- [3] ROSYPALOVÁ, S., DUDEK, R., DOBROVSKÁ, J. Influence of SiO<sub>2</sub> on interfacial tension between oxide system and steel. In *METAL 2012: Proceedings of 21<sup>th</sup> International Metallurgical and Materials Conference*, 2012 Brno, Ostrava: TANGER, spol. s.r.o., pp. 109–114, ISBN 978-80-87294-29-1
- [4] ŽALUDOVÁ, M., et al. Experimental study of Fe-C-O based system above 1 000 °C. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, DOI: 10.1007/s10973-012-2847-8
- [5] SMETANA, B., et al. Application of high temperature DTA to micro-alloyed steels. *Metallurgija*, 51 (2012), 121–124. ISSN 0543-5846
- [6] MUDERSBACH, D., et al. Viscosity of slags, *Steel Research*, 72 (2001), 86–90. ISSN 0177-4832
- [7] MATSUSHITA, T., HAYASHI, M., SEETHARMAN, S. Thermochemical and thermophysical property measurement in slag systems. *International Journal of Materials and Product Technology*, 22 (2005), 351–390. ISSN 0268-1900
- [8] *Slag Atlas*, 2<sup>nd</sup> edition, Verein Deutscher Eisenhüttenleute (VDEh), Düsseldorf, 1955. ISBN 978-3-514-00457-3
- [9] NAKAMOTO, M., LEE, J., TANAKA T. A model for estimating of viscosity of molten silicate slag. *ISIJ International*, 45 (2005), 651–656. ISSN 0915-1559
- [10] KIM, H., et al. A study on the effect of Na<sub>2</sub>O on the viscosity for ironmaking slag. *Steel Research*, 81 (2010), 17–24. ISSN 0177-4832
- [11] SOHN, I., MIN, D. J. A review of the relationship between viscosity and structure of calcium - silicate - based slags in ironmaking. *Steel Research*, 83 (2012), 611–630. ISSN 0177-4832
- [12] KIM, G.H., SOHN, I. Effect of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on the viscosity and structure of calcium silicate-based melts containing Na<sub>2</sub>O and CaF<sub>2</sub>. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 358 (2012), 1530–1537. ISSN 0022-3093
- [13] COTTON, F. A.; WILKINSON, G. *Advanced Inorganic Chemistry* (5<sup>th</sup> Edition). New York: Wiley, 1988. ISBN 9780471199571
- [14] TURGDOGAN, E. T. *Physicochemical Properties of Molten Slags and Glasses*. London: The Metals Society, 1983. ISBN 9780904357547
- [15] URBAIN, G., BOTTINGA, Y., RICHET, P. Viscosity of liquid silica, silicates and alumino-silicates. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 46 (1982), 6, 1061. ISSN 0016-7037
- [16] GALLAGHER, P.K. *Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry: Principles and Practice*, 2<sup>nd</sup> ed.: Elsevier, 2003. p. 691. ISBN 0-444-82085-X
- [17] SMETANA, B., ZLÁ, S., DOBROVSKÁ, J., et al. Phase transformation temperatures of pure iron and low alloyed steels in the low temperature region using DTA. *International Journal of Materials Research*, 101 (2010) 3, 398–404. ISSN 1862-5282
- [18] SMETANA, B., ŽALUDOVÁ, M., ZLÁ, S., et al. Application of high temperature DTA technique to Fe based system. In *METAL 2010: 19<sup>th</sup> International Conference on Metallurgy and Materials: Rožnov pod Radhoštěm, Czech Republic*. 2010, pp. 357–362. ISBN 978-80-87294-17-8
- [19] ZLÁ, S., DOBROVSKÁ, J., SMETANA, B., et al. Differential thermal analysis and phase analysis of nickel based super-alloy in 738LC. In *METAL 2010*, pp. 790–795. ISBN 978-80-87294-17-8
- [20] ŽALUDOVÁ, M., SMETANA, B., ZLÁ, S., et al. Study of temperatures of phase transformations of Fe-based metallic systems in the temperature range below 1000 degrees C. In *METAL 2010: 19<sup>th</sup> International Conference on Metallurgy and Materials*, 2010 Rožnov pod Radhoštěm, s. 350–356. ISBN 978-80-87294-17-8
- [21] GRUNBAUM, G. et al. *Guide to the Solidification of Steels*. Stockholm: Jenkontoret, 1977, 162 s.
- [22] SMETANA, B., ŽALUDOVÁ, M., ZLÁ, S., et al. Important aspects of phase transformations temperatures study of steels by use of thermal analysis method. In *METAL 2014: Proceedings of 23<sup>th</sup> International Metallurgical and Materials Conference*, 2014 Brno. Ostrava: TANGER, spol. s.r.o., pp. 93–99. ISBN 978-80-87294-54-3
- [23] GRYC, K., SMETANA, B., ŽALUDOVÁ, M., et al. Determination of the solidus and liquidus temperatures of the real-steel grades with dynamic thermal-analysis methods. *Materiáli in Technologije*, 47 (2013,) 5, 569–575. ISSN 1580-2949
- [24] GRYC, K., MICHALEK, K., HUDZIECZEK, Z. et al. Physical modelling of flow pattern in 5-strand asymmetrical tundish with baffles. In *METAL 2010: 19<sup>th</sup> International Conference on Metallurgy and Materials: Rožnov pod Radhoštěm, Czech Republic*. 2010, pp. 42–46. ISBN 978-80-87294-17-8
- [25] NAN, L., YONGLONG, J., SHENGLI, L. Numerical simulation on gradient cooling behavior of jumbo slab ingot. *Research & Development – Chine Foundry*, 10 (2013) 2, 87–91
- [26] KERMANPUS, A., ESKANDARI, M., PURMOHAMAD, H., SOLTANIC, M. A., SHATERIB, R. Influence of mould design on the solidification of heavy forging ingots of low alloy steels by numerical simulation. *Mater. & Design.*, 31 (2010) 3, 1096–1104
- [27] MENG, Q., WANG, F., LI, Ch., ZHANG, J., CUI, G. Numerical Simulation of Macrosegregation in Water-Cooled Heavy Flat Ingot During Solidification. *JOM*, 66 (2014) 7, 1166–1174
- [28] FRASCHEITTI, R., DE VITO, F. Mathematical Modeling of Hot Tearing in the Solidification of Continuously Cast Round Billets. *Metallurgical and Materials Transactions B*, Vol. 41B, December 2010, pp. 1293–1309
- [29] TONGMIN, W. et al. Mould taper optimization for continuous casting steels by numerical simulation. *Research & Development*, 7 (2010) 1, 61–67. Article ID:1672-6421(2010)01-061-07
- [30] STRAFFELINI, G., LUTTEROTTI, L., TONOLLI, M., LESTANI, M. Modeling Solidification Microstructures of Steel Round Billets Obtained by Continuous Casting. *ISIJ International*, 51 (2011) 9, 1448–1453
- [31] *ProCAST User Guide*, Manuál, 2015.
- [32] RAPPAZ, M., DREZET, J. M., GREMAUD, M. A new hot tearing criterion. *Met. Trans.*, 30A (Feb. 1999) 449–455
- [33] TKADLEČKOVÁ, M., MICHALEK, K., MACHOVČÁK, P. Prediction of casting and solidification of slab steel ingot. In *Metal 2015*, Brno. <http://www.metal2015.com/files/proceedings/21/papers/3709.pdf>
- [34] BECKERMANN, C. Modelling of macrosegregation: applications and future needs. *Inter. Mater. Rev.*, 47 (2002) 5, 243–26
- [35] TKADLEČKOVÁ, M., et al. Numerické modelování tuhnutí plynule litých kruhových ocelových předlitků za tepelně ustálených podmínek. *Hutnické listy*, 67 (2014) 6, ISSN 0018-8069
- [36] TKADLEČKOVÁ, M., MICHALEK, K., GRYC, K., VÁLEK, L., KOVÁČ, M. Verification of continuous casting process of steel round billets using numerical modelling. In *SteelSim 2015*. Bardolino, Itálie
- [37] SMETANA, B., et al. Experimental verification of hematite ingot mould heat capacity and its direct utilisation in simulation of casting process. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 112 (2013) 1, 473–480. DOI: 10.1007/s10973-013-2964-z

## Studium reologických a povrchových vlastností tavenin v kontextu jejich vnitřní struktury

### Study of the Rheological and Surface Properties of Melts in Context with their Internal Structure

doc. Ing. Rostislav Dudek, Ph.D.; doc. Ing. Lenka Řeháčková, Ph.D.; Ing. Silvie Rosypalová, Ph.D.;  
prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.

VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Regionální materiálově technologické centrum, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

*Předložená práce je zaměřena na komplexní studium vybrané roztavené metalurgické strusky v kontextu jejich povrchových vlastností, viskozity a strukturních zákonitostí. K tomuto systému byla vytvořena analogická soustava disponující pouze dominantními komponentami  $\text{CaO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$  v analogických poměrech jako u výchozího materiálu. Toto zjednodušení bylo provedeno s ohledem na další plánované experimenty, kdy bude sledován vliv doprovodných příměsí na celkové chování tavenin a na následné testování matematických modelů. Vlastní výzkum viskozity byl proveden na vysokoteplotním viskozimetru Anton Paar Reoplus schopným pracovat do teplot 1 600 °C. Povrchové vlastnosti byly zkoumány metodou ležící kapky v trubkové pozorovací peci. Získané výsledky byly konfrontovány s rtg-difrakčními fázovými analýzami. Dále byly provedeny analýzy infračervenou spektroskopií s Fourierovou transformací (FTIR). Takto bylo možno dát do souvislostí makroskopické chování taveniny se získanými informacemi o její vnitřní struktuře.*

**Klíčová slova:** taveniny; povrchové napětí; viskozita; fázové transformace

*The presented work is focused on a comprehensive study of selected molten metallurgical slags in the context of their surface properties, viscosity and structural regularities. An analogical system containing only dominant components of  $\text{CaO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$  in similar proportions as the initial material was formed for his system. This simplification was made within the frame of other planned experiments, when the influence of the accompanying admixtures on the overall behaviour of the melt will be investigated. Moreover it will be necessary also for subsequent testing of mathematical models. Research of viscosity as such was conducted with use of high temperature viscometer Anton Paar Reoplus capable of operating at temperatures up to 1 600 °C. Surface properties were investigated by sessile drop technique in tube observation furnace. The results obtained were compared with the X-ray diffraction phase analyses they and were moreover analysed by infrared spectroscopy with Fourier transform (FTIR). It was thus possible to correlate the macroscopic behaviour of the melt with the obtained information about its internal structure. It was proved during the experiments that the surface tension of the slag system during the initial thermal load first increases and local maximum is created, followed by its decline until termination of the experiment. This trend comparatively accurately corresponds with the extinguishments (or with precipitations) during different phases of heating. Subsequent decrease of the surface energy of particles is related to the increase of kinetic energy of particles. Furthermore, it is obvious that increasing of the concentration of CaO in respect to the system A leads generally to the increase of the surface tension values at all temperatures. However, the increasing ratio of  $\text{CaO}/\text{SiO}_2$  creates a local minimum in the isotherms presenting the dependence of this ratio of the values of viscosities. This minimum is located in the areas of the ratio of  $\text{CaO}/\text{SiO}_2 = 1.1$  up to 1.2. FTIR analyses show indirectly the impact of the modifying effects of alkali at higher temperatures, which is reflected by anomalies of dependence of viscosity evolution on the chemical composition of the selected melts.*

**Keywords:** melts; surface tension; viscosity; phase transformation

Většina dosud obecně přijímaných představ o anorganických taveninách vycházela ze zjednodušených představ předpokládajících homogenní taveninu, v níž se jednotlivé fyzikálně-chemické vlastnosti (zejména viskozita, povrchové a mezifázové vlastnosti) při změnách teplot a chemickém složení mění plynule [1 – 5]. S obdobnými představami pracuje i většina matematických modelů simulujících zmiňované chování [6 – 8].

Složitější oxidické systémy mohou za určitých podmínek (teplota, chemické složení) přecházet z homogenního do heterogenního stavu s následnými změnami fázového složení v heterogenním stavu. Problematická je především široká teplotní oblast formování taveniny oxidických systémů tvořících základ licích prášků určených pro krystalizátor ZPO, a to z důvodu jejich značné složitosti a heterogenity. Tyto procesy jsou obvykle

doprovázeny rozpouštěním výchozích složek polykomponentní směsi doprovázené řadou chemických reakcí.

Problematikou precipitace nanočástic v ternárních systémech typu  $MgO - Al_2O_3 - SiO_2$  se zabýval zejména Frans [9], fázovými změnami v ternárních skelných systémech Milanova [10], který ve své práci publikuje konstrukce 3-D ternárních fázových diagramů. Tito autoři použili při výzkumu strukturních změn materiálů experimentální přístup. Odlišnou metodu studia mineralogického složení představuje metoda "ab-initio" vycházející z matematického modelování struktur. Tuto metodu používá například kolektiv autorů Káňa et al. [11].

Předložená práce se zaměřuje výhradně na experimentální studium zvolených oxidických systémů z důvodu jejich značné složitosti a polykomponentního charakteru, který vylučuje efektivní matematické modelování. Fázové transformace byly studovány z hlediska změn teplot taveniny a jejího chemického složení.

Znalost fázových transformací dále slouží jako doplňující údaj při studiu anomálií teplotních závislostí viskozit, povrchových a mezifázových vlastností oxidických tavenin. Spolu s FTIR analýzami tak celkově přispívá k pochopení jejich strukturních zákonitostí.

## Experiment

K prezentaci získaných výsledků byla vybrána typická oxidická soustava využívaná jako základ licích prášků na zařízení pro plynulé odlévání oceli – ZPO (dále označovaná jako soustava A). Na tento systém je možno nahlížet jako na pseudoternární kompozici majoritně zastoupených složek  $CaO - Al_2O_3 - SiO_2$ . Jedná se tedy o soustavu s předpokladem koexistence polymerních křemičitanových struktur spolu s dalšími jednoduššími ionty. Přesné chemické složení bylo získáno rentgenovou fluorescenční spektrometrií (tab. 1). Dále byla k tomuto systému vytvořena koncentrační řada s postupnými přidávkami 3, 6 a 9 hm. %  $CaO$ .

V dalších fázích výzkumu byl tento systém nahrazen synteticky připravenou kompozicí disponující pouze třemi dominantními složkami  $SiO_2 - Al_2O_3 - CaO$  ve stejných poměrech jako u výchozí soustavy A, (tj.  $SiO_2$  47,12 hm. % –  $CaO$  36,92 hm. % –  $Al_2O_3$  15,92 hm. %, dále označovaná jako soustava B). K tomuto zjednodušení soustavy bylo přistoupeno z důvodu probíhajících paralelních experimentů, které měly za cíl zjistit vliv minoritních přísad na vybrané fyzikálně-chemické vlastnosti licích prášků [12 – 15] a zejména umožnit matematické modelování jejich vybraných vlastností [16]. K soustavě B byla, podobně jako u soustavy A, vytvořena koncentrační řada s přidávkami 3, 6, 9, 12 a 15 hm. %  $CaO$ .

Tab. 1 Chemické složení studované soustavy A

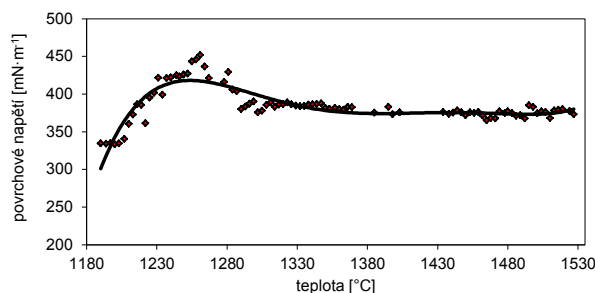
Tab. 1 Chemical composition of the studied system A

složka	koncentrace (hm. %)
$SiO_2$	37,1
$CaO$	29
$MgO$	1,7
$Al_2O_3$	12,5
$TiO_2$	0,5
$Fe_2O_5$	0,64
$MnO_2$	0,1
$Na_2O$	5,1
F	4,1
C	17,6

V experimentech byly konfrontovány výsledky rtg-fázových analýz s teplotními a chemickými závislostmi povrchových napětí pro systém A. U systému B pak byly dávány do souvislosti experimentálně získané hodnoty viskozit s rtg-fázovými analýzami a spektry FTIR analýz.

## System A

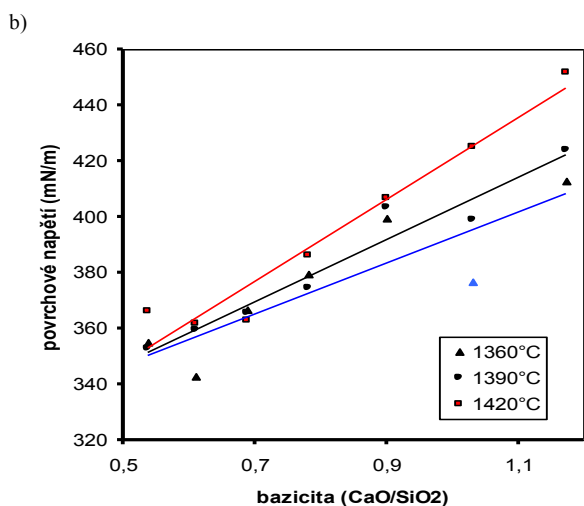
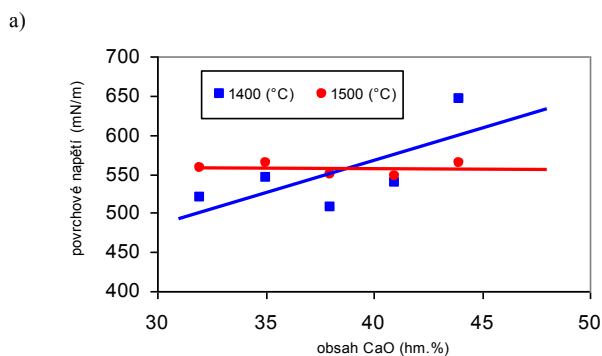
Systém A byl zkoumán z hlediska vlivu fyzikálně-chemických vlastností taveniny na hodnoty povrchových napětí při různých teplotách a proměnlivé bazicitě. Hodnoty povrchových napětí systému A byly získávány metodou ležící kapky [2]. Teplotní závislost povrchového napětí výchozího systému je prezentována na obr. 1.



Obr. 1 Teplotní závislost povrchového napětí systému A

Fig. 1 Temperature dependence of the surface tension of the system A

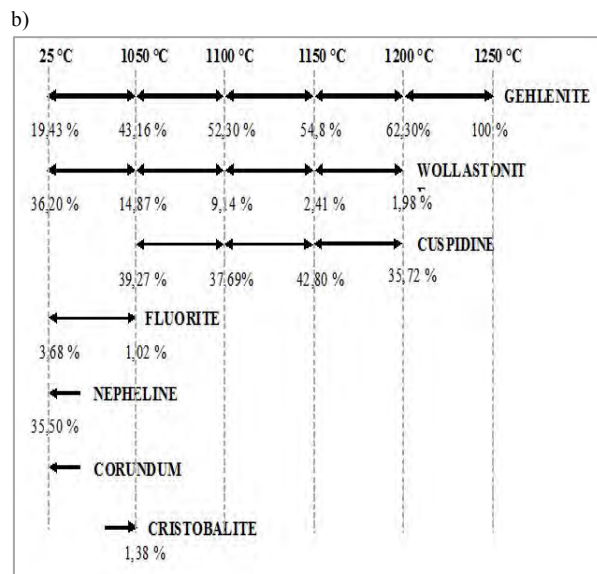
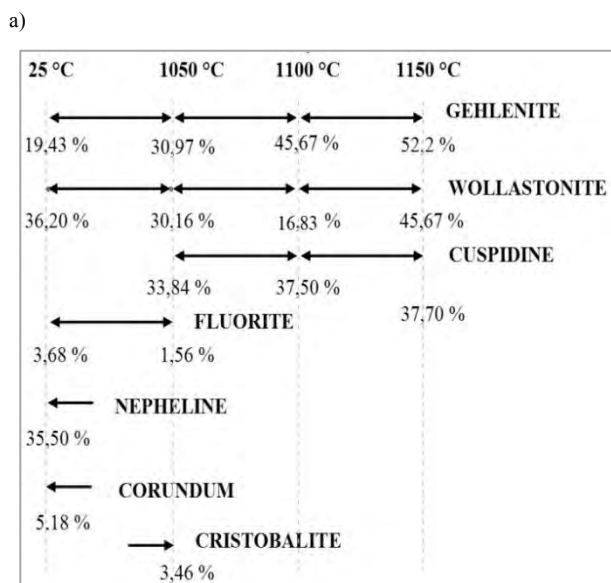
Závislost povrchového napětí na obsahu  $CaO$  a bazicitě systému A pro různé teploty prezentuje obr. 2. Bazicitu byla vypočítána základním podílovým kritériem  $V = (hm. \% CaO / (hm. \% SiO_2))$



Obr. 2 Závislost povrchového napětí na chemickém složení systému A: a) závislost na obsahu CaO (hm. %), b) závislosti na bazicitě

Fig. 2 Dependence of surface tension on the chemical composition of the system A: a) dependence on the content of CaO (wt. %), b) dependence on the basicity

Fázová složení výchozího systému A a systému s přidavkem 6 hm. % CaO jsou uvedena na obr. 3. K přípravě vzorku byla použita originální metoda pomocí šokového chlazení taveniny v kapalném dusíku.



Obr. 3 Fázové složení systému A:

a) výchozí stav, b) přidavek 6 hm. % CaO

Fig. 3 Phase composition of the system A:

a) starting state, b) addition of the 6 wt. % CaO

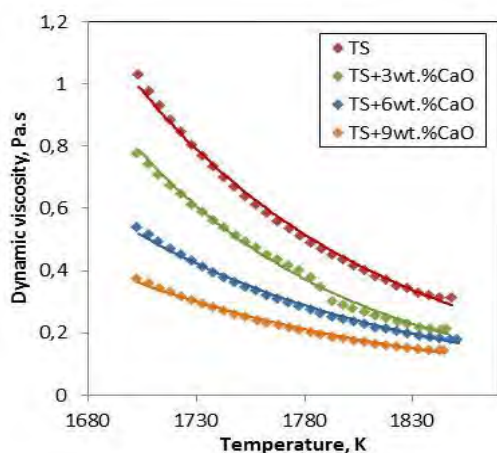
Vlastní rtg-fázové analýzy pak proběhly na plně automatizovaném difraktometru URD-6 (Rich. Seifert-FPM, SRN) za podmínek: záření CoK $\alpha$ /Ni filtr, napětí 40kV, intenzita proudu 35 mA, krokový režim s krokem 0.05° 2 $\theta$  s časem jednoho kroku 3 s a s digitálním zpracováním výsledných dat. Jak pro měření, tak i pro vyhodnocování byl použit firemní program RayfleX (RayfleX ScanX a RayfleX Analyze, verze 2.289). Pro kvalitativní vyhodnocení byla dále použita databáze difrakčních dat PDF-2, verze 2001 (International Centre for Diffraction Data, Pensylvania, USA). Pro semikvantitativní analýzu byl použit program RayfleX Autoquan verze 2.6.

## Systém B

U systému B byl zkoumán vliv vnitřní struktury na hodnoty viskozit v závislosti na teplotě a chemickém složení. Experiment byl proveden na vysokoteplotním viskozimetru firmy Anton Paar Rheoplus. Toto zařízení je schopno určovat viskozitu tavenin s vysokou přesností v rotačním i vibračním modu do teplot 1 600 °C. Měřicí rozsah spojený s velkou variabilitou teplotních režimů je výrobcem deklarován v rozmezí 0.1  $\mu$ Nm – 200 mNm. Experiment byl proveden v grafitovém kelímku s grafitovým vřetenem během ohřevu i ochlazení oxidické taveniny.

Systém byl temperován na teplotu 1400 °C, na které byl udržován po dobu 1 hod. pro zajištění teplotní homogeneity. Následně bylo přistoupeno k sestavování tokových křivek a dalšímu temperování systému. Rychlost ohřevu během experimentu byla zvolena 2,2 °C·min<sup>-1</sup> až do dosažení maximální požadované teploty 1 600 °C. Pro ochlazení zpět na teplotu 1 400 °C byla zvolena rychlost 3,3 °C·min<sup>-1</sup>. Poté byl experiment ukončen.

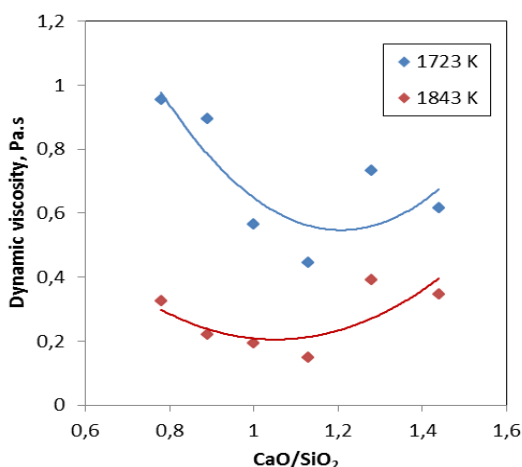
Proto byla tato koncentrační oblast blíže zkoumána a byla vytvořena doplňková koncentrační řada pro přesnější zmapování této koncentrační oblasti – obsah CaO byl zvyšován po jednom procentu, a jednotlivé navážky tak činily k původní soustavě B + 9, 10, 11 a 12 hm. % CaO. U vzorků B + 9 hm. % CaO a B + 11 hm. % CaO byla provedena rtg-difrakční fázová analýza při 1 450 °C stejným způsobem, jako u systému A. Oba vzorky vykazovaly zcela amorfní charakter. Z tohoto důvodu bylo od rtg-difrakčních fázových analýz u ostatních vzorků této koncentrační řady upuštěno. Současně nebylo možno provádět rtg-difrakční fázové analýzy pro fázi likvidu při nižších teplotách z důvodu navýšení teplot tání ternárního systému vlivem absence doprovodných příměsí.



Obr. 4 Závislost viskozit na teplotě (vzorek B)

Fig. 4 Dependence of viscosity on temperature (system B)

Získané hodnoty viskozit pro koncentrační řadu vytvořenou postupným zvyšováním koncentrace CaO v systému B předkládá obr. 4 a 5 (TS v obrázku označuje „ternární systém“). Z obou obrázků je patrné, že ke změně trendu v průběhu hodnot viskozit v závislosti na chemickém složení dochází mezi přidávkou 9 a 12 hm. % CaO (odpovídá poměru CaO/SiO<sub>2</sub> cca 1 – 1,2).

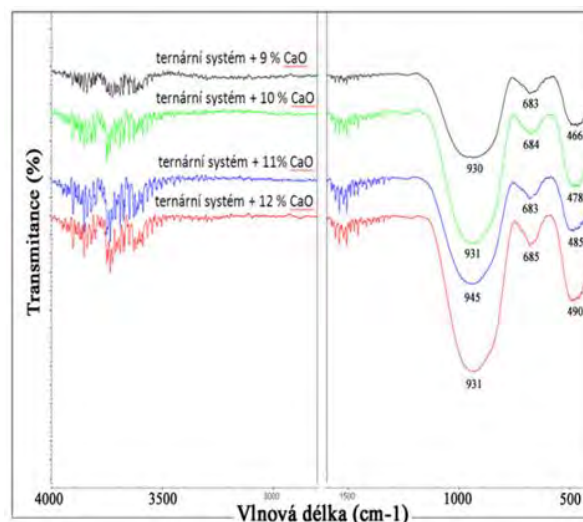


Obr. 5 Závislost viskozit na teplotě a chemickém složení soustavy B

Fig. 5 Dependence of viscosity on temperature and chemical composition of the system B

V poslední fázi experimentů byly pro doplňkovou koncentrační řadu provedeny analýzy infračervenou spektroskopii s Fourierovou transformací (FTIR). Výsledky jsou prezentovány na obr. 6.

Infračervená (IČ) spektroskopická analýza práškových vzorků byla provedena na přístroji Thermo Nicolet 6700 pracujícím ve střední oblasti infračerveného záření (4 000 – 400 cm<sup>-1</sup>). IČ spektrum analyzovaného vzorku bylo získáno použitím diamantového jednoobrazového ATR nástavce, při 32 skenech s rozlišením 4 cm<sup>-1</sup>.



Obr. 6 FTIR analýzy koncentrační řady ternárního systému B s přidávkou CaO po 1 hm. %

Fig. 6 FTIR analysis of concentration series of the ternary system B, with addition of CaO in 1 wt. %

## Diskuse a závěr

Povrchové napětí výchozího systému A stoupá s teplotou až cca do 1 260 °C a pak postupně klesá až do ukončení experimentu (obr. 1). Tento trend poměrně přesně koresponduje se zániky (popř. precipitacemi) jednotlivých fází během ohřevu (obr. 3). Je tedy zřejmé, že zánik jednotlivých fází je doprovázen zvyšováním povrchového napětí. Nad teplotou 1 300 °C jsou již všechny vzorky koncentrační řady A amorfní a pokles povrchového napětí je spojen se zvyšováním kinetické energie částic taveniny. Nejdéle jsou ze všech fází přítomné wollastonit, gehlenit a cuspidin, které jsou detekovány ve vzorku ve výchozím stavu a během teplotní zátěže ještě při teplotě 1 150 °C. Současně při teplotní zátěži nedochází jen k zániku jednotlivých fází (fluoritu a nephelinu), ale také k precipitaci fází nových. Při teplotě 1050 °C tak precipituje cuspidin a cristobalit, které následně opět zanikají.

Opět, stejně jako u výchozího systému, byl u systému s navýšeným obsahem CaO 6 hm. % detekován v širokém teplotním rozmezí wollastonit. Změna nastává ve výskytu gehlenitu, který zaniká až při vyšších teplotách. Obdobně opět dochází k vymizení nephelinu při teplotě 1050 °C a současně k precipitacím cristobalitu. S narůstajícím obsahem CaO v systému A

dochází obecně k posunu zániku některých fází k vyšším teplotám. Jedná se zejména o fáze wollastonitu, gehlenitu a cuspidinu. Spodní teplotní mez zániku a precipitace jednotlivých fází ovšem zůstávají zachovány, a oblast přechodu systému ze stavu solidu do stavu likvidu se tak rozšiřuje.

Z obr. 3a, b je zřejmé, že zvětšování koncentrace CaO v systému A obecně vede k navyšování hodnot povrchového napětí při všech teplotách. Na obr. 2 jsou však prezentovány izotermy až od 1 300 °C, kdy byl vzorek již zcela amorfní a nárůst povrchového napětí s koncentrací CaO koresponduje s jeho modifikačním účinkem na síťové křemičitanové struktury. Izotermy při nižších teplotách neposkytovaly jednoznačné a reprodukovatelné výsledky a nejsou zde z tohoto důvodu prezentovány.

Výzkumem viskozit systému B byly získány očekávané trendy poklesu viskozit s narůstající teplotou u všech členů koncentrační řady (obr. 4). Současně ale dochází s navyšováním poměru CaO/SiO<sub>2</sub> k vytvoření lokálního minima v izotermách prezentujících závislost tohoto poměru na hodnotách viskozit (obr. 5). Toto minimum se nachází v oblastech poměru CaO/SiO<sub>2</sub> = 1,1 až 1,2, což odpovídá navýšení obsahu CaO vůči původnímu systému o cca 10 – 11 hm. %. Pro predikaci tohoto jevu bylo nejdříve přistoupeno k rtg-difrakční fázové analýze vybraných systémů koncentrační řady. Vliv fázového složení se ovšem na příslušných pochodech nepodílí a vzorky jsou z tohoto pohledu zcela amorfní.

Z obecně přijímaných teorií o strukturách tavenin [17, 18] lze vyvozovat, že se na tvorbě příslušného lokálního minima podílejí dva efekty: Při nižších koncentracích CaO se jeho navyšováním projevují modifikačními účinky na křemičitanových řetězcích, a dochází tedy k poklesu viskozity. Při určité kritické koncentraci CaO již defragmentace určitého typu křemičitanů dosáhla té míry, že další navyšování CaO není z tohoto pohledu rozhodující a začíná se projevovat parciální hodnota viskozity CaO, což dále vede k jejímu zvyšování v rámci zkoumaného systému.

Pro potvrzení této teorie byla provedena FTIR analýza (obr. 6). Nejvyššímu stupni zesílení v rámci křemičitanové taveniny by odpovídal IČ pás 1 100 cm<sup>-1</sup>. Je patrné, že s navyšováním obsahu CaO dochází zejména u zeleného a červeného spektra (tedy spektra odpovídajícímu navážce 10 a 12 hm. % CaO) od pásu 900 cm<sup>-1</sup> k nižším vlnovým, což by nasvědčovalo prodlužování, popřípadě rozrušování křemičitanových vazeb. Pás 680 – 750 cm<sup>-1</sup> naznačuje existenci hlinitanových iontů typu [AlO<sub>4</sub><sup>5-</sup>], které jsou detekovatelné u všech navážek CaO. Pás 460 – 470 cm<sup>-1</sup> nebyl identifikován.

Teorie o protichůdném působení CaO na hodnoty viskozit je dále podpořena faktem, že lokální minimum je při nižší teplotě (1 450 °C) podstatně markantnější a je posunuto k vyšším koncentračním poměrům CaO/SiO<sub>2</sub>, než při vyšší teplotě (1 530 °C). Zde se nabízí vysvět-

lení, že při vyšších teplotách již dochází k masivnějšímu rozpadu křemičitanových polymerních struktur vlivem kinetické energie částic a modifikační účinek CaO se projeví dříve a není již tak výrazný.

Získané poznatky lze shrnout následovně:

- Zánik a precipitace jednotlivých fází mají zásadní vliv na hodnoty povrchových napětí studovaných oxidických tavenin.
- Přídavek alkálií rozšiřuje oblast existence jednotlivých fází a vede ke zvyšování povrchového napětí.
- Hodnoty viskozit a povrchových napětí nejsou již při teplotách nad 1 300 °C ovlivněny fázovými transformacemi, taveniny jsou při těchto teplotách již zcela amorfní.
- FTIR analýzy nepřímo ukazují na vliv modifikačních účinků alkálií při vyšších teplotách, což se projevuje anomáliemi v průbězích závislosti viskozit na chemickém složení vybraných tavenin.

#### Acknowledgment

*This paper was created in the Project No. LO1203 "Regional Materials Science and Technology Centre - Feasibility Program" funded by Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic.*

#### Literatura

- [1] TANAKA, T., HANAO, M., KAWAMOTO, M., TAKATANI, K. *ISIJ International*, 47 (2007) 7, 935–939
- [2] DUDEK, R., DOBROVSKÝ E., DOBROVSKÁ, J. *Metallurgija*, 48 (2009) 4, 239–242
- [3] SUN, H., NAKASHIMA, K., MORI, K. *ISIJ International*, 46 (2006) 3, 407–412
- [4] KIM, J. et al. *ISIJ International*, 44 (2004) 8, 1291–1297
- [5] SOCHA, L., et al. In *Metal 2011: Proceedings of the 20<sup>th</sup> International Metallurgical and Materials Conference*, Brno, Czech Republic, 2011. s. 163–169
- [6] NAKAMOTO, M., et al. *ISIJ International*, 47 (2007) 1, 38–43
- [7] TANAKA, T., KITAMURA, T., BACK, A. *ISIJ International*, 46 (2006) 3, 400–406
- [8] Chou, K. Ch., Zhong, X., Xu, K. *Metall. Mater. Trans. B*, 35 (2004) 4, 715–720
- [9] RIETMEIJER, F. J. M., NUTH, J. A. *Journal of Nanoparticle Research*, 13 (2011) 8, 3149–3156
- [10] MILANOVA, M., et al. In *Conference on the Structure of Non-Crystalline Materials* (NCM 11), Paris, 2010
- [11] KANA, T., SOB, M., VITEK, V. *Intermetallics*, 19 (2011) 7, 919–926
- [12] DUDEK, R., DOBROVSKÝ E., DOBROVSKÁ, J. *International Journal of Materials Research*, 99 (2008) 12, 1369–1374
- [13] DUDEK, R., et al. In *METAL 2010: 19<sup>th</sup> International Conference on Metallurgy and Materials: Rožnov pod Radhoštěm*, Czech Republic, 2010, pp. 138–143
- [14] VITÁSKOVÁ, S., DUDEK, R., DOBROVSKÁ, J. In *METAL 2010: 19<sup>th</sup> International Conference on Metallurgy and Materials: Rožnov pod Radhoštěm*, Czech Republic. 2010, pp. 130–137
- [15] SMETANA, B., et al. *Metallurgija*, 51 (2012) 1, 121–124
- [16] ROSYPALOVÁ, S., ŘEHÁČKOVÁ, L., DUDEK, R., et al. In *METAL 2013: 22<sup>th</sup> International Conference on Metallurgy and Materials: conference proceedings*, Brno, Czech Republic. 2013

[17] LEE, Y.S., et al. In VII International Conference on molten slags fluxes and salts, *The South African Institute of mining and metallurgy*, (2004), 225–230

[18] MACHIN, J.S., YEE, T.B., HANNA, D.C. *Journal of the American Ceramic Society*, 35 (1952), 322–25

## Materiálové trendy: nově vynalezená stará ocel

*MM Maschinenmarkt*

17.08.2015

Lehký, lehčí, nejlehčí, to je dnešní devíza v automobilním průmyslu. Přitom ale nesmí utrpět bezpečnost cestujících a chodců. Ocel jako materiál v autě není dnes zrovna synonymem pro výraz „lehký“. Této výzvě se dnes vystavují výrobci oceli a vyrábí ocel nejrůznějšími způsoby jako materiál pro lehké konstrukce. Vysokopevné oceli, ocelové hybridy, kovová pěna – ocel v sobě skrývá ještě velký potenciál. Zatím ovšem žádná křišťálová koule, ani kávová sedlina nevyovídá nic o tom, jak bude vypadat budoucnost. Jisté je jen to, že cesta automobilního průmyslu jde směrem k lehkým konstrukcím. Přesto se s největší pravděpodobností auta ani v budoucnu bez oceli neobejdou. Jak tedy mohou výrobci oceli jako dodavatelé automobilního průmyslu podpořit stavitele aut? Jak vypadají materiálové trendy do budoucna? Do roku 2020 musí výrobci aut snížit průměrné emise kysličníku uhličitého na 95 g/km, dnes je ještě povoleno 130 g/km. Aby se tohoto cíle dosáhlo, musí být podstatně zlepšena váha a celková výkonnost vozidel. O půl litru menší spotřeba sníží emise CO<sub>2</sub> o 12 g/km. S odstupem nejdůležitější prvek ke snížení spotřeby je ovšem pohon, pak přichází na řadu snížení hmotnosti. ThyssenKrupp Steel Europe se zabývá hybridními materiály – Litecor spojuje pevnost oceli s nízkou hmotností plastu a byl vyvinut především pro karoserie. Jinou alternativou jsou vysokopevné oceli. Vzhledem k jejich vynikajícím mechanickým vlastnostem při současně vysoké pevnosti umožňuje vysokopevná ušlechtilá ocel konstruktérům různá konstrukční vylepšení, především u pohybujiících se dynamických součástí (snížování tloušťky stěn, vybrání na místech bez funkce nebo pokročilá geometrie).

## Ocel ještě nepatří do starého železa

*Eurosaar*

18.08.2015

Sársko je vedoucí průmyslová spolková země a chce taková i zůstat. Přitom hraje ocelářský průmysl velmi důležitou roli. Vrcholná schůzka představitelů ocelářského průmyslu v Saarbrückenu měla zhodnotit možnosti perspektivy sárských hutí. Vedoucí ocelářské podniky v Sársku – Saarstahl AG, Dillinger Hütte a Völklinger Schmiede – nejsou totiž zcela bez problémů. Řečníci neskrývali, že osud evropských, respektive německých hutních závodů závisí v neposlední řadě na bruselské resp. berlínské politice. Hans Jürgen Kerkhoff varoval především před dodatečnými náklady pro hutě v Německu a v Evropě, danými hlavně klimatickou politikou. Ptal se, jaký má smysl přísnými normami vyhánět hutě z Evropy, když se jinde, kde nejsou tak přísné předpisy, postaví znovu.

## Čína rozvíjí trh se surovinami

*Stuttgarter Zeitung*

17.08.2015

Od té doby, co konjunkturální motor v Číně neběží, jak má, třeba kvůli problémům ve stavebnictví, potřebuje země méně oceli, vysvětluje mluvčí Hospodářského sdružení Ocel (WV Stahl) v Düsseldorfu. Přebytková ocel končí mimo jiné v Evropě. V uplynulých letech importy stále vzrůstaly, např. dovozy válcované oceli v prvním pololetí 2015 o 28 %. Válcovaná ocel znamená plechy, dráty a nosníky; zjednodušeně řečeno jde o dále zpracovanou surovou ocel. Kolik z dovozu končí v Německu, není úplně jasné, protože čínská ocel přichází přes Rotterdam. Tam je zachycena do statistiky, další cesty jsou již vnitroeurospským obchodem. Že je ovšem značná část určená pro Německo, je jasné. Německý trh tvoří 30 % celoevropského trhu. Očekává se, že oceli z Číny však přijde ještě víc. Přebytkové kapacity má však nejen Čína, přebytkové kapacity v Evropě pokrývají zdejší trh ze 115 %. Čína také není jediná země, která podporuje své oceláře. Velký příklad nacházíme i v Evropě – např. ocelárnu Ilva v Itálii, která je naprosto nerentabilní a je využita jen asi z 50 %.

## Calculation of Surface Tension of Real Steel Grades at 1 550 °C

### Výpočet povrchového napětí reálných jakostí ocelí při teplotě 1 550 °C

Mgr. Aleš Kalup; doc. Ing. Lenka Řeháčková, Ph.D.; Ing. Simona Zlá, Ph.D.; Ing. Monika Kawuloková, Ph.D.; prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.; doc. Ing. Bedřich Smetana, Ph.D.

VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Katedra fyzikální chemie a teorie technologických pochodů; Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

*Tato práce se zabývá odvozením a ověřením nového termodynamického přístupu pro výpočet povrchového napětí. Tento přístup je založen na využití základních termodynamických vlastností (Gibbsova energie, entropie, objem a další) a byl využit pro výpočet povrchového napětí reálných jakostí ocelí. Teoreticky vypočítané povrchové napětí tří nerezových ocelí bylo porovnáno s experimentálními hodnotami při teplotě 1 550 °C. Porovnáním byla zjištěna velmi dobrá shoda. Největší rozdíl mezi vypočítanou a experimentálně určenou hodnotou povrchového napětí byl 6,32 % (0,093 N·m<sup>-1</sup>).*

*Odvozený termodynamický přístup vyžaduje použití standardu pro určení hodnoty povrchového napětí. Pro ověření funkčnosti tohoto přístupu byly vybrány dva kovové standardy – čisté železo a binární slitina železa a niklu (20 hm. % Ni). Vypočítané hodnoty povrchového napětí získané za použití těchto dvou standardů byly velmi blízké experimentálním hodnotám.*

*Termodynamické vlastnosti (Gibbsova energie, entropie, objem a další), nutné pro vlastní výpočet povrchového napětí, byly získány pomocí termodynamického programu Thermo-Calc 4.1. Z dostupných databází v programu Thermo-Calc byla zvolena TCFE7 databáze (Thermo-Calc Fe-based alloys) určená pro slitiny s obsahem železa alespoň 50 %.*

*Vzhledem k velmi dobré shodě mezi vypočítanými a naměřenými hodnotami při teplotě 1 550 °C byl dále testován teoretický průběh závislosti vypočítaných hodnot povrchového napětí na teplotě. Při testování v úzkém intervalu teplot (1 540 – 1 560 °C) byla závislost spojitá, pouze u jedné jakosti oceli byla zjištěna drobná nespojitost způsobená změnou látkového množství (změna skupenství stopové fáze).*

**Klíčová slova:** povrchové napětí; ocel; Thermo-Calc; termodynamické vlastnosti

*In the presented work, new thermodynamic approach based on basic thermodynamics was used for calculation of the surface tension of steel. Surface tension was calculated for three steel grades and calculated values were compared with experimental values at 1 550 °C. It is necessary to use standard for this thermodynamic approach, so two standards (pure iron and binary iron-nickel alloy) were used for testing of the approach.*

*All necessary thermodynamic properties (i.e. Gibbs energy, entropy, volume) were calculated using Thermo-Calc4.1 software with TCFE7 (Thermo-Calc Fe-based alloys) database. Very good agreement was observed between the calculated and measured values of surface tension, the biggest difference was 6.32% (0.093 N·m<sup>-1</sup>). Both standards give similar results.*

**Keywords:** surface tension; steel; Thermo-Calc; thermodynamic properties

The surface properties of liquids and melts have attracted much more interest of both physicist and metallurgists from the long past till the present days because of their either scientific or technological importance [1–6]. During the soldering, brazing, sintering and dying, the knowledge of surface properties of the liquid state is required. There is although large number of methods for determination of the surface properties of liquids, such as surface tension, those suitable for liquid metals are limited by their chemical reactivity and high melting points [7].

In the past, many models were derived for calculation of the surface tension [8]. Butler equation [9] is the most commonly used model for surface tension calculations, another commonly used models are Kohler model [10], Toop model [11] and Chou model [12]. In contrast to the models mentioned above, input data for our proposed approach are thermodynamic properties of the sample and experimental surface tension of standard. Input thermodynamic properties, such as Gibbs energy [13], can be obtained experimentally [14], or these properties can be obtained using specific software.

In this work, all required thermodynamic properties were calculated using Thermo-Calc 4.0 with TCFE7 database.

## Surface tension model

Surface tension is thermodynamically defined using the partial derivative of the Gibbs energy (1) [15]:

$$\sigma = \left( \frac{\partial G}{\partial A} \right)_{T,p,n} \quad (1)$$

where  $\sigma$  ( $\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$ ) is surface tension,  $G$  (J) is Gibbs energy,  $A$  ( $\text{m}^2$ ) is surface,  $T$  (K) is thermodynamic temperature,  $p$  (Pa) is pressure and  $n$  (mol) is amount of substances. As it is not possible to maintain a constant temperature, it is necessary to express Gibbs energy by the first and second laws of thermodynamics (2) – (5):

$$dG = dU - d(TS) + d(p \cdot V) \quad (2)$$

$$dU = T \cdot dS + dW \quad (3)$$

$$dW = -p \cdot dV + \sigma \cdot dA \quad (4)$$

where  $U$  (J) is internal energy,  $S$  ( $\text{J}\cdot\text{K}^{-1}$ ) is entropy and  $W$  (J) is work. By combining the equations (1) – (4) it is possible to obtain final equation (5) for calculation of surface tension:

$$\sigma_{(calc)} = \left( \frac{\partial G}{\partial A} + S \frac{\partial T}{\partial A} - V \frac{\partial p}{\partial A} \right)_n \quad (5)$$

Equation (5) is derived for a constant amount of substances, so it can be used only for fully melted materials (above the temperature of liquidus), where it is possible to assume minimal (if any) changes in phase composition (see end of the chapter Results and discussion).

## Calculations

All thermodynamic properties from equation (5), namely Gibbs energy, entropy, thermodynamic temperature, volume and pressure, were calculated using Thermo-Calc 4.0 [16] with TCFE7 (Thermo-Calc Fe-based alloys) database [17].

The only one quantity that must be obtained by another way is the surface of the system. Material tends to minimize its surface (more precisely, the surface energy) with a given volume. Sphere has the smallest surface with a given volume, so this shape can be used for computing the surface from its volume (6):

$$A = (36\pi)^{\frac{1}{3}} \cdot V^{\frac{2}{3}} \quad (6)$$

During experiments, many factors (i.e. wettability [18], effect of inert atmosphere) act to on the sample, so the sample has a shape different from ideal sphere. These effects cannot be described by mathematical formulas, it is necessary to use the scale factor  $f$ . This factor represents the ratio between the calculated values and experimental values of the surface tension (7) of standard:

$$f = \frac{\sigma_{(calc, std)}}{\sigma_{(exp, std)}} \quad (7)$$

where  $\sigma_{(calc, std)}$  ( $\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$ ) is surface tension of the standard, calculated using the equation (5), and  $\sigma_{(exp, std)}$  ( $\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$ ) is the experimentally measured surface tension. Surface tension of the sample is then recalculated according to the equation (8):

$$\sigma_{(result, f)} = \frac{\sigma_{(calc, sample)}}{f} \quad (8)$$

where  $\sigma_{(calc, sample)}$  ( $\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$ ) is surface tension of the sample, calculated using the equation (5),  $f$  is scale factor from equation (7), and  $\sigma_{(result, f)}$  ( $\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$ ) is the resulting value of surface tension of the sample.

## Results and discussion

Three industrial-grade stainless steels (samples 1-3) and two standards (pure iron and Fe-20 wt. % Ni alloy) were used to validate the suggested approach. Chemical composition of the samples is given in Tab. 1.

Tab. 1 Chemical composition of steel samples (wt. %)

Tab. 1 Chemické složení ocelí (hm. %)

Sample	C	Cr	Ni	S
1	0.067	18.24	8.15	0.002
2	0.056	18.28	8.20	0.009
3	0.045	16.49	0.30	0.003
Sample	Mn	Al	O	Fe
1	1.77	0.001	0.0057	bal.
2	1.80	0.001	0.0090	bal.
3	0.48	0.001	0.0164	bal.

Experimental values of surface tension at 1 550 °C were obtained from literature [19] for both standards and also for all three steel samples. Experimental values of the surface tension of both standards are given in Tab. 2.

Tab. 2 Surface tension of standards at 1 550 °C ( $\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$ )

Tab. 2 Povrchové napětí standardů při 1 550 °C ( $\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$ )

Standard	$\sigma_{(exp)}$
Fe	1.670
Fe-20 wt. % Ni	1.489

All needed thermodynamic properties of standards and samples were calculated using Thermo-Calc software with TCFE7 database. This software allows calculations only in the equilibrium state and it also allows adding and excluding phases into and from these calculations. In this paper, the only default setting with no changes in phase addition or exclusion was used (the “black box” mode) [20].

Surface tension for both standards was calculated and scale factors were obtained. These scale factors were used for calculation of surface tension of the presented steels, and obtained values of surface tension are given in Tab. 3. Values  $\sigma_{(Fe)}$  were obtained with use of the  $f_{Fe}$  (pure iron as a standard), values  $\sigma_{(Fe20Ni)}$  were obtained with use of the  $f_{Fe20Ni}$  (Fe-20 wt. % Ni alloy as

a standard). Experimental values of surface tension of the samples  $\sigma_{(exp)}$  are given in Tab. 3.

Tab. 3 Surface tension of steel samples at 1 550 °C ( $N \cdot m^{-1}$ )

Tab.3 Povrchové napětí ocelí při 1 550 °C ( $N \cdot m^{-1}$ )

No	$\sigma_{(exp)}$	$\sigma_{(result)}$	
		$\sigma_{(Fe)}$	$\sigma_{(Fe20Ni)}$
1	1.354	1.265	1.296
2	1.320	1.342	1.376
3	1.472	1.526	1.565

Surface tension calculated with iron as a standard are always lower than values calculated with Fe-20 wt. % Ni alloy as a standard. For the sample 1, calculated surface tension is lower than experimentally measured surface tension. For the samples 2 and 3, the surface tensions calculated with iron as a standard are closer to experimental values than the surface tensions calculated with Fe-20 wt. % Ni alloy as a standard.

Calculated values of surface tension are in very good agreement with experimental results the temperature 1 550 °C. The difference between measured and calculated surface tension is always below  $0.1 N \cdot m^{-1}$ . The highest difference ( $0.093 N \cdot m^{-1}$ ; standard deviation is 6.32 %) has the sample 3 with the Fe-20 wt. % Ni alloy as a standard, the lowest difference ( $0.022 N \cdot m^{-1}$ ; standard deviation is 1.67 %) has the sample 2 with pure iron as a standard.

Relatively small difference between measured and calculated values of surface tension may be caused by chemical composition of samples (trace amounts of elements have not been determined). Experiments are always in non-equilibrium, but Thermo-Calc allows calculation only in equilibrium-state and this also may affect the results.

Correlation between calculated ( $\sigma_{(result)}$ ) and experimental ( $\sigma_{(exp)}$ ) values of surface tension at 1 550 °C is given in Fig. 1 for both standards (pure iron and Fe-20 wt. % Ni alloy).

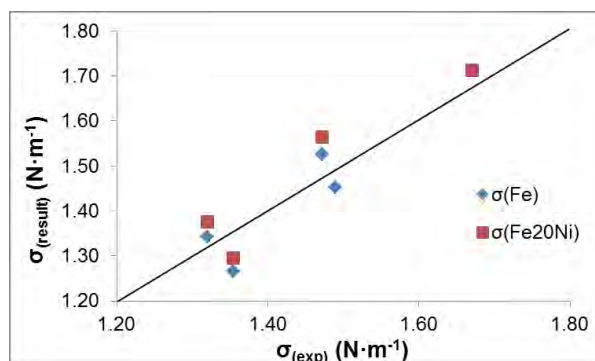


Fig. 1 Correlation between the calculated ( $\sigma_{(result)}$ ) and experimental ( $\sigma_{(exp)}$ ) values of surface tension at 1 550 °C

Obr. 1 Korelace mezi vypočítanými ( $\sigma_{(result)}$ ) a experimentálními ( $\sigma_{(exp)}$ ) hodnotami povrchového napětí při teplotě 1 550 °C

Temperature dependence of surface tension is always continuous, so this approach has to respect it. For this

reason, temperature dependence of surface tension was calculated from 1 540 °C to 1 560 °C (Fig. 2 and 3).

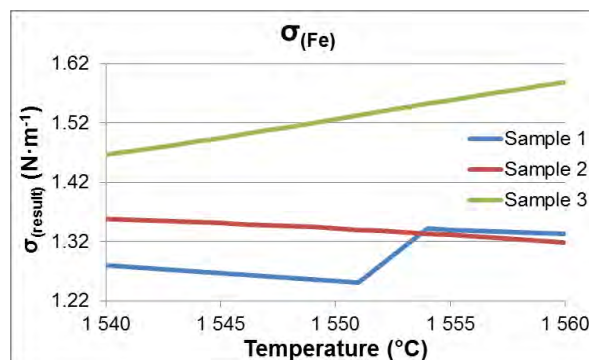


Fig. 2 Calculated temperature dependence of surface tension according to the new approach (pure iron as standard)

Obr. 2 Vypočítaná teplotní závislost povrchového napětí získaná pomocí nového přístupu (čistě železo jako standard)

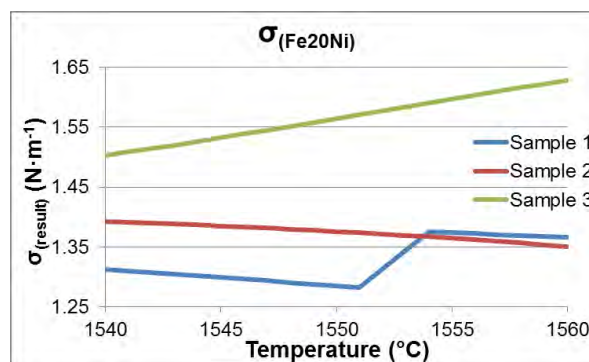


Fig. 3 Calculated temperature dependence of surface tension according to the new approach (Fe-20 wt. Ni alloy as standard)

Obr. 3 Vypočítaná teplotní závislost povrchového napětí získaná pomocí nového přístupu (binární slitina železa s niklem jako standard)

Samples 2 and 3 have continuous temperature dependence of calculated surface tension. For the sample 1, there is small leap at 1 552 °C. This leap has approximately  $0.09 N \cdot m^{-1}$  for both standards and it is caused by changes in the amount of substances (disappearance of traces of MnS in this case) at this temperature.

Surface tension usually decreases with increasing temperature and temperature dependence of calculated surface tension is decreasing for samples 1 and 2. Sample 3 has increasing temperature dependence of calculated surface tension, what is less common, but also possible [21].

## Conclusions

New thermodynamic approach based on classical thermodynamics for computing of the surface tension was derived and tested using three real steel grades. This approach gives values that are in a very good agreement with the experimentally obtained values of surface tension. Two different materials (pure iron and Fe-20 wt. % Ni alloy) were used as standards and values

calculated according  $f_{Fe}$  and  $f_{Fe20Ni}$  are close to the experimental values.

Because of the use of scale factor in these calculations, the standard has to be measured under the same conditions as the samples. Also, it is highly recommended to use standard with properties similar to the investigated materials.

Temperature dependence of surface tension calculated using new approach is continuous. Calculated values were verified for 1 550 °C. For other temperatures, verification of values will be done soon.

### Acknowledgement

*This paper was created at the Faculty of Metallurgy and Materials Engineering (FMME) within the Project No. LO1203 "Regional Materials Science and Technology Centre - Feasibility Program" funded by the Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic. This work was also supported by two SGS projects (SP2015/88 and SP2015/70).*

### Literature

- [1] FOWLER, R. H. *Proceedings of the Royal Society of London*, A 159 (1937) 229
- [2] KIRKWOOD, J. G., BUFF, F. P. *Journal of Chemical Physics*, 17 (1949) 338
- [3] LANG, N. D., KHON, W. *Physical Review*, B 1 (1970) 4555
- [4] EVANS, R. *Journal of Physics*, C 7 (1974) 2808
- [5] MAHAN G. D. *Physical Review*, B 12 (1975) 5585
- [6] ZYKOVA-TIMAN, T., CERESOLI, D., TARTAGLINO, U., TOSSATI, E. *Physical Review Letters*, 94 (2005) 176105
- [7] KORKMAZ, S. D., KORKMAZ, S. *Applied Surface Science*, 257 (2010), 261–265
- [8] TANAKA, T. *Treatise on Process Metallurgy: Process Phenomena*, 2 (2014), 35–59
- [9] PICHA, R., VŘEŠŤÁL, J., KROUPA, A. *Calphad*, 28 (2004), 141–146
- [10] YAN, L., ZHENG, S., DING, G., XU, G., QIAO, Z. *Calphad*, 31 (2007), 112–119
- [11] PLEVACHUK, Y., SKLYARCHUK, V., GERBETH, G., ECKERT, S., NOVAKOVIC, R. *Surface Science*, 605 (2011), 1034–1042
- [12] ROSYPALOVA S., ŘEHÁČKOVÁ L., DUDEK R., DOBROVSKÁ, J., DOBROVSKÝ, L., ŽALUDOVÁ, M. In *METAL 2013: Proceedings of 22<sup>th</sup> International Metallurgical and Materials Conference*, Brno, Czech Republic. 2013, p. 80–85
- [13] COTES, S., GUILLERMET, A. F., SADE, M. *Materials Science and Engineering*, A273–275 (1999), 503–506
- [14] BANERJEE, A., RAJU, S., DIVAKAR, R., MOHANDAS, E. *Materials Letters*, 59 (2005), 1219–1222
- [15] MEYBODIA, M. K., SHOKROLLAHIB, A., SAFARIB, H., LEEC, M., BAHADORID, A. *Chemical Engineering Research and Design*, 95 (2015), 79–92
- [16] ANDERSSON, J. O., HELANDER, T., HÖGLUND, L., SHI, P. F., SUNDMAN, B. *Calphad*, 26 (2002), 273–312
- [17] *Thermo-Calc Software TCFE7 Steels/Fe-alloys database version 7*, (Accessed 23 Aug 2013)
- [18] TANAKA, T., LEE, J., SCHELLER, P. R. *Treatise on Process Metallurgy: Process Phenomena*, 2 (2014), 61–77
- [19] SHARAN, A., CRAMB, A. W. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 26B (1995), 87–94
- [20] KALUP, A., ŽALUDOVÁ, M., ZLÁ, S., DROZDOVÁ, L., SMETANA, B. In *METAL 2014: 23<sup>rd</sup> International Conference on Metallurgy and Materials*, Conference Proceedings, Brno, Czech Republic. 2014, p. 695–700
- [21] McNALLAN, M. J., DEBROY, T. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 22B (1991) 557–560

---

## ArcelorMittal válcuje obzvlášť široké štetové stěny

*Stahl u. Eisen*

17.08.2015

ArcelorMittal prezentuje novou generaci obzvlášť širokých štetových stěn. Kromě soustavného výzkumu a vývoje úzce spolupracuje se zákazníky na inovativních řešeních pro tyto stěny, aby je bylo možné uvést na trh. Štetové stěny od ArcelorMittal mají dlouhou tradici a jsou již dlouhá desetiletí na trhu. Ocelárna ArcelorMittal v Lucembursku bude vyrábět i novou paletu širokých štetových stěn. Štetové stěny, které sestávají ze 100 % recyklované oceli, jsou tam vyráběny již více než 100 let. Protože výroba moderních štetových stěn vyžaduje prvotřídní výrobní provozy, investoval ArcelorMittal do svého vysoce specializovaného závodu v Belval 35 milionů €. Centrálním prvkem v této investici jsou rovnací zařízení, které umožňují výrobu co nejširších stěn. Od roku 2004 zaznamenává ArcelorMittal stoupající poptávku po štetových stěnách s šířkou větší než 700 mm. Od září 2015 zahájí koncern výrobu nových, výrazně lehčích štetových stěn o šířce až 800 mm.

## Ocelový šrot – ceny opět klesají

*Stahl Aktuell*

17.08.2015

Na důležitém japonském odbytovém trhu se ceny ocelového šrotu nacházejí znovu na sestupném trendu. Podle odhadu švýcarské banky UBS je to tím, že elektroocelárny snižují výrobu, protože v Japonsku výrazně vzrostla cena elektrické energie. Z tohoto důvodu se přednostně provádějí spíše údržbářské práce. Trend by se mohl obrátit v září, kdy se obvykle zlepšuje vytížení provozů po dovolených.

## Physical Modelling of Slag Entrainment in Tundish

### Fyzikální modelování strhávání strusky v mezipánvi

doc. Ing. Karel Gryc, Ph.D.<sup>1</sup>; prof. Ing. Karel Michalek, CSc.<sup>1</sup>; Ing. Ladislav Socha, Ph.D.<sup>1</sup>;  
doc. Ing. Markéta Tkadlečková, Ph.D.<sup>1</sup>; dr hab. inž. Mariola Saternus<sup>2</sup>; dr hab. inž. Jacek Pieprzyca<sup>2</sup>;  
dr inž. Tomasz Merder<sup>2</sup>; Ing. Lukáš Pindor, Ph.D.<sup>3</sup>

<sup>1</sup> VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Metallurgy and Materials Engineering, Department of Metallurgy and Foundry, and Regional Materials Science and Technology Centre, 17. listopadu 15/2172, Ostrava-Poruba, Czech Republic

<sup>2</sup> Silesian University of Technology, Faculty of Materials Engineering and Metallurgy, ul. Krasińskiego 8, Katowice, Poland

<sup>3</sup> Třinecké železářny, a.s., Průmyslová 1000, Třinec-Staré Město, Czech Republic

*This paper deals with the possibilities of using physical modelling to study the slag entrainment in the tundish. A level of steel in the tundish is changing during sequential continuous casting. The most significant decrease in the steel level occurs during exchange of ladles. It is generally known that if the height of steel level in the tundish drops below a certain critical level, it may generate vortexes over the nozzles and as a consequence entrainment of tundish slag into individual casting strands can occur. It is thus necessary to identify the critical level of steel for specific operational conditions. In this paper, the development of physical modelling methodology is described, as well as physical model corresponding to operational continuous casting machine No. 2 in Třinecké železářny, a.s. The obtained results are discussed.*

**Keywords:** *steelmaking; tundish; slag entrainment; vortex; physical modelling*

*Príspevek je zaměřen na možnosti využití fyzikálního modelování při studiu strhávání strusky v mezipánvi. Výška hladiny oceli v mezipánvi se v průběhu sekvence plynulého odlévání oceli mění. K jejímu nejvýznamnějšímu poklesu dochází při výměně lících pánví, kdy je ukončen přísun oceli z jedné lící páneve, zatímco druhá lící pánev s následující tavbou se teprve přemísťuje do lící pozice a připravuje se její otevření. Je všeobecně známo, že pokud výška hladiny oceli v mezipánvi podkročí jistou hranici, začnou se nad jednotlivými výlevkami tvořit víry a dochází ke strhávání mezipánvové strusky. To samozřejmě ohrožuje stabilitu procesu odlévání a může výrazně snížit metalografickou čistotu plynule litych předliték. Pro každý metalurgický podnik provozující zařízení pro plynulé odlévání oceli je tedy nezbytné identifikovat kritickou výšku oceli v mezipánvi pro dané operační podmínky. V předloženém příspěvku je proveden stručný rozbor problematiky strhávání strusky z pohledu využití metody fyzikálního modelování. Byly nalezeny různé přístupy využití systému podobnosti mezi soustavami kov-struska a voda-olej. Froudeho modifikované kritérium bylo v celé řadě předešlých prací použito jako řídicí kritérium. Bylo zjištěno, že nejvyšší kritické výšky hladiny oceli v mezipánvi z pohledu strhávání strusky lze dosáhnout, pokud se použije pouze voda, bez složky simulující strusku. Ostatní varianty, kdy byla struska simulována pomocí různých typů olejů, vykazovaly nižší kritické výšky hladiny oceli. Použité oleje byly vždy homogenní. Avšak v provozních podmínkách je mezipánvová struska heterogenním systémem s proměnlivými klíčovými vlastnostmi, mezi které lze zařadit především hustotu, viskozitu a povrchové napětí. Navíc jsou tyto vlastnosti závislé na teplotě, která není v reálných podmínkách konstantní. Bylo tedy rozhodnuto, že se nebude pracovat s oleji, ale při simulacích bude použita pouze voda. To zaručí, že identifikovaná kritická výška hladiny oceli v mezipánvi nebude nižší než případný provozní stav. Na fyzikálním modelu mezipánve B zařízení plynulého odlévání č. 2 provozovaného v Třineckých železářnách, a.s. (ZPO2), sestaveném v geometrickém měřítku 1:3, byla provedena celá řada experimentů pro dvě lící rychlosti. Froudeho kritérium bylo ve shodě s předešlými publikovanými pracemi uvažováno jako řídicí. Vývoj vířivého proudění byl snímán dvěma kamerami. Pořízené videozáznamy pak byly analyzovány. Byly identifikovány kritické výšky hladiny oceli pro jednotlivé lící proudy a na základě teorie podobnosti byly získané výsledky přepočteny na hmotnosti oceli v reálné provozní mezipánvi.*

**Klíčová slova:** *výroba oceli; mezipánve; strhávání strusky; vířivé proudění; fyzikální modelování*

Continuous casting machine (CCM) is an inseparable part of the technology of steel production in the most modern metallurgical companies. Continuous steel solidification of sequentially cast heats is very important.

The tundish is a technological node ensuring the continuous steel inflow to the mould, also at the time when exchanging of ladles on the stand is done.

The process of ladles exchange must be adjusted in appropriate way: the input of steel from the following heat (from the ladle) must be ensured before emptying the tundish, where the steel from the previous heat is flowing out. Otherwise, there will be interruptions in the continuous casting process.

However, it is not possible to allow decrease of the steel level in the tundish under certain critical limit, even when casting is finishing with the last heat in the sequence. The tundish slag is present on surface of the molten steel in the tundish. It plays the isolating and partly also the refining role. It is also necessary to prevent not only the whole tundish emptying but also the entrainment of the present slag into the individual casting strands. Slag entrainment and steel impurities entering the mould can occur exactly at the decreased critical level of steel in the tundish when vortex is created causing slag entrainment through the nozzle into the mould. It is necessary to identify unequivocally such critical bath level and prevent its decrease and creation of vortexes in the industrial practice.

Physical modelling is commonly used for optimization of the technology of production of steel and nonferrous metals [1 – 6], therefore such modelling can be also used to determinate the critical level of steel bath in the tundish in order to prevent tundish slag from entrainment [7].

Numerous works exist [8 – 17] dealing with the problem of physical modelling of slag entrainment in the metallurgical aggregates. These works mainly focus on setting and adapting the theory of similarity for the case when liquids with various density and viscosity have to simulate steel and slag.

Authors [11] on the basis of experimental results stated that when physical modelling was applied to processes connected with slag entrainment, the ratio of inertia and gravitational forces (Froude criterion, Fr) (1) was more significant than ratio of inertia and viscous forces (Reynolds criterion, Re) (2).

$$Fr = \frac{\omega^2}{g \cdot l} \quad (1)$$

where:  $\omega$  - the speed of flowing liquid;  $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ ,  
 $g$  - gravitational acceleration;  $\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$ ,  
 $l$  - characteristic dimension; m.

$$Re = \frac{\omega \cdot l}{\nu} \quad (2)$$

where:  $\nu$  - kinematic viscosity;  $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ .

Using such models when two immiscible liquids are used for the study of slag entrainment, it is possible to consider the ratio of their densities as significant,

whereas the influence of ratio of kinematic viscosities as negligible [11]. That is why many authors used the modified Froude criterion ( $Fr_{\text{mod}}$ ) as governing for the setting of similarity of flowing between the model and the real system. The original Fr criterion (1) is supplemented by various ratios of densities of the immiscible liquids. Examples of the modified Froude numbers  $Fr_{\text{mod}}$  presented by some authors are given in the following equations (3, 4) [9,18]:

$$Fr_{\text{mod}} = \frac{\omega^2}{g \cdot l} \cdot \frac{\rho_1}{\rho_2} \quad (3)$$

where:  $\rho_1$  - density of lighter liquid;  $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ ,  
 $\rho_2$  - density of heavier liquid;  $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ .

$$Fr_{\text{mod}} = \frac{\omega^2}{g \cdot l} \cdot \frac{\rho_2}{\rho_2 - \rho_1} \quad (4)$$

One of the research stages was to find a system of two liquids with suitable combinations of density, which ensured creation of vortex at the surface level relevant for operational conditions. Following partial results of the works [8 – 16] a trend was found to increase the critical level by application of the lower density liquid.

Critical levels for vortex creation were compared and discussed in the paper [14]. When the paraffin oil was applied, the critical level for vortex creation was at the height of 191 mm, when paraffin oil with low viscosity was used, then the height was 195 mm. Assuming that experiments were realized without the second phase, only in the presence of atmosphere, the critical level of 200 mm for vortex creation was the highest.

Viscosity and density of slag are very variable under real operational conditions in steel plants and they are influenced by a whole range of continuously changing factors. They cannot be generally imitated by using any combination of modelling liquids. Furthermore, it was shown that the highest critical levels were reached when the experiments were realized without the presence of liquids simulating slag. It is really important to determine the lower critical level of surface for the vortex creation in the tundish, so that in the real conditions it would be possible to prevent such situations.

## Experimental methodology

The aim of this work was to determine the critical level of the steel bath for development of vortexes in individual casting strands of tundish at units of continuous casting machine No. 2 (CCM2) located in Třinecké železářny, a. s. Fig. 1 shows configuration of tundishes in the CCM2.

Two tundishes, each with the nominal working weight of 15 tons, are symmetrically placed under the ladle with the nominal steel weight of 180 tons placed in the casting stand. Fig. 1 shows also the arrangement of

shroud and each of eight casting strands (which are symmetrical).

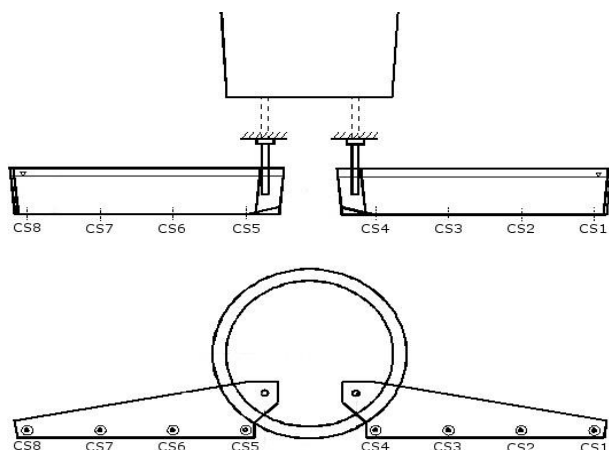


Fig. 1 Configuration of the ladle and tundishes in the CCM2  
Obr. 1 Konfigurace lící pánve a mezipánvi na ZPO2

In 1990, physical model of the tundish B (see Fig. 1 - left side) with casting strands 5 to 8 (CS5 to CS8) was built in the grounds of Třinecké železářny, a. s. This physical model was built in the geometrical scale  $M_1 = 1:3$ . The Froude number  $Fr$  was used as the main criterion, in the form given in the equation (1). The correct setting of the similarity system between the model and the real tundish was confirmed by whole range of operationally verified experimental works focused on study of character of casting in the tundish in order to optimize the range of intermixed zone [19] and the inner arrangement of tundishes [20].

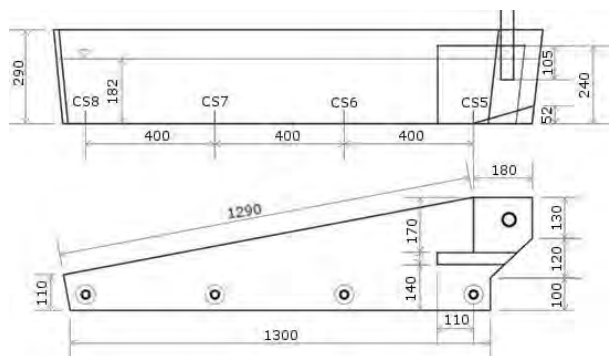


Fig. 2 Scheme of the tundish B in physical model of the CCM2 in the geometrical scale  $M_1 = 1 : 3$

Obr. 2 Schéma mezipánve B fyzikálního modelu ZPO2 v geometrickém měřítku 1 : 3

Thus, for finding the critical level of steel bath for the entrainment of tundish slag it was decided that research will be conducted in this proved model with the current inner arrangement – see Fig. 2.

According to suggestions of the Třinecké železářny, a. s. the simulations were performed for two current operational casting speeds:  $v_1 = 2.1 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$ ;  $v_2 = 2.5 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$ .

The above analysis and our own previous experiments made it possible to limit the studied system to two

phases: water – air. It was established that in this way the relevant critical level of steel bath in the tundish will be determined after recalculation to the conditions of the real tundish. The Froude criterion  $Fr$  (1) was chosen as a governing criterion. So, the real casting speeds:  $2.1$  and  $2.5 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$  were recalculated to  $3.35$  and  $4 \text{ l} \cdot \text{min}^{-1}$  respectively on water model.

An aqueous solution of potassium permanganate ( $\text{KMnO}_4$ ) was used for visualisation of vortex development above the individual nozzles entrances of casting strand. Two cameras were used for simultaneous recording of each experiment. The first one was zoomed in from the side of individual outlet (nozzle entrance), whereas the second one was positioned to record the flow from the top view.

Each experiment starts with filling through shroud the tundish up to the level of  $18.2 \text{ cm}$  ( $12$  tons of steel in real tundish). Then, the inflow was stopped and emptying of tundish starts - like in real conditions during finishing the casting of heat by defined outflow ( $3.35 \text{ l} \cdot \text{min}^{-1}$ ,  $4 \text{ l} \cdot \text{min}^{-1}$ ).

## Results and discussion

Based on such methodology, series of 24 experiments were carried out. For each cast strand and outflow rate, three experiments were realised and recorded by two cameras as mentioned earlier. The records were analysed and five typical stages of vortex development were observed on each casting strand, see Fig. 3-7.

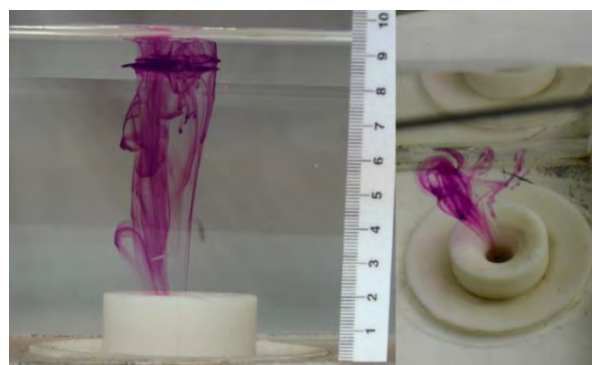


Fig. 3 Start of flow rotation around the CS8;  $4 \text{ l} \cdot \text{min}^{-1}$  outflow  
Obr. 3 Počátek rotace proudu v okolí lícího proudu 8; výtok  $4 \text{ l} \cdot \text{min}^{-1}$

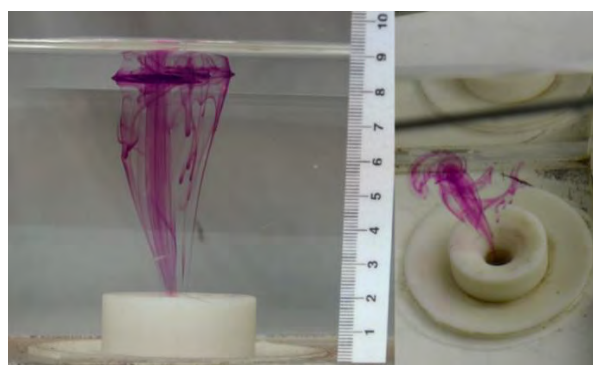


Fig. 4 Start of vortex flow at the CS8;  $4 \text{ l} \cdot \text{min}^{-1}$  outflow  
Obr. 4 Začátek vířivého proudění u lícího proudu 8; výtok  $4 \text{ l} \cdot \text{min}^{-1}$

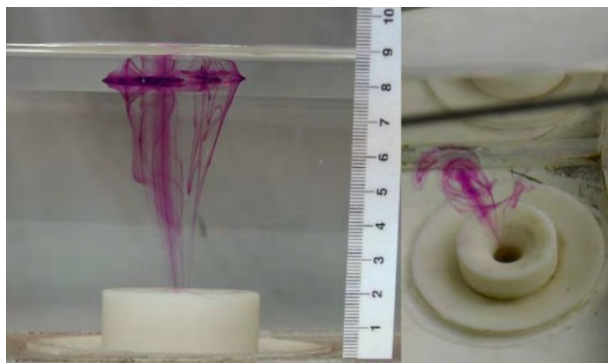


Fig. 5 Fully developed vortex at the CS8; 4 l·min<sup>-1</sup> outflow  
Obr. 5 Plně vyvinutý vír u licího proudu 8; výtok 4 l·min<sup>-1</sup>

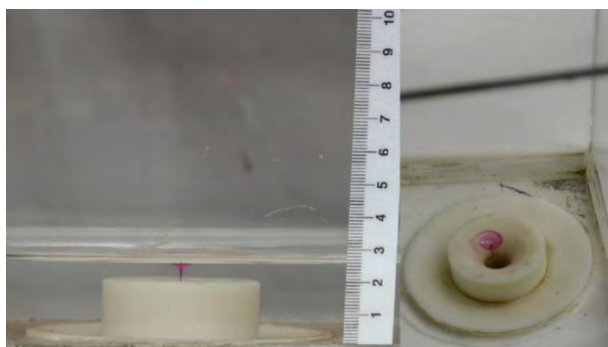


Fig. 6 Depression of bath level above the CS8; 4 l·min<sup>-1</sup> outflow  
Obr. 6 Důlek na hladině lázně nad licím proudem 8; výtok 4 l·min<sup>-1</sup>

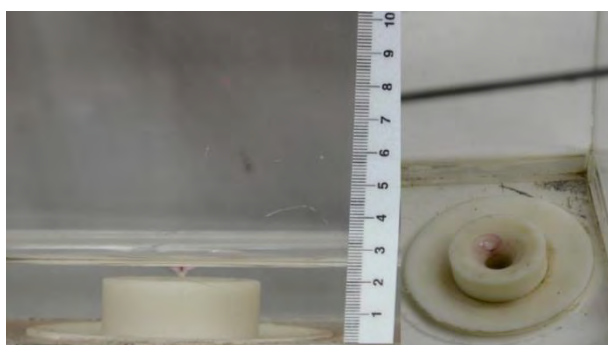


Fig. 7 Air entrainment into the CS8; 4 l·min<sup>-1</sup> outflow  
Obr. 7 Strhávání vzduchu do licího proudu 8; výtok 4 l·min<sup>-1</sup>

On the basis of identified stages of tundish emptying, all records were analysed and level heights for each defined stage were recorded. The bath levels for all above identified moments connected with progress of vortex flow were recalculated to real mass of steel in the tundish. Mean values of individual experiments are summarized for both studied casting speeds in Fig. 8 and Fig. 9.

It is evident that the first three stages of vortex flow occur relatively immediately one after another for both casting speeds. For slower casting speed the rotation and vortex flow start and develop on the similar level at individual casting strands. If higher casting speed was simulated (2.5 m·min<sup>-1</sup>), rather big differences were observed between individual casting strands. It looks that flow field in the tundish is not uniform. The outlets through CS6 and CS8 are more sensitive to rotation and vortex flow than other ones.

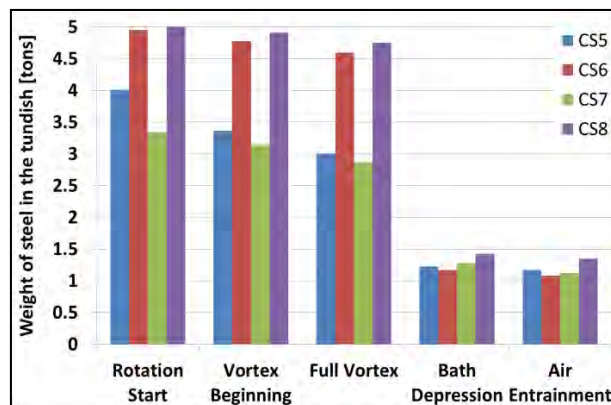


Fig. 8 Comparison of vortex flow progress in individual casting strands for 2.1 m·min<sup>-1</sup> casting speed

Obr. 8 Porovnání vývoje vířivého proudění na jednotlivých licích proudech při rychlosti liti 2,1 m·min<sup>-1</sup>

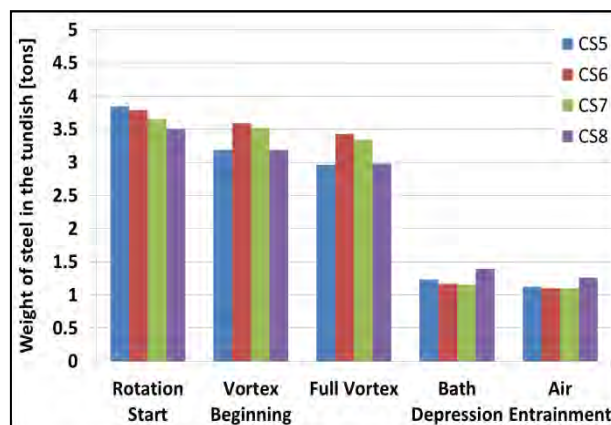


Fig. 9 Comparison of vortex flow progress in individual casting strands for 2.5 m·min<sup>-1</sup> casting speed

Obr. 9 Porovnání vývoje vířivého proudění na jednotlivých licích proudech při rychlosti liti 2,5 m·min<sup>-1</sup>

The last two stages connected with final steel drain into the casting strands appear at very low steel level in the tundish and also immediately each after another.

It was assumed that the risk of slag entrainment in the real tundish conditions was observed when the rotation lead to the vortex beginning. Table 1 summarized the critical weight of steel remaining in the tundish when vortex begins.

Tab. 1 Critical weight of steel remaining in the tundish

Tab. 1 Kritická hmotnost zbytkové oceli v mezipánvi

Casting Speed (m·min <sup>-1</sup> )	Casting Strand No.	Steel Mass in Tundish (tons)
2.1	5	3.2
	6	3.6
	7	3.5
	8	3.2
2.5	5	3.4
	6	4.8
	7	2.9
	8	4.9

When the  $2.1 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$  casting speed was simulated, the critical weight of steel remaining in the tundish during its emptying was very similar for all four CS (from 3.2 to 3.6 tons). When higher casting speed ( $2.5 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$ ) was applied, critical steel level for CS5 was comparable with that during experiments with slower casting speed. Moreover, the critical steel level for CS7 (2.9 tons) was the lowest of all. On the other hand, the highest critical bath levels were found above CS6 and CS8 (4.8; 4.9 tons respectively).

The higher variability of critical bath levels of steel remaining in the tundish during its emptying determined that the higher physically modelled casting speed ( $2.5 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$ ) was connected with more intensive outflow - this lead to more non-uniform steel flow in the tundish volume. Generally speaking, higher critical bath levels for higher casting speed are in accordance with the general assumption.

It was found that during process of continuous casting of steel on the CCM2 the steel weight remaining in the tundish should not drop below the maximum critical levels for each casting speed as stated in tab. 1, i.e.:

- 3.6 tons for  $2.1 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$  casting speed,
- 4.9 tons for  $2.5 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$  casting speed

in order to prevent the slag entrainment to the tundish nozzles and as a consequence to the mould.

## Conclusions

The aim of the presented work was to study tundish slag entrainment using physical modelling. Based on references analysis and our own previous experiences, the methodology of physical modelling was developed and series of 24 relevant experiments was realised.

The following conclusions were drawn:

1. Taking into account the theory of similarity, the Froude criterion (1) was chosen as a governing criterion. The critical level of vortex creation was determined using water as a modelling agent.
2. Five typical stages of vortex development were observed: start of flow rotation, start of vortex flow, fully developed vortex, depression of bath level and air entrainment into the casting strand.
3. It was assumed that the risk of slag entrainment in the real tundish conditions began when the rotation lead to start of vortex.
4. For both simulated casting speeds ( $2.1$  and  $2.5 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$ ), the critical weight of steel remaining in the tundish in order to prevent the top slag entrainment was determined: 3.6 and 4.9 tons, respectively.

## Acknowledgement

*This paper was created within the Project No. LO1203 "Regional Materials Science and Technology Centre -*

*Feasibility Program" funded by the Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic.*

*This work was created with the support of projects of Student Grant Competition Nos.: SP2015/78, SP2015/70.*

## References

- [1] GODIWALLA, K.M., SINHA, S.K., SIVARAMAKRISHNAM, C.S. Water Model Simulation of Tundish Flow under Varying Conditions. *Steel Research*, 65 (1994) 7, 267–272, ISSN 0177-4838
- [2] KORIA, S.C., SINGH, S. Physical Modeling of the Effects of the Flow Modifier on the Dynamics of Molten Steel Flowing in a Tundish. *ISIJ International*, 34 (1994) 10, 784–793, ISSN 0915-1559
- [3] MAZUMDAR, D., GUTHRIE, R.I.L. The Physical and Mathematical-Modeling of Gas-Stirred ladle Systems. *ISIJ International*, 35 (1995) 1, 1–20, ISSN 0915-1559
- [4] LI, B., TSUKIHASHI, F. Modeling of Circulating Flow in RH Degassing Vessel Water Model Designed for Two- and Multi-Legs Operations. *ISIJ International*, 40 (2000) 12, 1203–1209, ISSN 0915-1559
- [5] ODENTHAL, H.J., PFEIFER, H., KLAAS, M. Physical and Mathematical Modelling of Tundish Flows using Digital Particle Image Velocimetry and CFD-Method. *Steel Research International*, 71 (2000) 6-7, 210–219, ISSN 0177-4832
- [6] RUCKERT, A., WARZECHA, M., KOITZSCH R. et al. Particle Distribution and Separation in Continuous Casting Tundish. *Steel Research International*, 80 (2009) 8, 568–574, ISSN 1611-3683.
- [7] MAZUMDAR D., EVANS J. W. *Modelling of Steelmaking Processes*. Boca Raton: CRC Press, 2010. ISBN 978-1-4200-6243-4
- [8] MAZUMDAR, D., SINGH, O.P., DUTTA, J. et al. Reduction of Tundish Skull and Yield Improvement in Steel Plats Through Physical Modeling of Steelmaking Tundish Systems. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 64 (2011) 6, 593–605, ISSN 0972-2815
- [9] DHARMENDRA, G., LAHIRI, A.K. Cold Model Study of the Surface Profile in Continuous Slab Casting Mold: Effect of Second Phase. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 27B (1996) 4, 695–697, ISSN 1073-5615
- [10] GUPTA, D., LAHIRI, A. K. Water-Modeling Study of the Surface Disturbances in Continuous Slab Caster. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 25B (1994) 2, 227–233, ISSN 1073-5615
- [11] PAUL, R.W., WHITAKER, F.T. The Relationship of Basic Tundish Powder Properties to Tundish Practises and Steel Quality. In: *Proceedings of Electric Furnace Conference*, 1992, Atlanta, USA, vol. 50, pp. 197–206, ISBN 0932897843
- [12] SANKARANARAYANAN, R., GUTHRIE, R.I.L. Slag Entraining Vortexing Funnel Formations During Ladle Teeming: Similarity Criteria and Scale-up Relationship. *Ironmaking and Steelmaking*, 29 (2002) 2, 147–153, ISSN 0301-9233
- [13] MAZZAFERRO, G.M., PIVA, M., FERRO, S.P., et al. Experimental and numerical analysis of ladle teeming process. *Ironmaking and Steelmaking*, 31 (2004) 6, ISSN 0301-9233
- [14] MORALES, R.D., DAVILA-MALDONADO, O., CALDERON, I. et al. Physical and Mathematical Models of Vortex Flows During The Last Stages of Steel During Operations from a Ladle, *ISIJ International*, 53 (2013) 5, 782–791, ISSN 0915-1559
- [15] HEASLIP, D.R. Caster Steel Yield Improvement by Enhanced Ladle Bottom Design, *AISTech 2007*, 2007, pp. 127–134. ISSN 1551-6997
- [16] KORIA, S.C., KANTH, U. Model Studies of Slag Carry-over during Drainage of Metallurgical Vessels. *Steel Research*, 65 (1994) 1, 8–14, ISSN 0177-4838
- [17] PIEPRZYCA, J., MERDER, T., SATERNUS, M., et al. The chance of liquid steel flow control system in the tundish – modelling research. *Archives of Metallurgy and Materials*, 59 (2014) 4, 1433–1440, ISSN 1733-3490

- [18] MICHALEK, K. *Využití fyzikálního a numerického modelování pro optimalizaci metalurgických procesů*. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2001, ISBN 80-7078-861-5
- [19] MICHALEK, K., GRYC, K., TKADLEČKOVÁ, M., et al. Model study of tundish steel intermixing and operational verification *Archives of Metallurgy and Materials*. 57 (2012) 4, 291–296 ISSN 1733-3490
- [20] GRYC, K., MICHALEK, K., HUDZIECZEK, Z., et al. Physical Modelling of Flow Pattern in 5-strand Asymmetrical Tundish with Baffles. In *METAL 2010: 19<sup>th</sup> International Conference on Metallurgy and Materials: Rožnov pod Radhoštěm, Czech Republic*. 2010, pp. 42–46

---

## Ilva produkuje měsíční ztráty ve dvouciferné milionové výši

*Industriemagazin.at*

17.08.2015

Každý měsíc vyprodukuje problematická italská ocelárna Ilva ztráty ve dvouciferné milionové výši, přesto smí tento mezitím zestátněný podnik být dále provozován. Italský předseda vlády Matteo Renzi zvítězil v souboji o vyslovení nedůvěry v senátu s poměrem hlasů 159 : 104, čímž mohl zabránit uzavření ocelárny. Nemocná ocelárna byla koncem loňského roku zestátněna a v Tarantu tak bylo zachráněno přes 2000 pracovních míst. Kromě toho mají být provedena nutná opatření na ochranu životního prostředí. Teprve před krátkou dobou vešlo ve známost, že se před soudem musí v souvislosti s touto ocelárnou zodpovídat 44 osob a 3 společnosti kvůli zabití z nedbalosti a těžkému znečišťování životního prostředí.

## MEPS – tlak na ceny oceli směrem dolů pokračuje

*Stahl Aktuell*

17.08.2015

Celosvětově pokračuje tlak na ceny oceli. Na mnoha místech tak vzplál rozhořčený konkurenční boj mezi domácími a zahraničními výrobci, konstatuje britský poradenský dům MEPS. USA patří k těm málo zemím, které se tomuto tlaku dokázaly postavit. Před krátkou dobou ohlášená zvýšení cen se dají podél dodavatelského řetězce prosadit. V srpnu zatím ceny pro některé druhy ploché oceli vzrostly. Na druhé straně se ovšem skladové zásoby drží na vysoké úrovni. I v USA přetrvává importní tlak, i když byla mezitím zavedena různá antidumpingová opatření. V Japonsku se odbyt zpomalil. Jižní Korea se snaží chromý domácí trh nahradit exporty, což ovšem v cílových zemích naráží na odpor.

## Německý trh s válcovaným drátem – ceny jsou dále pod tlakem

*Stahl Aktuell*

19.08.2015

Německý trh s válcovaným drátem se koncem srpna prezentoval jako dlouhá, klidná řeka. Vzrušující události, vyvolávající vlnobití, jsou nedostatkovým zbožím. Materiálu je na trhu dostatek, na stole přistávají každý den výhodné nabídky, mimo jiné z Itálie. Všichni námi dotázaní nákupčí vycházejí z toho, že krátkodobý cenový trend ukazuje směrem dolů. Většina spotřebitelů válcovaného drátu má na skladě dostatek materiálu. Nikdo nepočítá s tím, že by se během prázdnin náhle objevily velké zakázky a tím se zvýšila poptávka. Se změnou této situace ani nelze počítat. Ve čtvrtém čtvrtletí by to tak mohlo jít cenově ještě lehce dolů. Poklesne-li poptávka v Číně, bude i na úspěch zvyklým evropským exportérům vát do tváře ostřejší vítr.

## Startuje internetová platforma pro energetickou efektivitu

*Stahl Aktuell*

28.08.2015

S platformou [www.effizienz-mit-stahl.de](http://www.effizienz-mit-stahl.de), která nyní startuje, chtějí Hospodářské sdružení Ocel (WV Stahl) a ocelářský institut VDEh informovat o opatřeních v odvětví ke zlepšení energetické efektivity. „Nová internetová nabídka také ukazuje, jak vede používání oceli k vyšší energetické efektivitě,“ řekl Hans Jürgen Kerkhoff, prezident WV Stahl a ocelářského institutu VDEh. Výměna informací k tématům energetického hospodářství a efektivitě je v branži již pevně etablována a koná se v rámci technicko-vědecké práce v ocelářském institutu VDEh.

## Study and Characteristics of Nanostructured Composite Materials Using Electron Microscopy

### Studium a charakteristika nanostrukturovaných kompozitních materiálů pomocí elektronové mikroskopie

Mgr. Kateřina Dědková, Ph.D.<sup>1</sup>; Ing. Anastasia Volodarskaja<sup>2</sup>; prof. Ing. Vlastimil Vodárek, CSc.<sup>2</sup>; doc. Mgr. Jana Kukutschová, Ph.D.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> VŠB – Technical University of Ostrava, Centrum of Nanotechnology, Regional Materials Science and Technology Centre, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Czech Republic

<sup>2</sup> VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Metallurgy a Materials Engineering, Regional Materials Science and Technology Centre, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Czech Republic

*This paper addresses study and structural characteristics of nanostructured composite materials using scanning and transmission electron microscopy. Composite materials with clay matrix kaolinite/TiO<sub>2</sub> and ZnO/kaolin respectively have nearly similar structure where micron-sized kaolinite or kaoline sheet particles were covered with nanoparticles or their clusters. Difference in homogeneity was observed. Other group of examined composite materials was created with composites with graphite matrix – graphite/TiO<sub>2</sub> and ZnO/graphite. Micron-sized graphite sheets were covered with thin film of TiO<sub>2</sub> in the case of graphite/TiO<sub>2</sub> composite. Contrary to that the ZnO nanoparticles were attached non-homogenously to the graphite surface. Electron microscopy is very useful technique for characterization of nanostructured composite materials.*

**Keywords:** nanocomposites; zinc oxide; titanium dioxide; kaolin, graphite

*Tento článek popisuje studium a strukturální charakteristiky nanostrukturovaných kompozitních materiálů pomocí skenovací a transmisní elektronové mikroskopie. Studiu byly podrobeny dvě skupiny nanostrukturovaných kompozitních materiálů. První skupinu tvořily kompozity s jílovou maticí, druhou kompozity s grafitovou maticí. Do první skupiny patří kompozit kaolinit/TiO<sub>2</sub> a ZnO/kaolín. Tyto kompozity mají velmi podobnou strukturu, v níž jsou kaolinitové, resp. kaolínové částice s velikostí řádově mikrometrů pokryty nanočásticemi nebo jejich shluky (klastry). Byl pozorován rozdíl v homogenitě pokrytí částic, přičemž kompozit kaolinit/TiO<sub>2</sub> vykazoval větší homogenitu než druhý kompozit ZnO/kaolín. Do druhé skupiny patří kompozity grafit/TiO<sub>2</sub> a ZnO/grafit. V případě kompozitu grafit/TiO<sub>2</sub> bylo pozorováno, že TiO<sub>2</sub> tvoří souvislý tenký film na grafitových částicích. Tento film byl na mnoha místech popraskaný, což mohlo vzniknout při kalcinaci během přípravy vzorků. Naproti tomu kompozit ZnO/grafit tvořily grafitové částice kryté nanočásticemi nebo jejich shluky (klastry). Elektronová mikroskopie je velmi užitečnou technikou pro studium a charakterizaci nanostrukturovaných kompozitních materiálů. V případě propojení elektronového mikroskopu s energiově disperzním spektrometrem lze získat informaci o elementárním složení daného materiálu. Elektronová difrakce v transmisní elektronové mikroskopii navíc poskytuje informaci o fázovém složení vzorku. Spojení elektronové mikroskopie s dalšími analytickými metodami, jako je například infračervená spektroskopie, Ramanova spektroskopie nebo rentgenová difrakční analýza, poskytuje komplexní informaci o struktuře, chemickém i fázovém složení nanostrukturovaných kompozitních materiálů.*

**Klíčová slova:** nanokompozity; oxid zinečnatý; oxid titaničitý; kaolín; grafit

Nanotechnology is an extensive promising field of science, which produces materials with at least one dimension in nano scale. Nanomaterials, such as graphene, nanoporous silica or metal nanoparticles, have been already used in many fields of human life. Due to their unique properties resulting from their structure, the significant growth of nanomaterials applications can be seen. Nanomaterials with uniform pore size and high surface area were already proposed as potential adsorbents of environmental pollutants when they have photocatalytic activity [1].

Research activities uncovering various properties of nano-sized materials have been enlarged. Organic or inorganic nanoparticles and nanostructured composite materials have been prepared, studied and already utilized in the fields of photochemistry, catalysis or electrochemistry. Metal and metal oxide nanoparticles, such as those based on silver, gold, zinc oxide or copper oxide, are already being applied in biomedical fields [1 – 3].

Due to the increase of incidence of bacterial infections

worldwide and increase of bacterial resistance to currently used antibiotics there is an urgent need to develop new effective antibacterial agents.

Nanostructured materials may have a potential to solve these issues connected with an increase of bacterial infections worldwide and substitute some commercially available antibiotics due to their small size, large surface to volume ratio and physicochemical properties. Apart from that, it was observed that metal oxides, e.g. titanium dioxide or zinc oxide were more stable and had longer life than disinfectants based on organic molecules, but were also safer and less toxic to humans [4–6]. However, bare nanoparticles may pose some environmental risks given by their higher biological activity including potential penetration into cells and generation of reactive oxygen species [7]. If the nanoparticles are tightly anchored by chemical bond to a suitable matrix (e.g. kaolin, graphite or other layered materials), nanoparticles still demonstrate unique properties while potential environmental risks are lowered due to the decreased mobility in the environmental media.

According to possible application of the newly developed nanocomposites and understanding their action mechanisms, information about their structure, elemental and phase composition is very important. Variety of available techniques is used for characterization of nanostructured composite materials. Nevertheless, scanning and transmission electron microscopy are ones of the most useful techniques. Therefore this paper addresses study and characteristic of nanostructured composited materials designed and developed at the Nanotechnology Centre (VSB – Technical University of Ostrava).

## 1. Materials and experimental methods

### 1.1 Preparation of nanocomposite materials

Several nanostructured composite materials were prepared. These composites can be divided into two groups: composites with clay matrix and composites with graphite matrix. Composite kaolinite/TiO<sub>2</sub> was prepared from titanyl sulphate by simple laboratory method [1]. Zinc chloride served as a precursor for preparation of the ZnO/kaolin composite [8]. Analogue composites graphite/TiO<sub>2</sub> [9] and ZnO/graphite [2] were also prepared.

### 1.2 Microscopic analysis

Scanning electron microscope Quanta FEG 450 (FEI) with EDS analysis APOLLO X (EDAX) and transmission electron microscope JEM2100 (JEOL) equipped with EDS analysis JED-2300T (JEOL) were used as microscopic methods for characterization of morphology of the studied samples. In the case of ZnO/graphite sample the scanning electron microscope MAIA3 GMU

(TESCAN) was used – ultra-high resolution SEM with Schottky field emission cathode. Images were taken by use of a combination of InBeam SE + Low-Energy BSE detector at 2.5 kV. EDS analysis was performed with X-MaxN 150 (Oxford instruments) and the EDS data were processed in AZtec software. Samples with clay matrix were sputter coated with thin film of gold to induce the sample conductivity.

## 2. Results and discussion

Scanning electron microscopy revealed structure of the kaolinite/TiO<sub>2</sub> nanocomposite and the presence of basic elements. The SEM image of the studied sample (Fig. 1) proved that the matrix consisting of micro-sized kaolinite particles having a layered structure with sub-micron particles of TiO<sub>2</sub> was attached onto the surface of the clay matrix.

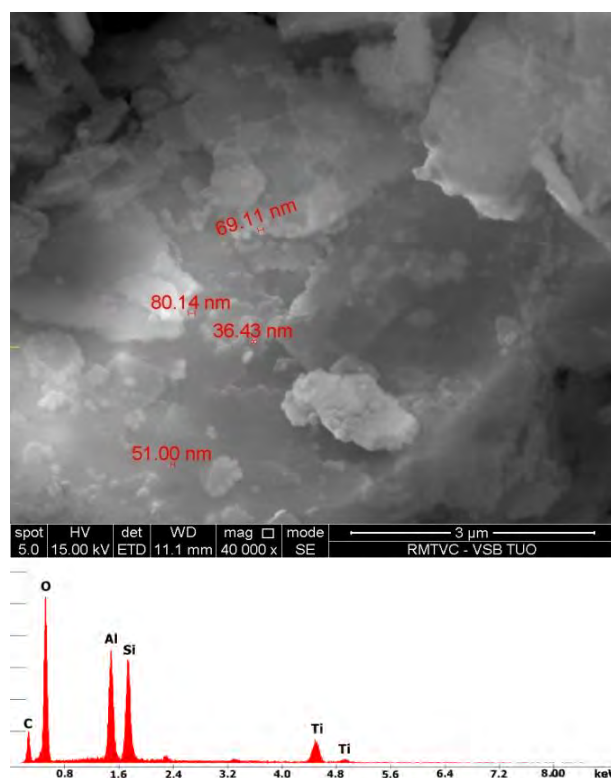


Fig. 1 SEM image of composite kaolinite/TiO<sub>2</sub> and its corresponding EDS spectrum

Obr. 1 Obrázek ze SEM kompozitu kaolinit/TiO<sub>2</sub> a jemu odpovídající EDS spektrum

It can be seen (Fig. 2) that structure of the composite ZnO/kaolin is close to the structure of the composite kaolinite/TiO<sub>2</sub> with the difference that ZnO particles cover the surface of kaolin matrix almost homogeneously and they are not attached to the edges of the kaolin sheets. TEM analysis of ZnO/kaolin composite (Fig. 3) revealed that smooth surface of the kaolinite particles was covered by uniformly dispersed ZnO particles with dimension less than 100 nm.

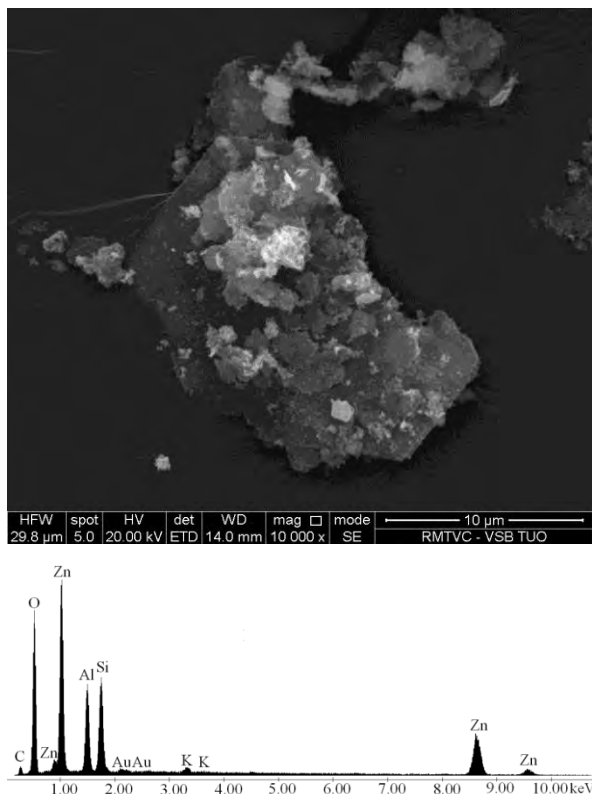


Fig. 2 SEM image of composite ZnO/kaolin and its corresponding EDS spectrum

Obr. 2 Obrázek ze SEM kompozitu ZnO/kaolín a jemu odpovídající EDS spektrum

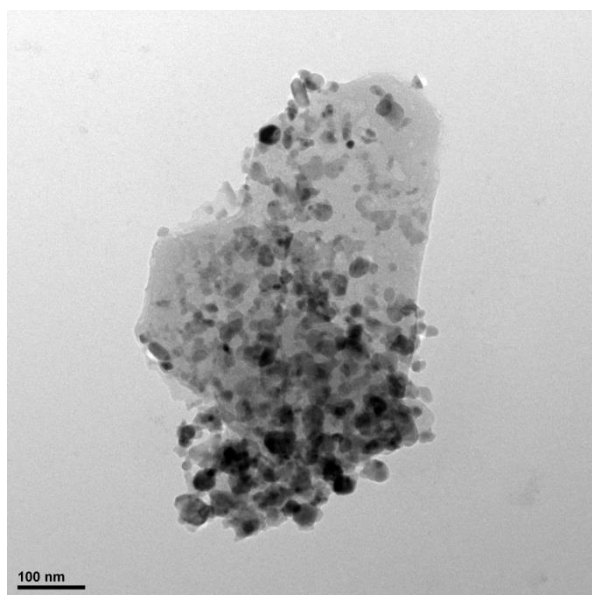


Fig. 3 TEM image of ZnO/kaolin composite  
Obr. 3 Obrázek z TEM kompozitu ZnO/kaolín

The SEM images of the studied sample (Fig. 4) proved that micro-sized graphite sheet layered structure matrix was covered with thin film of TiO<sub>2</sub>. According to the Raman mapping measurements [9] combined with SEM images it can be assumed that the thin film of TiO<sub>2</sub>

might have been formed by anatase phase and by oval-shaped (see red arrows in Fig. 4) clusters of particles present on the film, which might have been formed by rutile phase. These particles are present in minority sulphur that is present in the EDS spectra as the residuum of titanylsulphate precursor, which reacted to form a carbon sulphide. The TEM bright field (BF) image of the studied sample (Fig. 5) revealed that the graphite matrix was inhomogeneously covered with polycrystalline nanoparticles of TiO<sub>2</sub>. Fig. 5A shows typical graphite particles with clusters of TiO<sub>2</sub> nanoparticles. One of the clusters was magnified (Fig. 5B) and EDS analysis of these clusters was done due to the confirmation of origin of the clusters. Copper detected in EDS spectrum comes from copper TEM grid, which was used for TEM analysis, and sulphur is the residuum of titanylsulphate, which reacted to form carbon sulphide. Subsequently recording of diffraction patterns of the clusters was done. According to the obtained diffraction pattern (Fig. 5D) and determined crystal planes, anatase phase was confirmed in the graphite/TiO<sub>2</sub>.

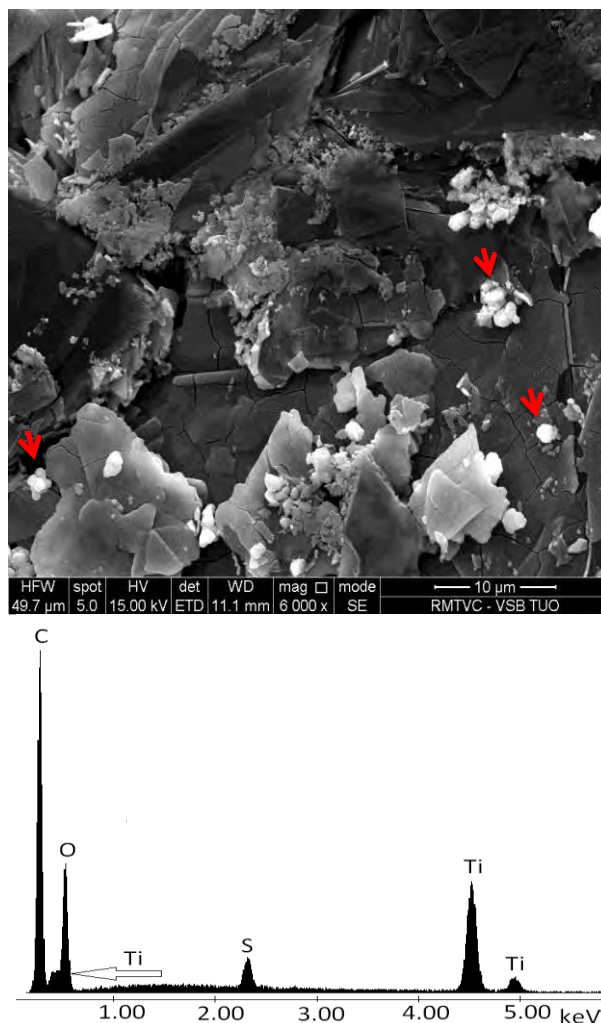


Fig. 4 SEM image of composite graphite/TiO<sub>2</sub> and its corresponding EDS spectrum

Obr. 4 Obrázek ze SEM kompozitu grafit/TiO<sub>2</sub> a jemu odpovídající EDS spektrum

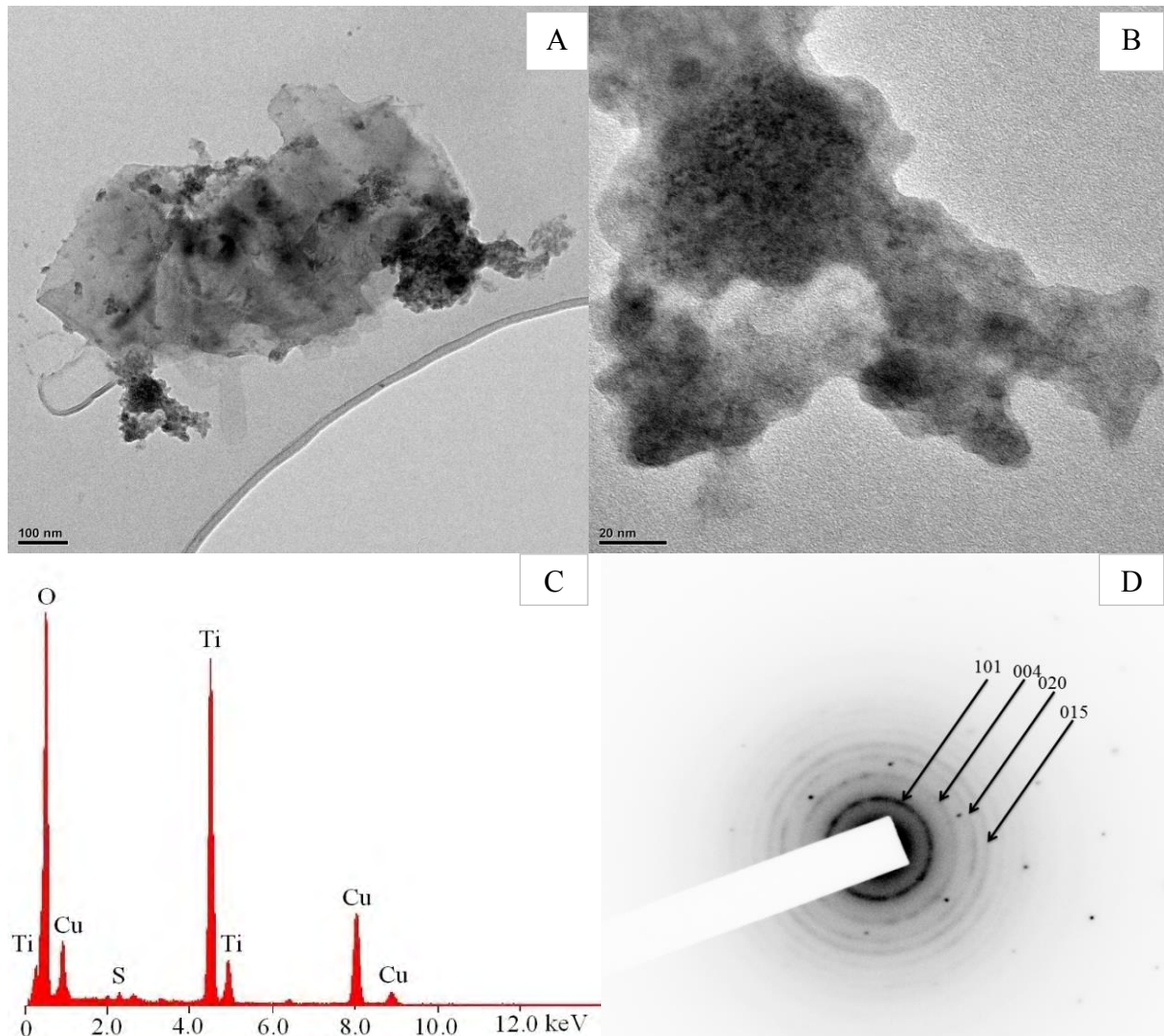


Fig. 5 TEM BF image of graphite/TiO<sub>2</sub> – graphite particle covered with TiO<sub>2</sub> nanoparticles (A); magnified cluster of particles (B), corresponding EDS spectrum of the cluster (C); diffraction pattern of the cluster (D)

Obr. 5 Obrázek z TEM kompozitu grafit/TiO<sub>2</sub> - grafitová částice pokrytá nanočásticemi TiO<sub>2</sub>(A), zvětšený shluk částic(B), odpovídající EDS spektrum klastru(C), difrakční záznam klastru(D)

Structure of nanocomposite ZnO/graphite has nearly similar structure where matrix consisting of micro-sized graphite particles having a layered structure with sub-micron clusters of ZnO ZnO particles (Fig. 6) is attached onto the surface of the graphite matrix. Distribution of ZnO particles on the surface of the graphite matrix is not homogenous. Contrary to the graphite/TiO<sub>2</sub>, a composite thin film created from particles was not observed.

According to the single layered structure of the used matrices the structure of prepared nanostructured composites seems to be nearly similar with differences in homogeneity and deposition of particles or clusters of particles. However, other clays exist, which are used as matrices in nanostructured composite materials, such as vermiculite or montmorillonite. Those clays are multilayered and it was proved that nanoparticles could be captured in interlayers [10].

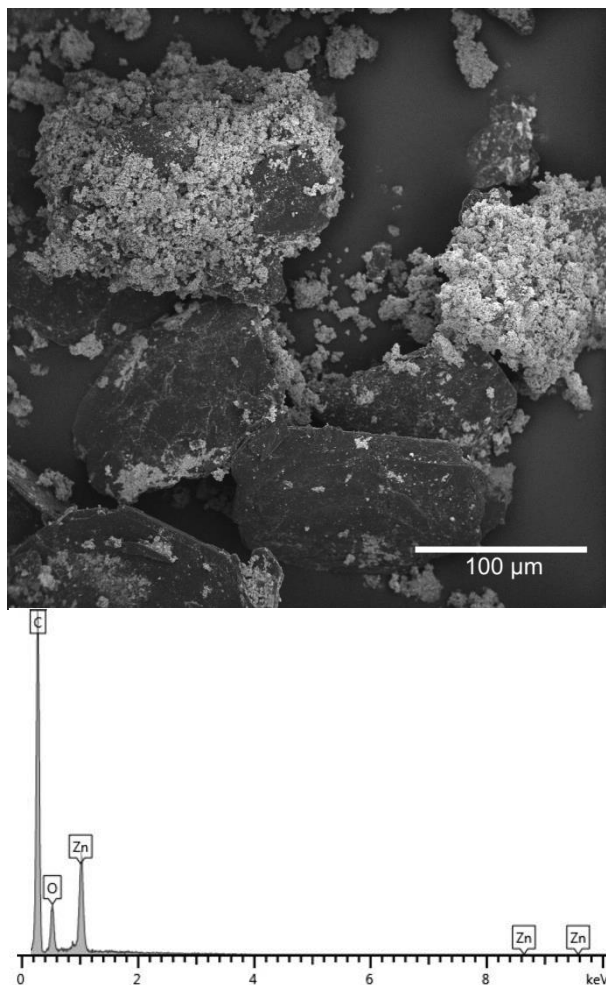


Fig. 6 SEM image of composite graphite/TiO<sub>2</sub> and its corresponding EDS spectrum

Obr. 6 Obrázek z SEM kompozitu grafit/TiO<sub>2</sub> a jeho odpovídající EDS spektrum

## Conclusions

Scanning and transmission electron microscopic techniques are suitable for characterization of structure of nanocomposites. These techniques give the information about homogeneity of composites. Information about particle size can be also obtained. In cases when SEM or TEM is equipped with EDS, information about the elemental composition can be acquired as well. Moreover, electron diffraction in TEM provides information about phase of the sample. The results obtained from electron microscopy together with results from other analytical techniques, such as infrared spectroscopy, Raman spectroscopy or X-ray diffraction, give a complex characterization of the newly developed nanomaterials.

## Acknowledgments

This paper was created at the Faculty of Metallurgy and Materials Engineering within the Project No. LO1203 "Regional Materials Science and Technology Centre - Feasibility Program" funded by the Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic and also supported by the SGS project SP2015/54 (Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic).

## References

- [1] MAMULOVÁ KUTLÁKOVÁ, K., TOKARSKÝ, J., KOVÁŘ, P., VOJTĚŠKOVÁ, S., KOVÁŘOVÁ, SMETANA, B. et al. Preparation and characterization of photoactive composite kaolinite/TiO<sub>2</sub>. *J. Hazard. Mater.*, 188 (2011) 212–220. doi:10.1016/j.jhazmat.2011.01.106
- [2] DĚDKOVÁ, K., JANÍKOVÁ, B., MATĚJOVÁ, K., ČABANOVÁ, K., VÁŇA, R., KALUP, A. et al. ZnO/graphite composites and its antibacterial activity at different conditions. *J. Photochem. Photobiol. B Biol.*, 151 (2015) 256–263. doi:10.1016/j.jphotobiol.2015.08.017
- [3] DIEBOLD, U. The surface science of titanium dioxide. *Surf. Sci. Rep.*, 48 (2003) 53–229
- [4] PANIGRAHI, J., BEHERA, D., MOHANTY, I., SUBUDHI, U., NAYAK, B.B., ACHARYA, B.S. Radio frequency plasma enhanced chemical vapor based ZnO thin film deposition on glass substrate: A novel approach towards antibacterial agent. *Appl. Surf. Sci.*, 258 (2011) 304–311. doi:10.1016/j.apsusc.2011.08.056
- [5] PINTO, R.J.B., FERNANDES, S.C.M., FREIRE, C.S.R., SADOCCO, P., CAUSIO, J., NETO, C.P. et al. Antibacterial activity of optically transparent nanocomposite films based on chitosan or its derivatives and silver nanoparticles. *Carbohydr. Res.*, 348 (2012) 77–83. doi:10.1016/j.carres.2011.11.009
- [6] BANOEE, M., SEIF, S., NAZARI, Z.E., JAFARI-FESHARAKI, P., SHAHVERDI, H.R., MOBALLEGH, A. et al. ZnO nanoparticles enhanced antibacterial activity of ciprofloxacin against *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli*. *J. Biomed. Mater. Res. - Part B Appl. Biomater.*, 93 (2010) 557–561. doi:10.1002/jbm.b.31615
- [7] ZHAO, X., WANG, S., WU, Y., YOU, H., LV, L. Acute ZnO nanoparticles exposure induces developmental toxicity, oxidative stress and DNA damage in embryo-larval zebrafish. *Aquat. Toxicol.* 136–137 (2013) 49–59. doi:10.1016/j.aquatox.2013.03.019
- [8] DĚDKOVÁ, K., JANÍKOVÁ, B., MATĚJOVÁ, K., PEIKERTOVÁ, P., NEUWIRTHOVÁ, L., HOLEŠINSKÝ, J. et al. Preparation, characterization and antibacterial properties of ZnO/kaoline nanocomposites. *J. Photochem. Photobiol. B.*, 148 (2015) 113–7. doi:10.1016/j.jphotobiol.2015.03.034
- [9] DĚDKOVÁ, K., LANG, J., MATĚJOVÁ, K., PEIKERTOVÁ, P., HOLEŠINSKY, J., VODÁREK, V. et al. Nanostructured composite material graphite / TiO<sub>2</sub> and its antibacterial activity under visible light irradiation. *J. Photochem. Photobiol. B Biol.*, 149 (2015) 265–271. doi:10.1016/j.jphotobiol.2015.06.018
- [10] MATĚJKA, V., ŠUPOVÁ, M., KLEMM, V., RAFAJA, D., VALÁŠKOVÁ, M., TOKARSKÝ, J. et al. Vermiculite interlayer as a reactor for CdS ultrafine particles preparation. *Microporous Mesoporous Mater.*, 129 (2010) 118–125. doi:10.1016/j.micromeso.2009.09.006

## Hodnocení průběhu redukce $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ze strusky při výrobě legovaných ocelí

### Evaluation of the Course of $\text{Cr}_2\text{O}_3$ Reduction from Slag at Production of Alloyed Steels

Ing. Ladislav Socha, Ph.D.<sup>1</sup>; prof. Ing. Jiří Bažan, CSc.<sup>1</sup>; prof. Ing. Zdeněk Adolf, CSc.<sup>1</sup>; Ing. Petr Jonšta, Ph.D.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Katedra metalurgie a slévárenství, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

<sup>2</sup> VÍTKOVICE HEAVY MACHINERY a.s., Ruská 2887/101, Vítkovice, 703 00 Ostrava, Česká republika

*V práci jsou uvedeny výsledky hodnocení průběhu redukce  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  ze strusky do legované oceli v laboratorních podmínkách. Cílem laboratorních experimentů bylo studium chování  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  a zvýšení obsahu chromu v tavenině spolu s mechanismem redukce pomocí dvou redukčních činidel. Experimentální tavby byly zaměřeny na návrh teoretického výpočtu spotřeby redukčních činidel – uhlíku a křemíku. Studium redukce v laboratorních podmínkách bylo realizováno při aplikaci legované oceli s obsahem 12,16 hm. % chromu, teplotách 1 600 a 1 650 °C, spolu se změnou množství redukčních činidel a doby redukce. Výsledky uvedené v příspěvku představují základní informace o možnostech redukce  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  ze strusky a budou využity při verifikaci výsledků v poloprovozních a provozních experimentech, které budou napodobovat provozní podmínky v elektrické obloukové peci (EOP).*

**Klíčová slova:** redukce strusky; chromové strusky; legované oceli; laboratorní experimenty

*This paper deals with the results from evaluation of the course of  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  reduction from slag into the alloyed steel in the laboratory conditions. Research of  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  behaviour and increase of chromium content in the melt together with the mechanism of reduction by the help of two reduction agents was the aim of the laboratory experiments. Experimental heats focused on proposal of theoretical calculation of consumption of reduction agents presenting carbon and silicon. Study of reduction in the laboratory conditions was realized at application of alloyed steel with the content of 12.16 wt. % of chromium, temperatures 1 600 °C and 1 650 °C, together with the change of amount of reduction agents and the reduction period. On the basis of the result obtained by laboratory experiments it can be stated that ferrosilicon seems to be more efficient reduction agent. Increase of temperature from 1 00 °C to 1 650 °C positively influenced the efficiency of  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  reduction from the slag. Besides the temperature increase, increase of theoretical amount of reduction agent together with the prolongation of reduction period from 300 s to 600 s also positively influenced the reduction efficiency. At the temperature of 1 650 °C and use of ferrosilicon, efficiency of  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  reduction up to 68.7 % was achieved. It can be also expected that higher viscosity of the slag, connected with the creation of crust that decreases the reduction efficiency, can be shown with the increase of  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  content in the slag. This assumption will be proved by the following series of experiments. Results given in this paper present the basic information about the possibilities of  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  reduction from the slag and they will be used at results verification in the pilot plant and plant experiments that will imitate the operational conditions in the electric arc furnace (EAF).*

**Keywords:** slag reduction; chromium slag; alloyed steel; laboratory experiment

Obsah chromu v legovaných ocelích se obecně pohybuje v rozmezí od 8 do 30 hm. %. V průběhu tavení ocelové vsázky obsahující chrom dochází při výrobě oceli v elektrické obloukové peci (EOP) ke ztrátě chromu jeho oxidací a přechodem do strusky. K prvotním ztrátám chromu dochází již v průběhu tavení vsázky, ale k jeho hlavní ztrátě z taveniny dochází v průběhu oxidačního údobí, ve kterém je dmýchán kyslík s cílem zajištění základních zkouškových reakcí a oduhličení taveniny.

Vysoký obsah chromu ve strusce ovlivňuje její vlastnosti, což se projevuje vytvořením struskové krusty s vysokou viskozitou, která snižuje reaktivitu strusky a zabraňuje tvorbě pěnivé strusky. Účinná redukce

oxidů chromu ze strusky při výrobě legovaných ocelí závisí na výběru vhodného redukčního činidla a aplikované redukční technologii [1, 2].

Aplikovaná technologie a vhodné redukční činidlo by měly zajistit vysoký stupeň redukce oxidu chromu ze strusky. Volba redukčního činidla však závisí na vybavení a technologických možnostech provozované EOP. Mezi používaná redukční činidla patří: křemík, uhlík, hliník a karbid vápníku. V provozních podmínkách bylo vyvinuto a aplikováno několik technologií, avšak pro účinnou redukci ztrát chromu v tavenině je nutno minimalizovat ztráty již v údobí tavení a především v průběhu oxidačního údobí [1, 3, 4].

Příspěvek uvádí výsledky laboratorních experimentů se zaměřením na studium chování chromu a jeho oxidů spolu s mechanismem jeho redukce pomocí uhlíku a křemíku. Experimentální tavby byly zaměřeny na verifikaci teoretického výpočtu spotřeby vybraných redukčních činidel, studium redukce v laboratorních podmínkách při aplikaci legované oceli s obsahem 12,16 hm. % chromu, teplotách 1 600 a 1 650 °C, spolu se změnou množství redukčních činidel a doby redukce.

Cílem experimentů bylo ověření základních možností redukce  $Cr_2O_3$  ze strusky při použití různých redukčních činidel pro verifikaci v poloprovozních

a provozních experimentech, které budou napodobovat provozní podmínky v EOP.

## 1. Charakteristika experimentů

Laboratorní experimenty byly realizovány při aplikaci vsázky představující legovanou ocel obsahující 12,16 hm. % Cr a strusku s obsahem cca 11,5 hm. %  $Cr_2O_3$ . Základní chemické složení použité legované oceli a strusky pro laboratorní experimenty je uvedeno v tab. 1.

Tab. 1 Chemické složení chromem legované oceli a strusky obsahující  $Cr_2O_3$  použité pro laboratorní experimenty

Tab. 1 Chemical composition of chromium-alloyed steel and slag containing  $Cr_2O_3$  used for laboratory experiments

Chemické složení oceli (hm. %)							
C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo
0,02	0,62	0,31	0,023	0,003	12,16	4,1	0,42
Chemické složení strusky (hm. %)							
CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	MgO	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
8,2	28,6	5,0	3,8	35,7	11,5	4,9	0,16

Tab. 2 Základní chemické složení antracitu a ferosilicia (redukční činidlo)

Tab. 2 Basic chemical composition of anthracite and ferrosilicon (reduction agent)

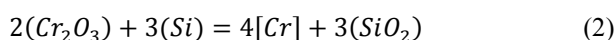
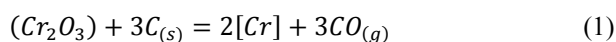
Redukční činidlo	Základní chemické složení (hm. %)					Redukční činidlo	Základní chemické složení (hm. %)				
	C	S	Vlhkost	Popel	Prchavost		Si	S	P	Mn	C
Antracit	90,08	0,97	5,82	6,80	3,12	FeSi	73,5	0,01	0,03	0,28	0,06

K redukci strusky obsahující  $Cr_2O_3$  byla vybrána dvě redukční činidla: antracit a ferosilicium. Chemické složení obou redukčních činidel je uvedeno v tab. 2.

Před laboratorními tavbami byl proveden teoretický výpočet spotřeby vybraných redukčních činidel. Pro vlastní výpočet je nutné znát následující parametry, které představují hodnoty získané z provozních podmínek:

- chemické složení chromem legované oceli,
- aktivitu kyslíku v tavenině  $a_{[O]}$ ,
- chemické složení strusky obsahující  $Cr_2O_3$ ,
- hmotnost kovu a strusky.

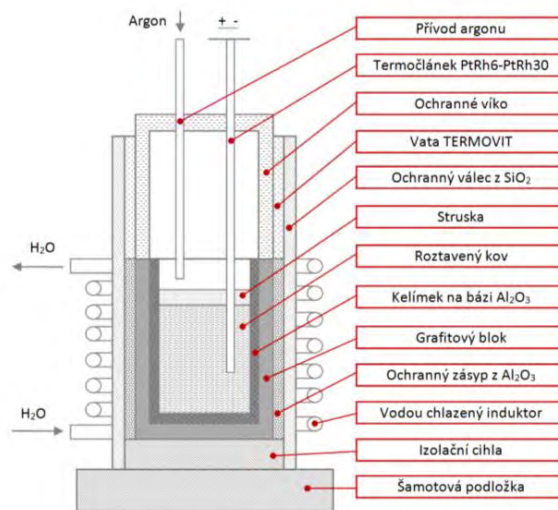
Struska kromě základních oxidů obsahuje snadno redukovatelné oxidy FeO, MnO a  $Cr_2O_3$ . K redukci snadno redukovatelných oxidů a především  $Cr_2O_3$  se s výhodou používá redukční činidlo antracit a ferosilicium. Reakce uhlíku nebo křemíku s kyslíkem obsaženým v lehce redukovatelných oxidech ve strusce probíhá dle následujících obecných rovnic (1) a (2):



Teoretické množství spotřeby redukčních činidel bylo vypočítáno z daného chemického složení strusky uvedeného v tab. 1. Vlastní výpočty byly realizovány za předpokladu 100 % redukce oxidů  $Cr_2O_3$  a zbylých snadno redukovatelných oxidů FeO, MnO ze strusky.

V případě antracitu představuje teoretické množství redukčního činidla 4,65 g na 100 g strusky. U druhého redukčního činidla *ferrosilicia* bylo stanoveno teoretické množství 6,7 g na 100 g strusky [5, 6, 7].

Pro laboratorní experimenty byla použita indukční pec připojená na vysokofrekvenční generátor GV 22. Pro vlastní experimentální laboratorní tavby byl sestaven blok, který byl umístěn uvnitř induktoru a je zobrazen na obr. 1.



Obr. 1 Schématický řez pracovním blokem

Fig. 1 Schematic section of the working block

Pracovní blok se skládal z ochranné trubice z SiO<sub>2</sub> a dutého grafitového bloku pro nepřímý ohřev vsázky. Mezera mezi ochrannou trubicí a grafitovým blokem byla zasypána ochranným zásysem z prachového Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Ochranná trubice byla utěsněna žárovzdornou vatou TERMOVIT. Do dutého grafitového bloku se vkládal pracovní kelímek na bázi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Pracovní prostor byl uzavřen magnezitovým víkem s otvorem pro přívod inertního plynu argonu. Inertní plyn se během tavby přiváděl do bloku z tlakové láhve konstantním průtokem 0,5 l·min<sup>-1</sup>. Kromě přívodu argonu zde byl umístěn i termočlánek typu B (PtRh6-PtRh30) pro průběžné měření teplot.

V laboratorních podmínkách bylo celkem realizováno 16 relevantních taveb. Laboratorní experimenty probíhaly následujícím způsobem: nejprve byla přidána ocelová vsázka v množství 200 až 300 g. Po roztavení a vytemperování ocelové vsázky na teplotu 1 600 nebo 1 650 °C byl odebrán vzorek oceli. Odebraný vzorek sloužil pro stanovení počátečního obsahu chromu v oceli  $Cr_{start}$ .

Následně byla přidána podrcená redukovaná struska obsahující Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> v množství 10 hm. % k hmotnosti oceli. K této strusce bylo přidáno 10 hm. % CaF<sub>2</sub> pro zajištění tekutosti redukční strusky. Po 60 s od přidání strusky bylo přidáno vybrané redukční činidlo *antracit* nebo *ferosilicium*. Přidávky redukčních činidel byly realizovány ve dvou variantách:

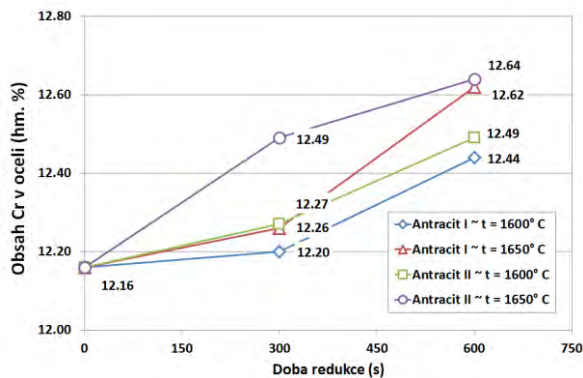
- *varianta I* – odpovídala teoretickému množství zajišťující 100 % redukci oxidů Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ze strusky,
- *varianta II* – odpovídala dvojnásobnému teoretickému množství zajišťujícímu redukci oxidů Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ze strusky.

Celková doba působení redukčních činidel byla stanovena na 600 s. V průběhu experimentů byly odebírány vzorky oceli pro stanovení obsahu chromu, a to v polovině experimentu po 300 s a na konci experimentu po 600 s. Po ukončení experimentů byly jednotlivé vzorky oceli analyzovány pro zjištění účinnosti redukčního pochodu v laboratorních podmínkách.

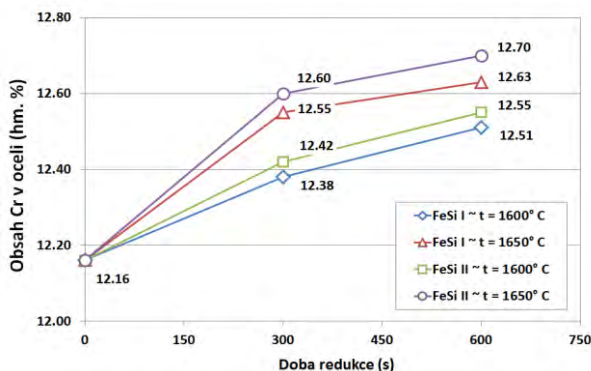
## 2. Hodnocení dosažených výsledků

Posouzení průběhu redukce Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ze strusky do legované oceli v laboratorních podmínkách bylo realizováno v několika částech. Nejprve bylo provedeno vyhodnocení průběhu zvýšení obsahu chromu v oceli spolu s hodnocením stupně redukce pomocí dvou redukčních činidel, pak vlivu změny množství redukčních činidel a teplot 1 600 a 1 650 °C.

Výsledky průběhu změny obsahu chromu v oceli jsou uvedeny na obr. 2a a obr. 2b, výsledky nárůstu obsahu chromu v oceli na obr. 3a a obr. 3b a dosažené stupně redukce na obr. 4a a obr. 4b.



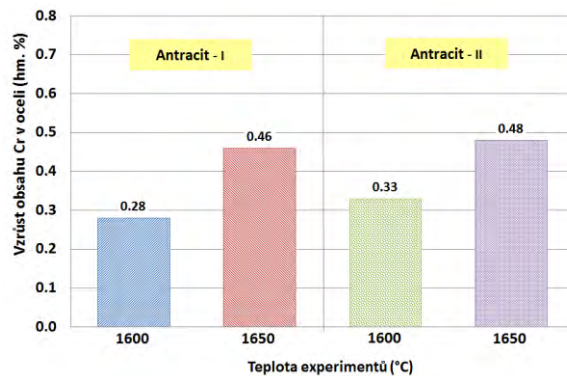
a) redukční činidlo antracit - varianta I a II



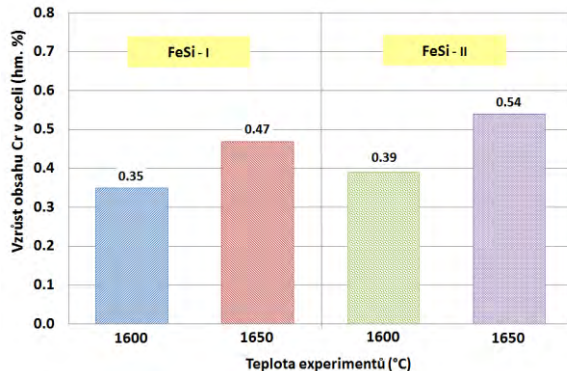
b) redukční činidlo ferosilicium - varianta I a II

Obr. 2 Změna obsahu chromu v průběhu redukce pomocí antracitu a ferosilicia

Fig. 2 Change of the chromium content during the reduction by anthracite and ferrosilicon



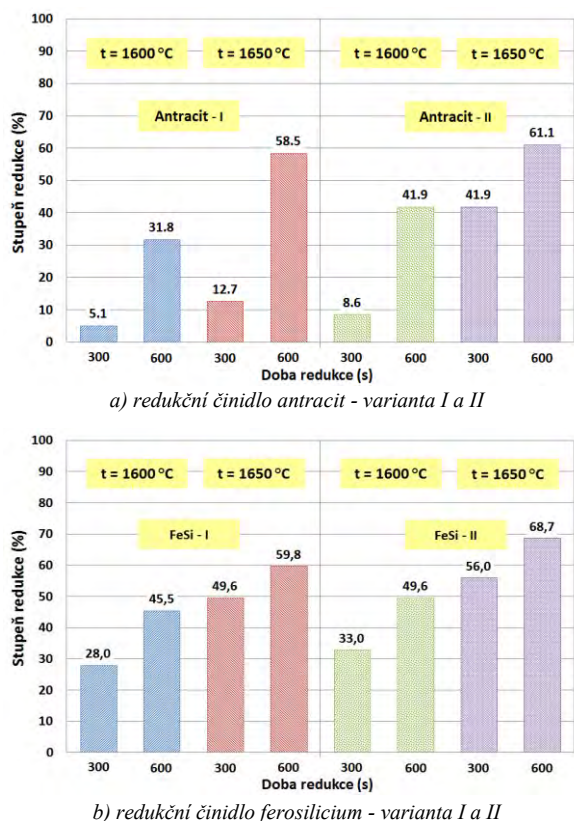
a) redukční činidlo antracit - varianta I a II



b) redukční činidlo ferosilicium - varianta I a II

Obr. 3 Nárůsty obsahu chromu v oceli redukcí pomocí antracitu a ferosilicia ( $\tau = 600$  s)

Fig. 3 Increase of the chromium content in the steel by reduction with anthracite and ferrosilicon ( $\tau = 600$  s)



Obr. 4 Stupeň redukce oxidů Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> při použití antracitu a ferrosilicia  
Fig. 4 Reduction degree of the Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oxides at the use of anthracite and ferrosilicon

U *varianty I* byl nejnižší nárůst obsahu chromu 0,28 hm. % při dosaženém stupni redukce 31,8 %. Tyto parametry byly dosaženy při použití antracitu, aplikaci teoretického množství redukčního činidla a teplotě experimentu 1 600 °C.

Naopak nejvyšší nárůst obsahu chromu 0,48 hm. % spolu s dosaženým stupněm redukce 61,1 % byl zjištěn při použití antracitu a aplikaci dvojnásobného teoretického množství redukčního činidla a teplotě experimentu 1 650 °C.

Z *varianty II* vyplývá, že nejnižší nárůst obsahu chromu 0,35 hm. % spolu s dosaženým stupněm redukce 33,0 % byl zjištěn při použití ferrosilicia, aplikaci teoretického množství redukčního činidla a teplotě experimentu 1 600 °C.

Opět nejvyšší nárůst obsahu chromu 0,54 hm. % spolu s dosaženým stupněm redukce 68,7 % byl zjištěn při použití ferrosilicia, aplikaci dvojnásobného teoretického množství redukčního činidla a teplotě experimentu 1 650 °C.

Porovnání výsledků z obr. 2 až 4 se zaměřením na jednotlivá redukční činidla ukazuje, že jako účinnější se jeví *ferrosilicium*. V případě *ferrosilicia* byly dosaženy lepší výsledky, a to jak nárůst obsahu chromu o cca 0,06 hm. %, tak vyšší stupeň redukce o cca 7 %.

Experimenty také ukázaly, že zvýšení teploty z 1 600 na 1 650 °C a doby redukce z 300 na 600 s podporuje

proces redukce Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ze strusky do oceli, a to při aplikaci obou typů redukčních činidel – antracit a ferrosilicium.

### 3. Závěr

V laboratorních podmínkách byly provedeny experimenty s cílem získat informace o průběhu redukce Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ze strusky do legované oceli a zvýšení obsahu chromu v kovu pomocí dvou redukčních činidel – antracit a ferrosilicium. Z experimentálních výsledků lze učinit tyto závěry:

- Jako účinnější redukční činidlo se jeví ferrosilicium než antracit.
- Zvýšení teploty z 1 600 na 1 650 °C má pozitivní vliv na účinnost redukce Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ze strusky.
- Kromě zvýšení teploty se i zvýšení teoretického množství redukčního činidla spolu s prodloužením doby redukce z 300 na 600 s pozitivně projevuje na účinnosti redukce.
- Při teplotě 1 650 °C a použití ferrosilicia se dosahuje až 68,7% účinnosti redukce Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.
- Lze také předpokládat, že se vzrůstem obsahu Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve strusce se může projevit vyšší viskozita strusky spojená s tvorbou krusty, která snižuje redukční účinnost. Tento předpoklad bude ověřen sérií experimentů, které budou součástí následujících prací.

Získané laboratorní poznatky budou následně využity během poloprovozních a provozních experimentů, které budou napodobovat provozní podmínky v EOP provozované na ocelárně VHM, a.s. s cílem navrzení a ověření nové technologie redukce oxidů chromu ze strusky pomocí redukčních činidel představující křemík, hliník a uhlík.

### Poděkování

*Příspěvek vznikl v rámci řešení projektu registračního čísla TA04010036 za finanční podpory TA ČR.*

*Práce byla vytvořena za podpory projektu Studentské grantové soutěže registračních čísel SP2015/78 a SP2015/70.*

### Literatura

- [1] ARH, B., TEHOVIK, F. The Oxidation and Reduction of Chromium during the Elaboration of Stainless Steels in an Electric Arc Furnace. *MATERIALS AND TECHNOLOGY*, 41 (200) 5, 203–211. ISSN 1580-2949
- [2] SUN, S., UGUCCIONI, P., BRYANT, M., ACKROYD, M. Chromium Control in the EAF during Stainless Steelmaking. In *Electric Furnace Conference Proceedings*, 1997, p. 297–300
- [3] BJÖRKVALL, J., ANGSTRÖM, S., KALLIN, L. Reduction of Chromium Oxide Containing Slags using CaC<sub>2</sub> Injection. In *7 International Conference on Molten Slag Fluxes and Salts*, 2004
- [4] JUHART, M., PETER, M., KOCH, K., LAMUT, J., ROYMAN, A. Foaming Behaviour of Slags from Stainless Steel Production in the Electric Arc Furnace. *Stahl und Eisen*, 121 (2001) 9, 35–41. ISSN 0340-4803

- [5] SOCHA, L., ADOLF, Z., BAŽAN, J., MACHOVČÁK, P. Redukce oxidů chromu ze strusky při výrobě vysoce-legovaných ocelí. In *IRON AND STEELMAKING*, Horní Bečva, 2014, s. 112–117. ISBN 978-80-248-3627-0
- [6] SOCHA, L., ADOLF, Z., BAŽAN, J., MACHOVČÁK, P. Studium struskového režimu při výrobě legovaných ocelí v EOP. In *OCELÁŘI 2015: 31. ročník konference o teorii a praxi výroby a zpracování oceli*, Rožnov pod Radhoštěm, 2015, s. 35–42, ISBN 978-80-87294-56-7
- [7] SOCHA, L., ADOLF, Z., BAŽAN, J., MACHOVČÁK, P. Reduction of Chromium Oxides from the Slag at Production of Alloyed Steels. In *METAL 2015: 24<sup>th</sup> International Conference on Metallurgy and Materials*, 2015, Brno, Czech Republic, 2015, 156–162. ISBN 978-80-87294-62-8

## Celní sazby pro ocelářské zboží sníženy

*Stahl Aktuell*

17.08.2015

K prvnímu září je v Rusku snížena sazba dovozních cel pro téměř 2000 skupin výrobků. Tím plní Rusko své závazky oproti WTO. Snížení se týká skupin zboží ze všech oblastí, počínajíc živými rybami a oděvy až k oceli, železářskému zboží, strojům a nábytku. Pro dalších 14 skupin zboží proběhne snížení dovozních cel k 31. prosinci 2015.

## Světová výroba oceli v červenci zhruba 133 milionů tun

*Stahl Aktuell*

21.08.2015

Celosvětově bylo v červenci vyrobeno 133 milionů tun surové oceli. Je to o 3,8 % méně než ve stejném měsíci předcházejícího roku, jak uvádí Světový ocelářský svaz Worldsteel. V Číně se v červenci vyrobilo 65,8 milionu tun a výroba tak vůči loňskému červenci klesla o 4,6 %. Japonsko vytavilo 8,8 milionu tun (minus 4,9 %) a v Indii 7,7 milionu tun (plus 1,2 %). V EU Německo vyrobilo v červenci 3,6 milionu tun surové oceli a zaznamenalo tak plus o 4,7 %. V Rusku se výroba pohybovala kolem 6,0 milionu tun, což je oproti loňskému červenci minus 2,8 %. Ukrajina vytavila 1,9 milionu tun a zaznamenala tak pokles o 24,1 %. Vytíženost oceláren se v červenci pohybovala kolem 68,4 %, což je o 4,2 % horší než loni.

## Zcela evidentní ohrožení existence

*Salzgitter Zeitung*

22.08.2015

EU chce reformovat obchod s CO<sub>2</sub> certifikáty. Šéf koncernu Salzgitter se proto obává „odchodu“ oceli z Evropy. 15. července zveřejnila Evropská komise návrh zpřísnění směrnic k obchodu s certifikáty. Podle nových pravidel bude od roku 2021 mimo jiné snížen počet vydávaných certifikátů a bude zvýšena jejich cena z dnešních 7,40 € za tunu CO<sub>2</sub> na 25 €. Cílem je snížení emisí skleníkových plynů, škodících klimatu. Pro energeticky náročný ocelářský průmysl to bude znamenat zvýšení nákladů až o miliardu € ročně. Mluvčí koncernu Salzgitter k tomu prohlásil: „O miliardu € víc nemůžeme vydělat“. Kromě snížení počtu povolenek a zvýšení jejich ceny chce ale Evropská komise také snížit počet výjimek pro energeticky náročné obory – ocelárny, cementárny a chemii.

## Výrobci oceli využívají energeticky úsporné technologie – energetická dieta dělá ocelářský průmysl bezpečnější pro budoucnost

*Stahl und Eisen*

19.09.2015

Snížit náklady, efektivněji využívat zdroje energie – to platí především pro energeticky intenzivní sektor průmyslu jako je ocelářství. Z tohoto důvodu ocelářský průmysl výrazně investuje, aby využil úsporné potenciály, ale také proto, aby odlehčil životnímu prostředí. V popředí technických možností stojí: snižovat tepelné ztráty a využívat odpadní teplo. Elektrická pec v ocelárně spolyká často více elektrického proudu než některé menší město. Ale také klasická výroba v konvenční vysoké peci je velice energeticky intenzivní. Ocelárny se podílejí více než 6 % na celosvětových emisích kyslíčitého uhlíku. Politika tlačí na to, aby se vypouštění klimaticky škodlivých plynů redukovalo, současně se podniky snaží snížit podíl nákladů na energie v celkových nákladech. Z tohoto důvodu vzal například Feralpi Stahl ve svém německém působišti Riesa modernizační opatření kolem energetické efektivity útokem. Jsou popsány různé příklady nejlepší dostupné techniky, zvýšení kapacity výroby a úspory energií.

## Vliv velikosti teplosměnné plochy mezi odlévaným ingotem a kokilou na vnitřní jakost materiálu, ověřený numerickou simulací

### Effect of Size of the Heat Exchange Surface between the Cast Ingot and the Ingot Mould on the Material Inner Quality, Verified Numerical by Simulation

Ing. Vladislav Kurka, Ph.D.; Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D.

MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Pohraniční 693/31, 703 00 Ostrava-Vítkovice, Česká republika

*V práci je uveden pozitivní vliv zvětšení teplosměnné plochy mezi kokilou a odlévaným ingotem na vnitřní jakost materiálu s obsahem 1 % C a 1,5 % Cr. U kokilové sestavy složené z osmi šestitunových ingotů bylo simulováno odlévání v software Magma<sup>5</sup>, určeném k numerické simulaci odlévání a tuhnutí taveniny. Při zvětšení teplosměnné plochy bylo prioritou zachování délky ingotu a jeho průřezu z důvodu stejného stupně protváření v následném technologickém kroku. Úpravou se docílilo především snížení porozity ve střední části ingotu, a to na úkor mírného zhoršení segregace chromu.*

**Klíčová slova:** odlévání; vysokouhliková ocel; numerická simulace

*The authors describe the positive effect of increasing the heat exchange surface between the cast ingot and the ingot mould on the inner quality of material with 1 % C and 1.5 % Cr. Casting into a mould set composed of eight six-ton ingot moulds was simulated in software Magma<sup>5</sup>, designated for numerical simulation of casting and solidification of the melt. At increase of the heat exchange surface the priority was to preserve the length of the ingot and its cross-section due to the same degree of deformation in the next technological stage. We achieved particularly reduction of porosity, mainly in the central part of the ingot at the expense of slight deterioration of chromium segregation.*

**Keywords:** casting; high carbon steel; numerical simulation

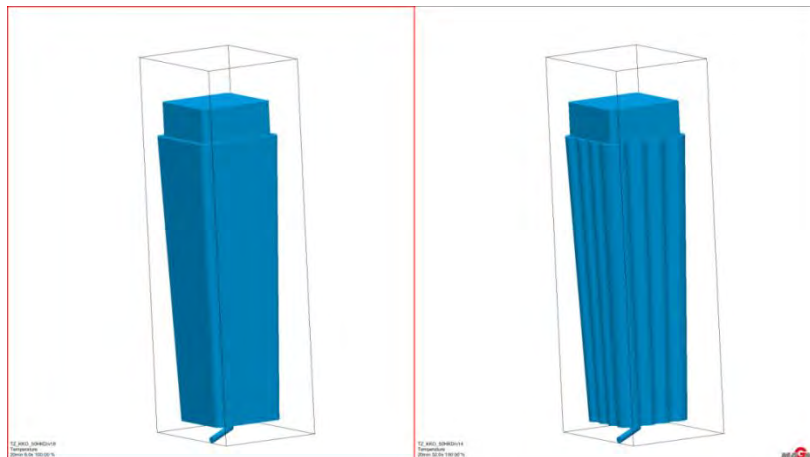
Předkládaná práce navazuje na dříve provedené numerické simulace [1] a pomocí zvětšení teplosměnné plochy posunuje možnosti redukce vnitřní porozity. Při tuhnutí se u ingotů rozvíjí procesy, které zhoršují jejich vnitřní jakost. Jedná se především o segregace a pórovitost v ose ingotů. Mikrosegregace prvků, kdy je obsah legujících prvků jiný na okraji oproti středu dendritického krystalu, je možné odstranit tvářením. Avšak makrosegregace prvků po výšce ingotu a pórovitost v ose ingotu jsou nežádoucí, negativně ovlivňují vnitřní kvalitu výkovku nebo vývalku a velmi těžce je lze tvářením eliminovat.

#### Zvětšení teplosměnné plochy kokily

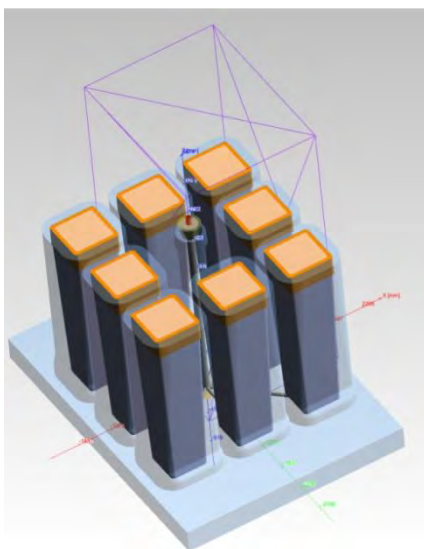
Tato práce porovnává vliv zvětšení teplosměnné plochy mezi odlévaným materiálem a kokilou na vnitřní jakost materiálu. Srovnávání bylo provedeno za stejných podmínek odlévání, při stejných teplotách a stejné rychlosti odlévání. Odmišení prvků a také vnitřní porozita během tuhnutí materiálu jsou, mimo jiné, způsobeny pomalejším chladnutím taveniny z odlévací teploty na teplotu likvidu, popř. solidu. Tato práce se zabývá odmišením uhlíku, chromu a redukcí vnitřní porozity u druhu oceli, která je pracovně označena jako Materiál. V nume-

rickém simulačním programu Magma<sup>5</sup> [2] byly provedeny simulace odlévání a tuhnutí Materiálu s vysokým obsahem uhlíku a chromu, dále jen simulace. Chemické složení Materiálu je uvedeno v tab. 1.

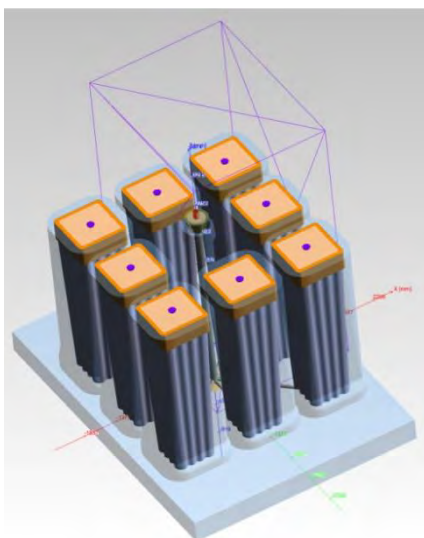
Zlepšení bylo realizováno pomocí úpravy kokily, a to zvětšením teplosměnné plochy mezi odlitým ingotem a kokilou o 9,24 %. Každý odlitý ingot má hmotnost 5 850 kg. Tvar odlitého normálního ingotu a ingotu se zvětšeným povrchem je uveden na obr. 1. Materiál byl odléván po dobu 1 260 s do licích sestav složených vždy z 8 kokil umístěných na jedné lici desce a plněných spodem z jednoho liciho kůlu. Rozmístění kokil na lici desce bylo v obou případech shodné (obr. 2 a 3). Každá lici sestava byla odlévána při dvou lících teplotách odpovídajících skutečnému stavu v provozních podmínkách, a to 1 501,4 °C a 1 495,8 °C. Celkem je tedy v této práci provedeno porovnání čtyř simulací: lici deska s normálním povrchem ingotu a teplotou liti 1 501,4 °C (označení N1) a 1 495,8 °C (označení N2) a lici deska s kokilami se zvětšeným povrchem a teplotu liti 1 501,4 °C (označení Z1) a 1 495,8 °C (označení Z2). Z hlediska výpočtového času jsou simulace provedeny pro čtvrtinu lici sestavy, neboť ingoty jsou na lících deskách umístěny symetricky.



Obr. 1 Porovnání tvarů odlitých ingotů s normálním povrchem (levý obrázek) a se zvětšeným, vlnitým povrchem (pravý obrázek)  
Fig. 1 Comparison of shapes of cast ingots with normal surface (left image) and with an increased corrugated surface (right image)



Obr. 2 Kokilová sestava s kokilami s normálním povrchem  
Fig. 2 Mould set with ingot moulds with normal surface

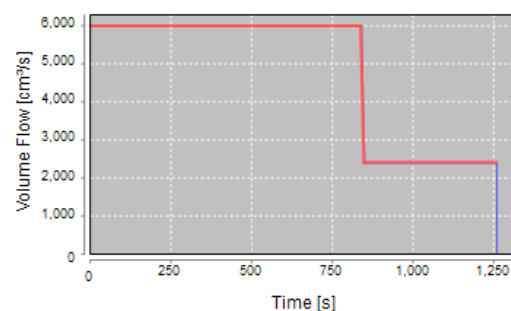


Obr. 3 Kokilová sestava s kokilami se zvětšeným povrchem  
Fig. 3 Mould set with ingot moulds with increased surface

Tab. 1 Chemické složení Materiálu (hm. %)  
Tab. 1 Material chemical composition (mass %)

Steel Composition	
Al (Aluminum)	0.0 %
C (Carbon)	1.0 %
Co (Cobalt)	0.0 %
Cr (Chromium)	1.5 %
Cu (Copper)	0.0 %
Mn (Manganese)	0.35 %
Mo (Molybdenum)	0.0 %
Ni (Nickel)	0.05 %
P (Phosphorus)	0.01 %
S (Sulfur)	0.002 %
Si (Silicon)	0.25 %
Ti (Titanium)	0.0 %
V (Vanadium)	0.0 %
W (Tungsten)	0.0 %

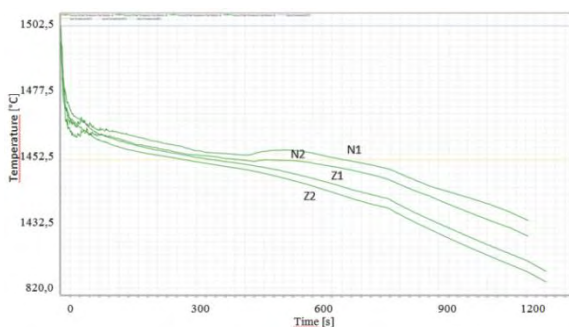
Rychlost plnění kokily byla u obou typů stejná a odpovídala technologické skutečnosti v provozu. Tělo ingotu bylo naplněno za 840 s a hlavový nástavec za 420 s. Průběh rychlosti plnění je přehledně vyobrazen na obr. 4.



Obr. 4 Rychlost plnění kokilové sestavy  
Fig. 4 Rate of filling of the mould set

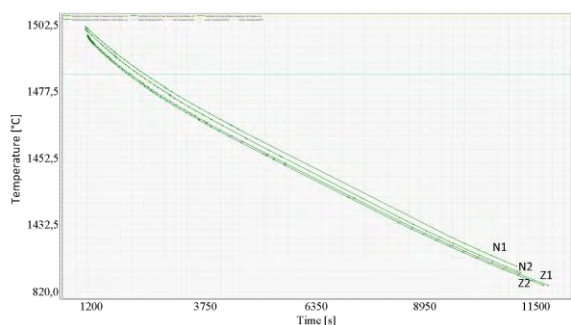
Větší styčná plocha ingotu a kokily má za následek rychlejší snižování průměrné teploty taveniny během odlévání. Z obr. 5 je patrné, že při stejné teplotě liti 1 501,4 °C je při odlévání po 200 s od začátku liti, větší teplota taveniny v normální kokile N1 oproti upravené Z1 o cca 3 °C. Na konci odlévání (1 260 s) je tato teplota vyšší o 15 °C. Stejný trend je také při odlévání

taveniny o teplotě 1495,8 °C. Tento rozdíl teplot (15 °C) se následně během tuhnutí zmenšuje a při vychladnutí do pokojové teploty činí 6 °C. Tento trend je stejný u obou variant: kokily N1 – Z1 a kokily N2 – Z2 a je zobrazen na obr. 6.



Obr. 5 Průměrná teplota taveniny během celého odlévání pro všechny čtyři varianty v časovém rozsahu 0 – 1 250 s

Fig. 5 Average temperature of the melt during whole casting for all four variants in the time interval from 0 to 1 250 s



Obr. 6 Průměrná teplota taveniny během celého odlévání pro všechny čtyři varianty v časovém rozsahu 750 - 12 000 s

Fig. 6 Average temperature of the melt during whole casting for all four variants in the time interval from 750 to 12 000 s

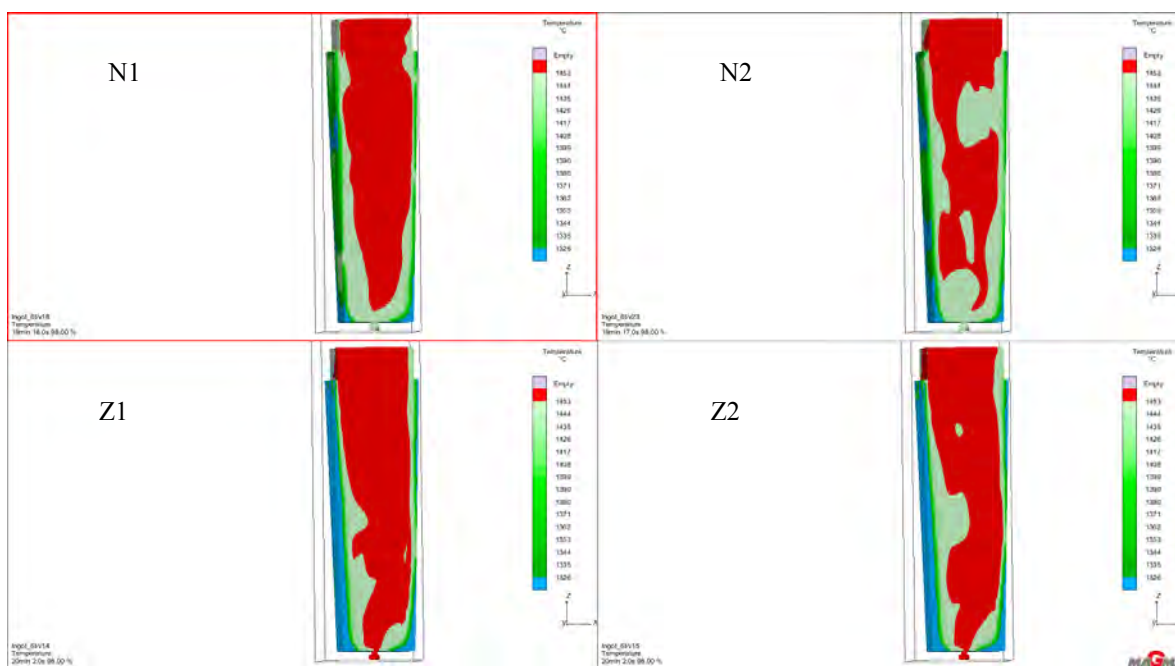
Již během odlévání dochází k tuhnutí taveniny (obr. 7), kdy kokila se zvětšeným povrchem vykazuje při 98 % naplnění kokily během odlévání větší podíl tuhé fáze Materiálu pod teplotou solidu.

Zatím nevysvětleným jevem ve srovnávaných simulacích je, že v intervalu podílu tuhé fáze 95 – 100 % se výrazně zrychlilo tuhnutí taveniny v normálních kokilách N oproti kokilám se zvětšeným povrchem Z (tab. 2).

Během tuhnutí taveniny v kokile dochází ke vzniku mikroporozity, kterou charakterizuje Niyamovo kritérium. Pravděpodobně vlivem větší rychlosti tuhnutí taveniny započaté během odlévání u upravené kokily oproti normální kokile (obr. 8) došlo ke zlepšení hodnoty Niyamova kritéria v upravené kokile Z1 a Z2 oproti kokile s normálním povrchem (obr. 9). Taktéž hodnota celkové porozity byla u ingotů se zvětšeným povrchem lepší (obr. 10).

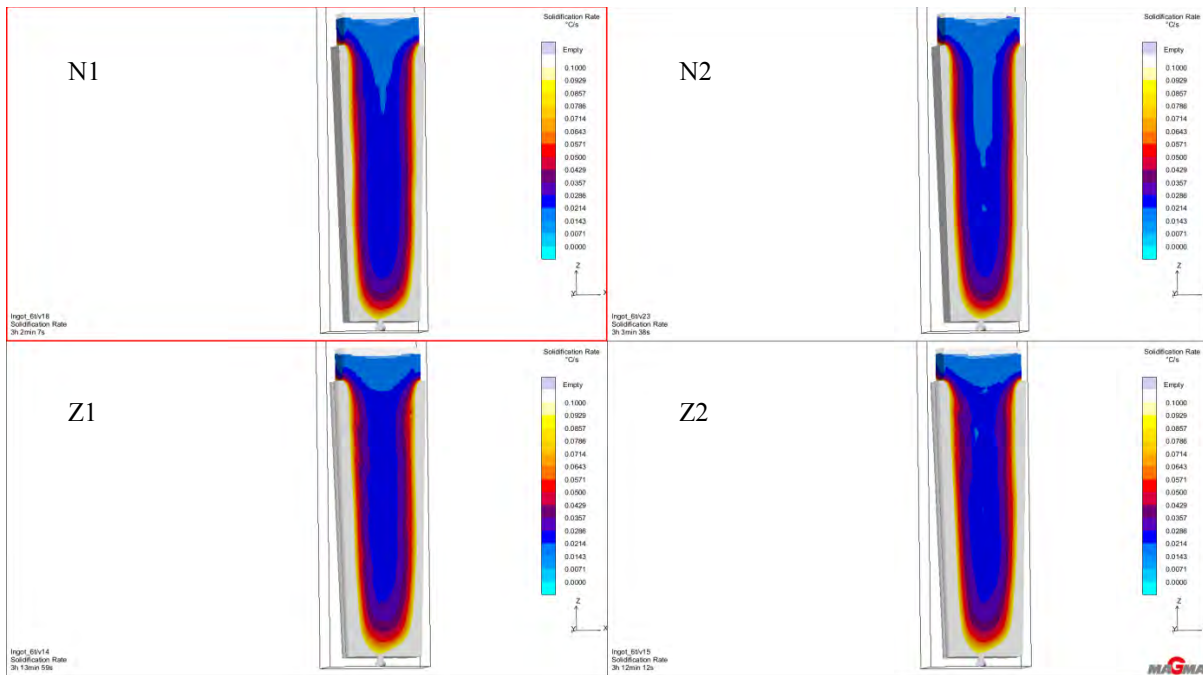
Tab. 2 Podíl utuhlé fáze v těle ingotu od počátku odlévání  
Tab. 2 Share of solidified phase in the ingot mould from the start of casting

Podíl tuhé fáze (%)	Čas od počátku odlévání pro jednotlivé			
	N1	N2	Z1	Z2
30	1 388	1 312	1 316	1 283
40	1 660	1 567	1 579	1 543
50	2 012	1 903	1 917	1 876
60	2 468	2 343	2 355	2 307
70	3 066	2 922	2 928	2 875
80	3 870	3 708	3 698	3 641
90	5 021	4 849	4 825	4 761
95	5 910	5 719	5 687	5 623
100	9 460	9 350	9 571	9 463

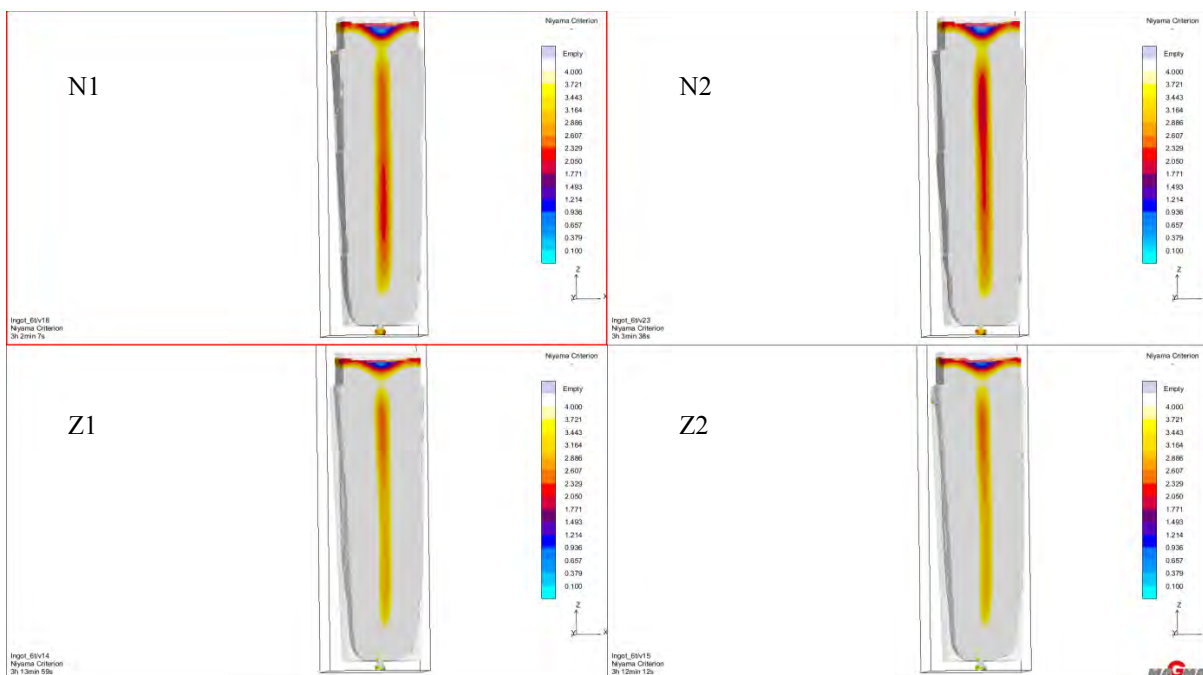


Obr. 7 Srovnání podílu tuhé (pod teplotou solidu modře) a kapalné fáze (nad teplotou likvidu červeně) při 98% naplnění kokily během odlévání pro normální (N1 a N2) a zvětšený povrch kokily (Z1 a Z2)

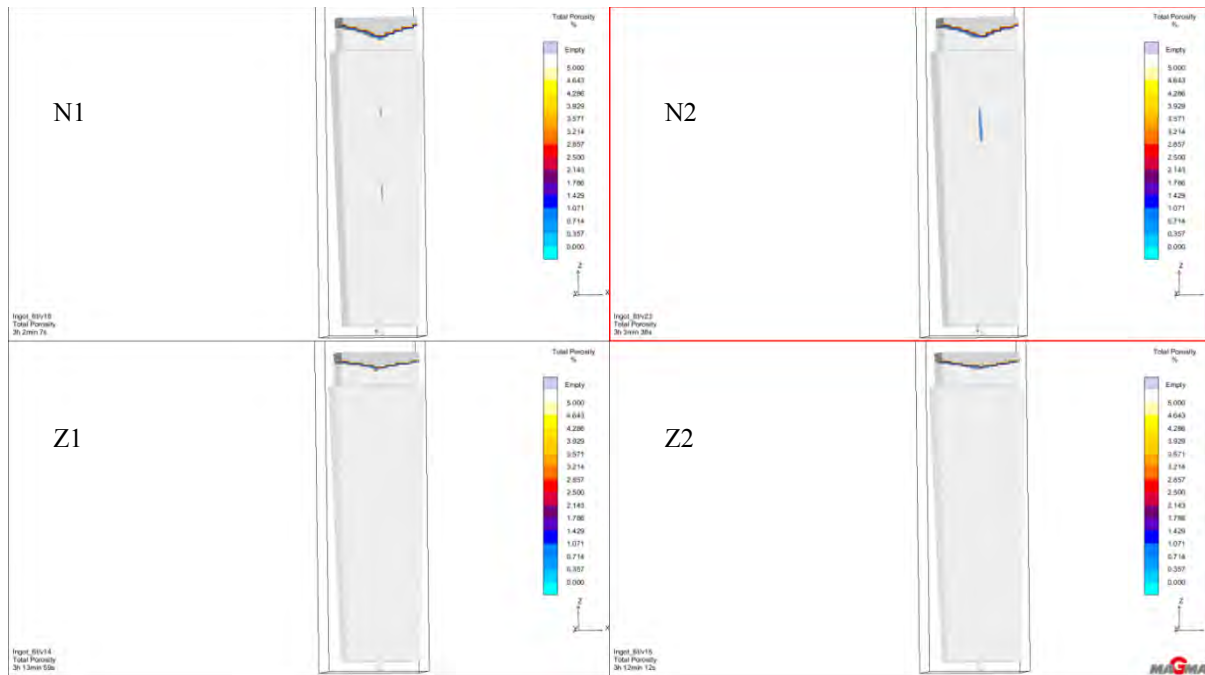
Fig. 7 Comparison of the share of solidified (below the solidus temperature – blue) and liquid phase (above the solidus temperature – red) at 98% filling of the ingot mould during casting, for normal (N1 and N2) and increased surface of the ingot mould (Z1 and Z2)



Obr. 8 Porovnání rychlosti chladnutí Materiálu pro normální (N1 a N2) a zvětšený povrch kokily (Z1 a Z2)  
Fig. 8 Comparison of the material cooling rate for normal (N1 and N2) and for increased surface of the ingot mould (Z1 and Z2)



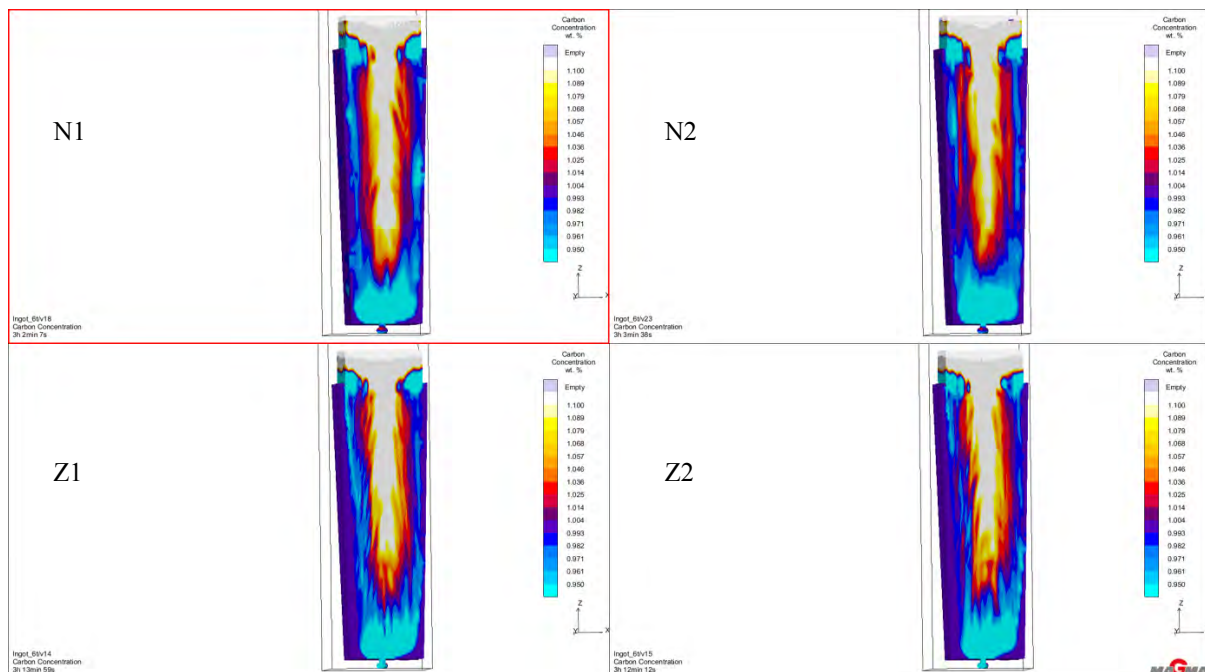
Obr. 9 Porovnání hodnoty Niyamova kritéria pro normální (N1 a N2) a zvětšený povrch kokily (Z1 a Z2)  
Fig. 9 Comparison of the value of the Niyama criterion for normal (N1 and N2) and for increased surface of the ingot mould (Z1 and Z2)



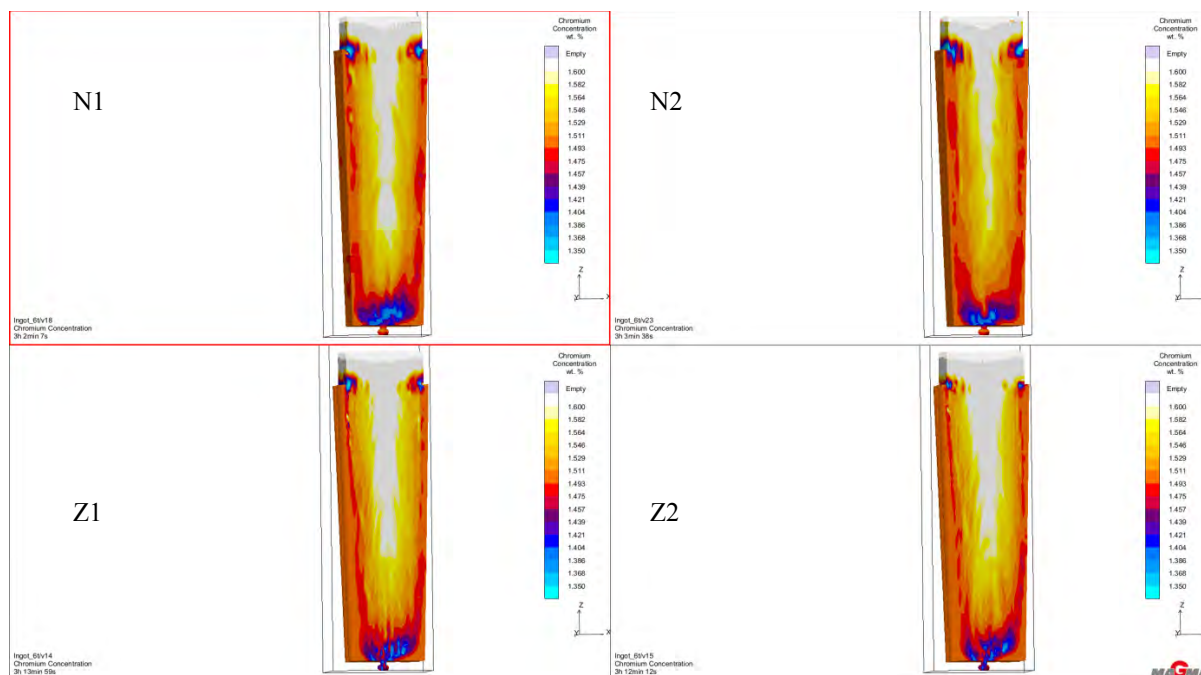
Obr. 10 Porovnání celkové porozity pro normální (N1 a N2) a zvětšený povrch kokily (Z1 a Z2)  
Fig. 10 Comparison of overall porosity for normal (N1 and N2) and for increased surface of the ingot mould (Z1 and Z2)

Z pohledu odmišení prvků v odlitém ingotu nebylo u uhlíku zaznamenáno žádné zlepšení při zvětšení styčné plochy kokily (obr. 11). Naopak při odmišení chromu je

vidět, že zvětšení povrchu kokily nepatrně zvýšilo jeho odmišení (obr. 12).



Obr. 11 Porovnání odmišení uhlíku pro normální (N1 a N2) a zvětšený povrch kokily (Z1 a Z2)  
Fig. 11 Comparison of carbon unmixing for normal (N1 and N2) and for increased surface of the ingot mould (Z1 and Z2)



Obr. 12 Porovnání odmišení chromu pro normální (N1 a N2) a zvětšený povrch kokily (Z1 a Z2)

Fig. 12 Comparison of chromium unmixing for normal (N1 and N2) and for increased surface of the ingot mould (Z1 and Z2)

## Diskuze a závěr

Při numerické simulaci lití osmi ingotů v software Magma<sup>5</sup>, určeném ke speciálním úlohám numerické simulace odlévání a tuhnutí taveniny, byl zjištěn pozitivní vliv na redukcí makro a mikro porozity zvětšením teplosměnné plochy o 9,24 % mezi kokilou a odlévaným ingotem u materiálu s obsahem 1 % C a 1,5 % Cr, a to při zachování délky ingotu a jeho průřezu z důvodu stejného stupně protváření v následné technologické operaci. Současně však bylo pozorováno mírné zhoršení segregace chromu.

Další práce budou pokračovat v optimalizaci vnitřního tvaru kokily a úpravě rychlostí lití, aby došlo k větší eliminaci vnitřní porozity a snížilo se odmišení prvků. Cílem bude také identifikace procesů, které ovlivňují rychlejší tuhnutí taveniny v normální kokile oproti

kokile se zvětšeným povrchem v intervalu 95-100 % podílu tuhé fáze.

## Poděkování

*Tato práce vznikla při řešení projektu č. LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum - program udržitelnosti" financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.*

## Literatura

- [1] PINDOR, J., KURKA, V., HUDZIECZEK, Z. Numerical Simulation of Casting and Solidification of High Carbon Steel. *Hutnické listy*, 67 (2014) 2. ISSN 0018-8069
- [2] Magma<sup>5</sup>. Software MAGMA Gießereitechnologie GmbH. 2015
- [3] BALCAR, M., SOCHOR, L., ŽELEZNÝ, R., FILA, P., MARTINEK, L., KRAUS, L., KEŠNER, D., BAŽAN, J. Výsledky ověření nového tvaru kokily typu 8K9,2 pro odlévání ingotů nástrojových ocelí. In *Metal 2007: 16<sup>th</sup> International Metallurgical & Material Conference*, Hradec nad Moravicí, 2007

## Nová technologie výroby oceli získává podporu EU

*Stahl und Eisen*

16.09.2015

Evropská Unie v červenci rozhodla, že podpoří zkoušky technologie Hisarna celkem 7,4 miliony €. Hisarna je jedním z celosvětově nejnadějnějších projektů, které by mohly výrazně snížit emise CO<sub>2</sub> při výrobě oceli. Tata Steel zkouší tuto technologii v holandském IJmuidenu od roku 2011. Pokud se nová vysokopecní technologie ukáže jako funkční a přenositelná do průmyslového měřítka, mohla by se výrazně zvýšit energetická efektivita při výrobě oceli a současně by se mohly až o 20 % snížit emise CO<sub>2</sub>. Výhoda této technologie je v tom, že činí dva energeticky intenzivní procesní kroky přebytečnými. Na rozdíl od výroby surového železa v konvenčních vysokých pecích se nemusí uhlí a železná ruda zpracovávat na koks, sintř nebo pelety, nýbrž jsou dodávány do vysoké pece jako prášek. V roce 2016 by měl proběhnout první dlouhodobý šestiměsíční test. Hisarna je společným projektem Tata Steel, důlní společnosti Rio Tinto a evropských výrobců oceli ArcelorMittal, ThyssenKrupp a VoestAlpine.

## Příprava a mikrostruktura předslitiny Ta-Al vhodné pro tavení a odlévání intermetalických sloučenin na bázi $\gamma$ -TiAl legovaných tantalem

### Preparation and Microstructure of Master Alloy Ta-Al Suitable for Melting and Casting of Intermetallics Compounds Based on $\gamma$ -TiAl Alloyed by Tantal

Ing. Jan Juřica; Ing. Tomáš Čegan, Ph.D.; Ing. Daniel Petlák

VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Regionální materiálově technologické centrum, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

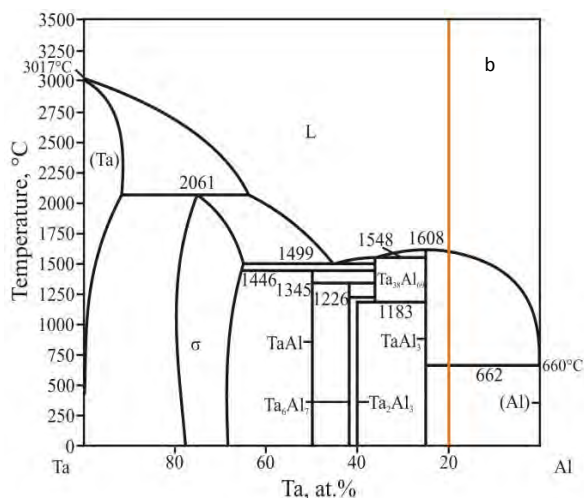
*Nízká hustota, dostatečná pevnost při vysokých teplotách a dobrá odolnost proti korozi předurčují slitiny na bázi  $\gamma$ -TiAl pro použití v automobilovém, leteckém a energetickém průmyslu jako vysokoteplotních konstrukčních materiálů odolávajícím agresivním prostředím a vysokým teplotám. V současné době je největší pozornost věnována slitinám čtvrté generace, a to především z důvodu poměrně snadné možnosti zjemnění velikosti zrna masivní transformací na  $\gamma_m$  fázi během tepelného zpracování a také z důvodu vhodné kombinace výsledných mechanických vlastností [1, 2]. Tento typ slitin však obsahuje relativně vysoká množství Ta (až 8 at.%). Vysoká teplota tání tohoto kovu (3 017 °C), zhoršuje přípravu produktů konvenčním odléváním, protože je nutné použít vyšší teploty, a tím obecně se prodlužuje celková doba tavení. To může vést ke zvýšení obsahu kyslíku v produktu a ke snížení mechanických vlastností. Použití Ta-Al předslitin pro přípravu výsledných slitin Ti-Al-Ta je tedy teoreticky velmi vhodné z důvodu snížení potřebné teploty během tavení. Tento článek uvádí vhodné podmínky přípravy plazmovým tavením (proudová hustota, rychlost posuvu, ochranná atmosféra, vsázka) pro dosažení vhodné čistoty a homogenity vybrané předslitiny Ta-80Al (at.%) s předpokládanou teplotou tání cca 1 600 – 1 650 °C. Připravené předslitiny byly studovány elektronovou mikroskopií v režimu zpětně odražených elektronů (BSE), energiově disperzní spektroskopii (EDS), rtg. difrakční analýzou (XRD) a teplota tání byla hodnocena diferenční termickou analýzou (DTA). Připravené předslitiny vykazovaly poměrně homogenní složení, dendritickou mikrostrukturu tvořenou fází  $TaAl_3$  a tuhým roztokem Ta v Al a také nízké obsahy kyslíku. Teplota tavení předslitin zjištěná metodou DTA byla 1 532 °C. DTA analýza tedy potvrdila nízké teploty tání připravených předslitin a tím i jejich vhodnost pro přípravu  $\gamma$ -TiAl slitin legovaných Ta.*

**Klíčová slova:** intermetalika; plazmové tavení; mikrostruktura; diferenční termická analýza (DTA)

*The advantage of  $\gamma$ -TiAl-based alloys, that is their low density, high temperature strength and oxidation resistance, makes them an attractive candidate for use in automotive, aerospace and power industry such as high temperature structural materials resistant to aggressive environments and high temperatures. Currently most attention is paid to the alloys of the fourth generation, mainly because of the relatively simple possibilities of refining the grain size of the massive transformation to  $\gamma_m$  phase during the heat treatment and also due to a suitable combination of resulting mechanical properties [1, 2]. However, this type of alloys contains relatively high amounts of Ta (up to 8 at. %). High melting point of this metal (3017 °C) deteriorates the preparation of products by conventional casting, because it is necessary to use higher temperatures and thus generally a longer total time of melting. This may result in increased oxygen content in the products and in decrease of mechanical properties. The use of Ta-Al master alloy for preparation of the resulting Ti-Al-Ta alloys is highly suitable because of reduction of temperature during melting. This article describes the preparation of selected master alloy Ta-80Al (at. %) with predicted melting point of approx. 1600 – 1650 °C by plasma melting. Optimal conditions for the preparation of these master alloys (current density, feed speed, protective atmosphere, charge) are to be characterised in order to maximise purity and homogeneity. The prepared alloys were studied by backscattered scanning electron microscopy (BSE), energy-dispersive spectrometry (EDS), X-ray diffraction analysis (XRD), and melting temperature was evaluated by differential thermal analysis (DTA). Prepared master alloy showed a relatively homogeneous alloy composition, microstructure comprised of dendritic phase  $TaAl_3$  and solid solution of Ta in Al, and it contained very low values of oxygen  $123 \pm 21$  wt. ppm. Melting temperature of this master alloy was 532 °C. The DTA analysis therefore confirmed low melting temperature of the prepared master alloy and thus its suitability for preparation of  $\gamma$ -TiAl alloys alloyed by Ta.*

**Keywords:** intermetallics; plasma melting; microstructure; differential thermal analysis (DTA)

Binární diagram zobrazený na obr. 1 v podstatě znázorňuje cíl tohoto experimentu, a to převést těžkotavitelný Ta, do formy předslitiny vhodné pro přípravu  $\gamma$ -TiAl intermetalik čtvrté generace, které zpravidla obsahují 5 – 8 % tohoto kovu [1, 2]. Vhodná předslitina by měla vyznačovat teplotou tání okolo 1600 °C, vysokou čistotou a nízkým obsahem intersticiálních prvků, především kyslíku. Vybrané chemické složení předslitiny bylo zvoleno Ta-80Al (at. %). Jak je vidět na binárním diagramu, předslitina tohoto složení se vyznačuje přijatelnou teplotou tání a také její chemické složení lze považovat za vhodné pro přípravu výsledných  $\gamma$ -TiAl slitin z hlediska snadné přípravy navážek.

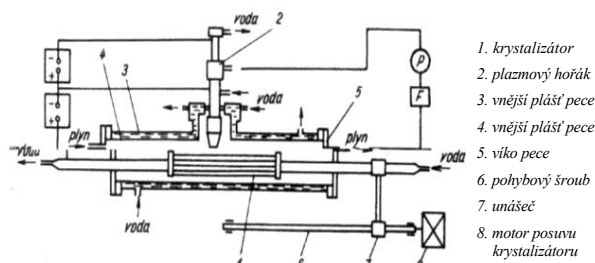


Obr. 1 Binární diagram Ta-Al s označeným chemickým složením předslitiny [3]

Fig. 1 Binary diagram of Ta-Al with marked chemical composition of the master alloy [3]

## 1. Experiment

Pro přípravu předslitiny Ta-80Al byla využita možnost přetavení v plazmové peci vybavené měděným, vodou chlazeným horizontálním krystalizátorem, jejíž zjednodušené schéma je znázorněno na obr. 2.



Obr. 2 Schéma plazmové pece s horizontálním krystalizátorem [4]

Fig. 2 Scheme of plasma furnace with horizontal mould [4]

Vsázku tvořil kusový materiál z čistých kovů v podobě destiček Al o maximálních rozměrech 30 × 40 × 10 mm a Ta drátu o maximálních rozměrech 3 × 10 mm. Tavení

proběhlo šestinásobným průchodem zóny za použitého výkonu plazmového sloupce v rozmezí 36 až 45 kW vzhledem k vysoké teplotě tání Ta za konstantního posuvu krystalizátoru rychlostí 0,5 cm·min<sup>-1</sup>. Inertní atmosféra během tavení byla zajištěna průtokem argonu čistoty 4N5 (rychlost proudění 27 l·min<sup>-1</sup>) komorou pece.

Vzorky pro metalografická pozorování byly připraveny standartními metalografickými metodami zahrnujícími broušení na brusných papírech o zrnitosti od 60 do 2000 a leštění suspenzí Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> s velikostí částic od 1 do 0,3 μm. Pro pozorování mikrostruktury a analýzu chemického složení byl použit skenovací elektronový mikroskop QUANTA FEG 450 vybavený sondou EDAX APOLLO X. Difraktogramy byly získány pomocí difraktometru Bruker D8 Advance vybaveném detektorem VANTEC 1. Měření byla provedena v reflexním režimu. Fázové složení bylo hodnoceno pomocí PDF-2 2004 databáze z International Centre for Diffraction Data. Obsah kyslíku byl měřen termoevoluční metodou na přístroji ELTRA ONH-2000. Pro vlastní měření byly vždy použity minimálně 3 kusy od každého vzorku. DTA analýza byla provedena s využitím experimentálního zařízení Setaram SetSys - 1750. Vzorky o rozměrech 3 × 3 × 3 mm, připravené elektrojiskrovým řezáním a broušením za mokra na brusném papíru o zrnitosti 600, byly analyzovány v korundových kelímcích s vnitřním nástřikem Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> při rychlosti ohřevu 10 °C·min<sup>-1</sup> v atmosféře argonu s čistotou 6N.

## 2. Výsledky a diskuze

Ukázka připraveného ingotu včetně označení provedených řezů je zobrazena na obr. 3.



Obr. 3 Ingot předslitiny TaAl-1 připravený plazmovým tavením  
Fig. 3 Ingot of master alloy TaAl-1 prepared by plasma melting

Tab. 1 uvádí zjištěné chemické složení metodou EDS v jednotlivých řezech připravených ingotů předslitin. Řezy byly provedeny vždy v přední a zadní části ingotu. Bylo zjištěno, že během tavení dochází k mírnému úbytku hmotnosti, což bylo nejspíše způsobeno odpařením části Al z důvodu velmi vysoké teploty taveniny. Tento úbytek hmotnosti činil přibližně 2 g u slitiny TaAl-1. Proto byly následující navážky upraveny, a to navýšením množství Al o 2 g u vsázek předslitin TaAl-2 a TaAl-3.

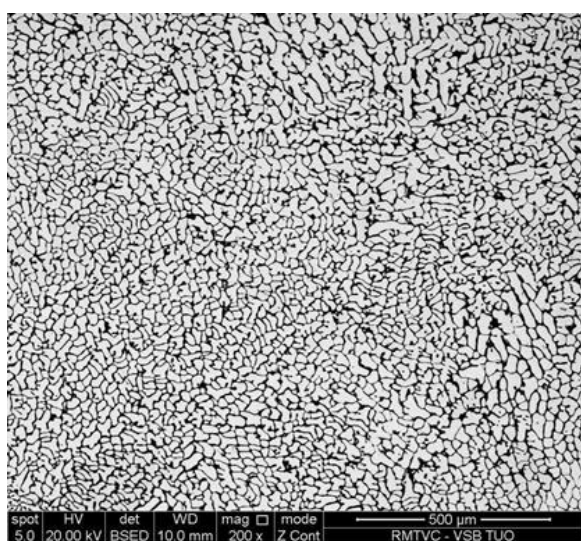
Tab. 1 Obsah Al v různých částech ingotů zjištěných metodou EDS  
Tab. 1 Al content in different parts of ingot detected by EDS

Označení předslitin	Nominální složení (at. %)	Naměřené složení EDS (at. %)	
		Přední část	Zadní část
TaAl-1	Ta-80Al	76,79 ± 3,00	78,43 ± 3,86
TaAl-2	Ta-80Al	78,87 ± 2,98	79,23 ± 3,02
TaAl-3	Ta-80Al	79,01 ± 4,01	81,72 ± 3,28

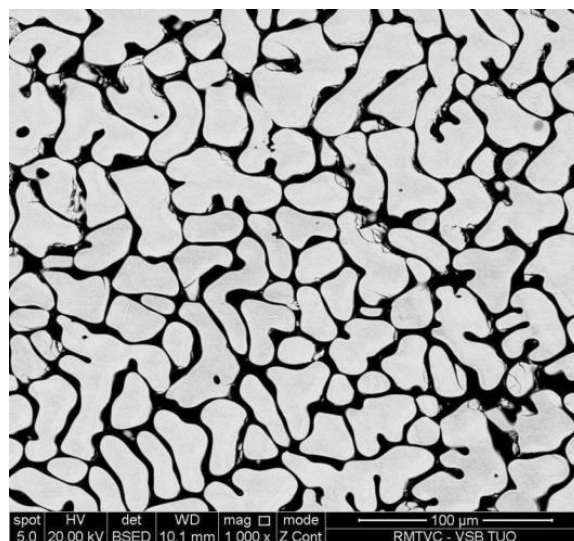
Z tab. 1 vyplývá, že u předslitiny, u které nebyla vsázka navýšena o příslušné množství Al, došlo ke snížení obsahu Al. U předslitin, u kterých byla vsázka navýšena, bylo snížení obsahu Al nižší. To potvrzuje fakt, že ke snížení hmotnosti po tavení došlo z důvodu odpaření části Al. Nicméně u všech předslitin, až na předslitinu TaAl-3, však byl zjištěný obsah Al nižší než nominální složení.

Zjištěné hodnoty chemického složení rovněž vykazují podstatné rozdíly v jednotlivých částech ingotu. To lze vysvětlit pomalým posuvem krystalizátoru a segregací Al. Nerovnoměrné rozložení prvků v ingotech předslitin však nepředstavuje zásadní problém, neboť pro přípravu slitin TiAlTa byl vždy využit téměř celý ingot. Zjištěné obsahy kyslíku v připravených předslitinách byly velmi nízké, a to 123 ± 21 hm. ppm.

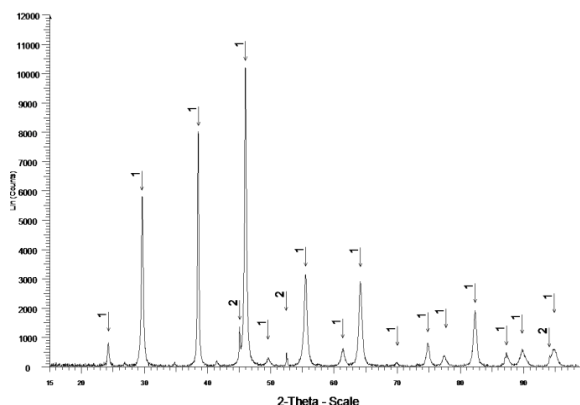
Na obr. 4 a obr. 5 jsou znázorněny BSE snímky mikrostruktury předslitiny TaAl-2. Struktura všech připravených předslitin byla dendritická a nevykazovala žádných výrazných změn u jednotlivých ingotů a částí ingotů. Zjištěné chemické složení dendritů a mezidendritických prostorů je uvedeno v tab. 2. Dle binárního diagramu systému Ta-Al (obr. 1) chemické složení dendritů odpovídá fázi TaAl<sub>3</sub> a chemické složení mezidendritických prostorů odpovídá tuhému roztoku Ta v Al. Výskyt těchto dvou fází byl také potvrzen rentgenovou difrakční analýzou (obr. 6).



Obr.4 BSE obrázek mikrostruktury předslitiny TaAl-2  
Fig. 4 BSE image of microstructure of master alloy TaAl-2



Obr.5 BSE obrázek mikrostruktury předslitiny TaAl-2  
Fig. 5 BSE image of microstructure of master alloy TaAl-2

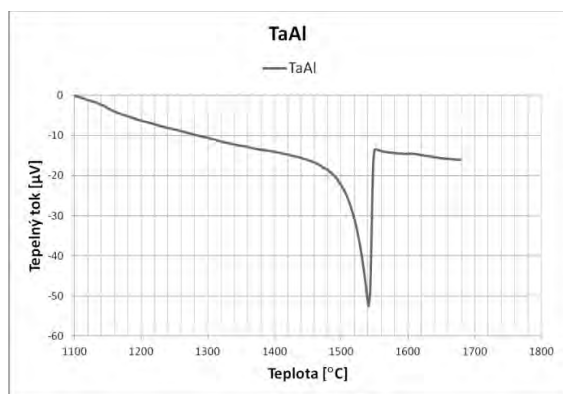


Obr. 6 Difraktogram předslitiny TaAl-2: 1-TaAl<sub>3</sub>; 2-Al  
Fig. 6 Diffraction pattern of TaAl-2 master alloy 1-TaAl<sub>3</sub>, 2-Al

Tab. 2 Chemické složení dendritů a mezidendritických prostorů  
Tab. 2 Chemical composition of dendrites and interdendritic areas

Obsah Al měřený pomocí EDS (at.%)		
Ingot	Dendrity	Mezidendritický prostor
TaAl-1	75,08 ± 0,19	99,73 ± 0,13
TaAl-2	75,18 ± 0,27	99,56 ± 0,35
TaAl-3	75,15 ± 0,21	99,71 ± 0,28

Výsledky diferenční termické analýzy předslitin jsou znázorněny na obr. 7. Zjištěná teplota liquidu předslitiny TaAl-2 je 1 541 °C. Teploty uváděné v obr. 7 jsou nekorigovaná data, které je nutné korigovat na teplotu tání čistého Pd (SN, kalibrační standard). Teplota tání Pd byla stanovena za stejných podmínek. Po korekci byla zjištěna teplota liquidu TaAl 1 532 °C.



Obr. 7 DTA křivka předslitiny TaAl-2  
Fig. 7 DTA curve of TaAl-2 master alloy

Uvedené předslitiny TaAl-2 a TaAl-3 byly následně použity jako vsázka spolu s čistým Ti, Al a Y pro přípravu odlitků, jejichž nominální složení znázorňuje tab. 3. Slitiny byly připraveny vakuovým indukčním tavením v kelímku SGV5-G s následným odstředivým litím do grafitové kokily za maximální teploty 1 700 °C a času stabilizace taveniny 30 s. Jak znázorňuje tab. 3. připravené slitiny vykazují homogenní složení a jen malé odchylky Ta a Al od složení nominálního, což potvrzuje vhodnost předslutin pro přípravu  $\gamma$ -TiAl intermetalik.

Tab. 3 Nominální a změřené chemické složení připravených  $\gamma$ -TiAl slitin (EDS)

Tab. 3 Nominal and measured chemical composition of the prepared  $\gamma$ -TiAl alloys (EDS)

Nominální složení (at.%)	Obsah Al	Obsah Ta
Ti-48Al-8Ta	48,71 ± 0,99	8,28 ± 0,79
Ti-47Al-8Ta	47,59 ± 1,09	8,59 ± 0,94

## 4. Závěr

Pomocí tavení v plazmové peci byly připraveny předslitiny TaAl o nominálním složení Ta-80Al (at.%). Tyto předslitiny obsahovaly velmi nízké hodnoty kyslíku, a to průměrně 123 ± 21 hm. ppm. Teplota tavení předslutin zjištěná metodou DTA byla 1 532 °C. DTA analýza tedy potvrdila nízké teploty tání připravených předslutin a tím i jejich vhodnost pro přípravu  $\gamma$ -TiAl slitin legovaných Ta.

## Poděkování

*Tato práce vznikla při řešení projektu č. LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum-program udržitelnosti" financovaného z Ministerstva školství, mládeže a tělovýchovy.*

## Literatura

- [1] IMAYEV, V. *Advanced Engineering Materials*, **10** (2008), 1095–1100
- [2] HU, D. *Intermetallics*, **15** (2007), 327–332
- [3] ASM International phase diagram database [cit. 2013-08-27] <http://www1.asminternational.org/asmenterprise/apd/>
- [4] KURSA, M. *Intermetalické sloučeniny TiAl a slitiny na jejich bázi.*, vyd. 1. Vysoká škola baňská – Technická univerzita Ostrava 2005. ISBN 80-248-0893-5

## US Steel škrtá 1100 pracovních míst a zastavuje provoz vysoké pece v Alabamě

*Stahl Aktuell*

19.08.2015

Zatížen obtížným tržním okolím bere výrobce oceli US Steel znovu do ruky červenou tužku. V Alabamě chce koncern zavřít vysokou pec a různé zušlechťovací provozy. Postiženo je tam 1.100 z celkem 2000 zaměstnanců. V důsledku těchto opatření se zvýší využití u oceli válcované naplocho. Odbory činí zodpovědnými dovozy z Číny. Čína se opět provinila porušením obchodních zákonů, aby zachránila své státní podniky, zní obvinění. „Američtí dělníci za to musí zaplatit“. US Steel od nástupu Maria Longhiho do funkce předsedy představenstva před dvěma lety snížil náklady tím, že zavřel četné závody. V pěti z uplynulých šesti let psal podnik červená čísla. Longhi před krátkou dobou prohlásil, že při přestavbě tradičního podniku „je možné všechno“.

## Turecko zahajuje antidumpingové vyšetřování

*EDELSTAHL Aktuell Weekly News Update*

27.08.2015

Turecké ministerstvo hospodářství oznámilo, že zavádí antidumpingové vyšetřování ohledně za studena válcovaných výrobků z ušlechtilé oceli z Číny a Tchaj-wanu. Důvodem pro zahájení je údajně stížnost tureckého výrobce ušlechtilé oceli Posco Assan TST.

## Vliv předchozí deformace na fázovou transformaci v průběhu ochlazování válcovaných tyčí z nízkouhlíkové oceli

### Effect of the Previous Deformation on the Phase Transformation in the Course of Cooling of the Rolled Bars from Mild Steel

prof. Ing. Ivo Schindler, CSc.<sup>1</sup>; Ing. Stanislav Rusz, Ph.D.<sup>1</sup>; Ing. Petr Kawulok, Ph.D.<sup>1</sup>; Ing. Rostislav Kawulok<sup>1</sup>; Ing. Petr Opěla<sup>1</sup>; Ing. Zdeněk Solowski<sup>2</sup>

<sup>1</sup> VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

<sup>2</sup> Třinecké železářny, a. s., Technologie a výzkum, Průmyslová 1000, 739 70 Třinec-Staré Město, Česká republika

*Na laboratorní válcovně byly spojitě válcovány tyče z nízkouhlíkové oceli S235JR z průměru 15,8 mm na průměr 9,8 mm. Specificky definovaná teplota fázové transformace  $A_r$  byla určována ze závislosti čas – povrchová teplota registrovaných teplotními skenery během volného ochlazování vývalků. V závislosti na teplotě doválcování, která činila 1 200 až 800 °C, se měnila hodnota  $A_r$  v rozmezí od 763 do 786 °C. Při volném ochlazování neválcované tyče shodného rozměru z teploty ohřevu 1 000 °C byla zjištěna hodnota  $A_r = 730$  °C. Byl tak prokázán akcelerační účinek předchozí deformace na kinetiku fázové transformace, projevující se především prostřednictvím zjemňování výchozího zrna statickou rekrytalizací. Získané výsledky korespondují s rozpadovými diagramy oceli S235JR typu CCT (bez předchozí deformace) a DCCT (po deformaci 0,35), kdy se hodnota  $A_r$  pohybovala v rozmezí 777 až 806 °C.*

**Klíčová slova:** nízkouhlíková ocel; laboratorní válcování za tepla; fázová transformace ovlivněná deformací; rozpadové diagramy

*Rods from mild steel S235JR were rolled in the laboratory continuous mill from the diameter 15.8 mm to the diameter 9.8 mm. Specifically defined temperature of the phase transformation  $A_r$  was determined from the surface temperature – time curves registered by the temperature scanners in the course of free cooling of the rolled products. The  $A_r$  value increased from 763 to 786 °C with descending rolling temperature (i.e. from 1200 to 800 °C). Value  $A_r = 730$  °C was obtained at free cooling of the non-deformed rod of the same diameter from the heating temperature 1 000 °C. In this way the accelerating effect of the previous deformation on the phase transformation kinetics was proven, manifesting itself mainly by refinement of the initial grain by the static recrystallization. The obtained results correspond to CCT and DCCT diagrams (after strain 0.35) of the steel S235JR, when the  $A_r$  value ranged from 777 to 806 °C. The performed tests illustrate the useful cooperation of plastometric and rolling experiments, as well as the possibilities of a simple study of a non-isothermal decomposition of austenite kinetics (including the influence of previous hot deformation) by means of the cooling curves measurement and analysis.*

**Key words:** mild steel; laboratory hot rolling; phase transformation influenced by deformation; CCT and DCCT diagrams

Pro dosažení výsledné struktury a mechanických vlastností hraje klíčovou roli ochlazování materiálu po jeho válcování za tepla, a to ve spojení s doválcovací teplotou [1, 2]. V případě válcování oceli vyznačující se fázovou transformací (např. austenit/ferit) v průběhu ochlazování hotového výrobku je důležitý rozdíl mezi teplotou doválcovací a teplotou transformační. Pokud je doválcovací teplota značně vyšší, po posledním úběru stihne deformací protažené austenitické zrna zrekrytalizovat a před fázovou transformací i zhrubnout, což se negativně projeví hrubozrnností výsledné struktury (složené např. z feritu a perlitu) [1 – 3]. Doválcování těsně nad transformační teplotou může naopak způsobit akceleraci příslušné fázové přeměny vlivem neuzdrave-

ného podílu deformačně zpevněné struktury [1 – 5]. Tuto složitou problematiku pomáhají řešit diagramy anizotermického rozpadu austenitu (ARA, resp. CCT), konstruované nejčastěji pomocí dilatometrie pro konkrétní materiál [4, 6]. Experimenty dříve prováděné na dilatometrickém modulu plastometru Gleeble 3800 na VŠB – TU Ostrava ukázaly jisté principiální problémy při interpretaci výsledků takovýchto testů, zejména při konstrukci rozpadových diagramů s vlivem předchozí deformace (DCCT) [2, 3, 7, 8]. Nejde jen o velikost aplikované deformace, ale i o teplotu deformace a velikost výchozího austenitického zrna (měnitelnou prostřednictvím parametrů ohřevu před vlastním zkoušením) [8 – 16].

Ačkoliv se vlivem těchto parametrů na kinetiku jednotlivých fázových přeměn zabývala celá řada autorů a prací [9 – 16], tak stále není tato problematika zcela jasně a definitivně objasněna. Existuje však obecný předpoklad, že s vlivem předchozí deformace bývají akcelerovány přeměny řízené difúzí (feritická a perlitická přeměna), jelikož deformací se zvyšuje množství mřížkových poruch, což podporuje difúzi všech atomů v tuhém roztoku a vede k rychlejší nukleaci i růstu zárodků nové fáze [5, 9, 13, 14]. Ani to však nemusí být pro všechny typy ocelí pravidlem, jelikož v některých případech se lze setkat i s mírným zpožděním těchto přeměn, což je způsobeno dostatečně dlouhým časem pro uzdravení deformované struktury vlivem rekrystalizace [8, 9]. V případě ovlivnění bainitické transformace předešlou deformací není jasně definovaný charakter tohoto vlivu a liší se v závislosti na velikosti deformace a především na chemickém složení [5, 9 – 11]. Pokud se jedná o transformaci martenzitickou, tak se předpokládá, že vlivem deformace se teplota martenzit start posunuje mírně dolů, jelikož při deformaci austenitu vzniká hustá dislokační síť, která brzdí postup fázového rozhraní a navzdory velkému počtu zárodků bývá podíl nové fáze menší než v případě transformace nedeformovaného austenitu, a to hlavně u větších rychlostí ochlazování [2, 12, 15]. Ovšem i zde je možné se setkat s protichůdnými jevy, které jsou vysvětlovány různými způsoby [3, 9]. Nezanedbatelný vliv na kinetiku transformací má i teplota ohřevu, resp. teplota případné předešlé deformace [2, 3, 8, 9, 16]. S rostoucí teplotou ohřevu dochází k oddálení všech transformací v porovnání s nižšími teplotami ohřevu vlivem delších ochlazovacích časů [3, 8]. Navíc s rostoucí teplotou ohřevu dochází i k exponenciálnímu nárůstu velikosti austenitického zrna, což má zásadní dopad na kinetiku fázových přeměn, a předpokládá se, že vlivem takto zhrublého zrna dochází ke zpomalení kinetiky transformací vlivem menšího počtu zárodečných míst [8, 9, 16].

Z praktického hlediska přistupuje ještě další problém, spojený s aktuální rychlostí ochlazování daného vývalku. Diagramy typu CCT i DCCT jsou konstruovány na základě sady dilatometrických testů, prováděných při různých, vždy ale konstantních rychlostech ochlazování [2, 3, 8]. Rychlost ochlazování ocelového vývalku volně na chladicím loži však konstantní ani zdaleka není. Nejen že postupně klesá se snižující se teplotou, ale do průběhu křivky chladnutí promlouvají i fázové transformace doprovázené diskontinuálními změnami entalpie (ve spojitosti s vývojem latentního tepla transformace) – díky tomu může v jistých okamžicích teplota materiálu dokonce růst, jak bylo popsáno např. u perlitické přeměny [4, 9]. Důležitá je tedy kombinace poznatků o kinetice fázových transformací dané oceli (viz rozpadové diagramy) s údaji o reálné ochlazovací rychlosti při teplotách spojených se zahájením těchto přeměn. Provedené experimentální práce vhodně propojují přednosti plastometrických studií s aplikačními možnostmi laboratorní polospojité válcovny tyčí na VŠB – TU Ostrava a s analýzou ochlazovacích křivek získaných na

vývalcích měření a registraci jejich povrchových teplot prostřednictvím teplotních skenerů [7, 17]. Cílem bylo kvantifikovat vliv předchozích teplotně-deformačních podmínek na kinetiku rozpadu austenitu během chlazení vývalků z nelegované jakostní konstrukční oceli S235JR (dle ČSN EN 10025-2: 2005) [18].

## 1. Válcovací experimenty

Zkušební nízkouhlíková ocel měla následující chemické složení v hm. %: 0,085 C – 0,68 Mn – 0,22 Si – 0,028 P – 0,012 S – 0,004 Al. Tyče kruhového průřezu o průměru 20 mm byly po ohřevu na teplotu 1050 °C nejprve vyválcovány na tyče o průměru 15,8 mm, a to dvěma reverzními průchody na předválcovací stolici s kalibrací plochý ovál/kruh – viz obr. 1. Ploché ovály jsou při různém nastavení válcovací mezery získávány pomocí hladké části válců (uprostřed, mezi dvojicí a trojicí kruhových kalibrů) [17].



Obr. 1 Předválcovací stolice s max. průměrem válců 350 mm  
Fig. 1 Roughing mill with the maximum roll diameter of 350 mm

Po částečném vychladnutí byly vývalky nastříhány na tyče o délce 0,9 m, předehřívány po dobu 30 minut na teplotě 1 000 °C v elektrické odporové peci a pak (po případném zchladnutí kontrolovaném pyrometrem) přemístěny do druhé pece podobného typu, vyhřáté na konkrétní teplotu  $T_a$  (°C). Po vyrovnávací výdrží na dané teplotě (800 až 1 000 °C) následovalo válcování dané tyče čtyřmi průchody ve spojitém pořadí laboratorní válcovny (obr. 2).



Obr. 2 Čtyřstolicové spojitě pořadí laboratorní válcovny tyčí  
Fig. 2 Continuous four-stands train of the laboratory bar-rolling mill

Mezistolicová vzdálenost byla cca 1 m, obvodová rychlost válců v první stolici byla nastavena na  $1,0 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ , čemuž odpovídala obvodová rychlost válců ve čtvrté stolici  $2,0 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ . Pracovní průměry válců se pohybovaly v rozmezí 192 až 197 mm. První a třetí stolice spojitěho pořadí jsou horizontální a válcují z kruhu ploché ovály (obr. 3), vertikální stolice číslo 2 a 4 válcují při daném nastavení z plochých oválů tyče kruhového průřezu o průměru 12,3 mm, resp. 9,8 mm [17].



Obr. 3 Stolice číslo 1 a 2 spojitěho pořadí  
Fig. 3 Stands Nos. 1 and 2 of the continuous train

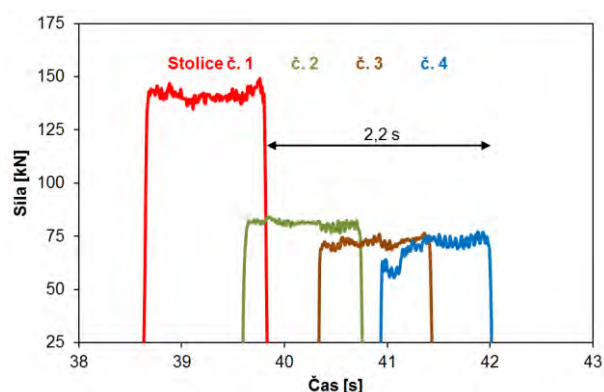
Každý hotový vývalek – tyč o nominálním průměru 9,8 mm – byl nasměrován do úseku volného chlazení na válečkovém dopravníku (obr. 4), kde byla v místě neovlivněném studenými válečky měřena teplotním skenerem LandScan jeho povrchová teplota, a získána tak ochlazovací křivka do teploty cca 400 °C.



Obr. 4 Měření povrchové teploty skenerem LandScan (LSP) během volného ochlazování vývalku na vzduchu (uprostřed – modrá konstrukce válečkového dopravníku; zeleně kalící vana vlevo, resp. systém zrychleného ochlazování tlakovou vodou vpravo)  
Fig. 4 Measurement of the surface temperature in the course of free cooling of the rolled product by temperature scanners LandScan

Graf na obr. 5 ukazuje příklad časové závislosti celkové válcovací síly, registrované pro všechny čtyři stolice spojitěho pořadí, jejíž průběh prokazuje, že válcovaný

polotovár je v každém okamžiku tvářen současně dvěma až třemi stolicemi. K intenzivnímu protváření konkrétní části tyče celkem čtyřmi úběry dojde zhruba během 2,2 s.

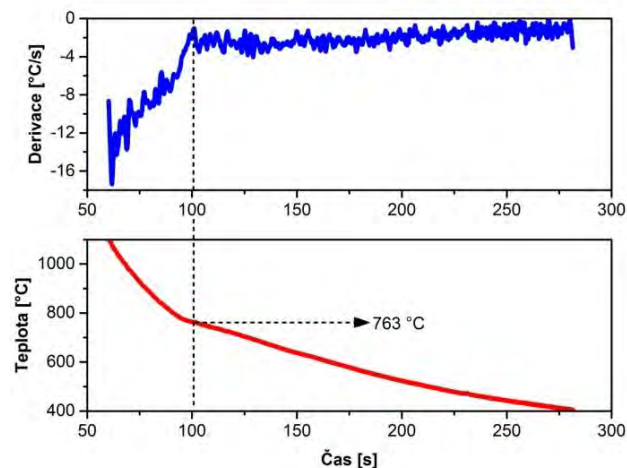


Obr. 5 Síly naměřené při spojitěm válcování tyče z teploty 800 °C  
Fig. 5 Roll forces measured at continuous rolling of bar at the temperature 800 °C

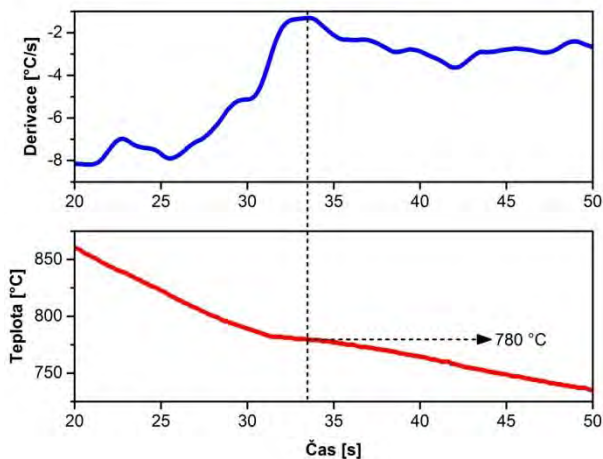
Doplňkově byly provedeny ještě dva další experimenty, při nichž byla měřena ochlazovací křivka tyče válcované po ohřevu na 1200 °C, resp. tyče průměru 9,8 mm jen ohřáté na teplotu 1000 °C a dále již neválcované.

## 2. Analýza ochlazovacích křivek

Registrované časové závislosti teploty, získané při ochlazování jednotlivých tyčí, byly vyhlazeny a derivovány v softwaru Origin. První derivací tak byly vypočteny rychlosti ochlazování v každém okamžiku, pohybující se v rozsahu cca  $0,5$  až  $14 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  – viz např. obr. 6 a 7. U každé křivky byla určena teplota  $A_r$  (°C) v místě lokálního maxima derivace. Takto definovaná teplota nabývá za daných podmínek hodnot mezi teplotami  $A_{r3}$  a  $A_{r1}$  a její předností je přesnost a objektivita, s jakou může být určena (na rozdíl od vlastních teplot  $A_{r3}$  a  $A_{r1}$ , které zato mají jednoznačnější fyzikální význam).

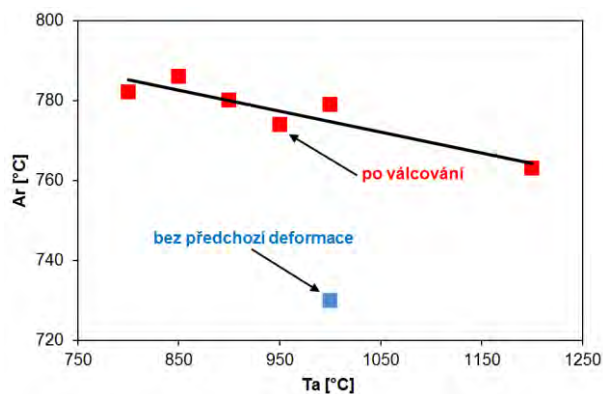


Obr. 6 Analýza ochlazovací křivky (válcování z teploty 1 200 °C)  
Fig. 6 Analysis of the cooling curve (rolling at temperature 1 200 °C)



Obr. 7 Analýza části ochlazovací křivky (válcování z teploty 900 °C)  
Fig. 7 Analysis of the part of cooling curve (rolling at temperature 900 °C)

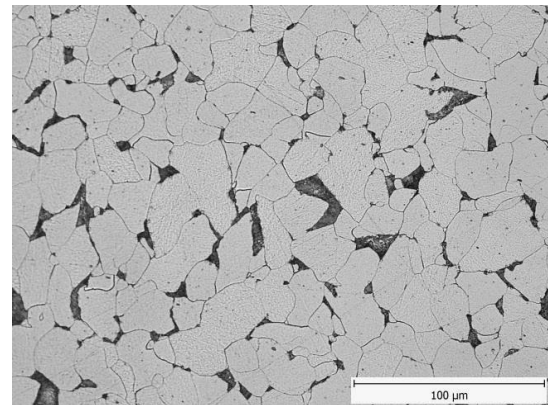
Graf na obr. 8 ukazuje, že s klesající teplotou válcování (zde definovanou jako  $T_a$ , což je přísně vzato teplota ohřevu a počátku válcování) roste teplota  $A_r$ . To dokazuje kombinovaný účinek menší velikosti výchozího zrna a deformačního zpevnění na akceleraci rozpadu austenitu. Z daného trendu se zásadně vymyká hodnota  $A_r$  naměřená pro  $T_a = 1\ 000\ ^\circ\text{C}$  bez předchozí deformace. Jestliže válcování při  $T_a = 1\ 200\ ^\circ\text{C}$  vedlo k naměřené hodnotě  $A_r = 763\ ^\circ\text{C}$  a při  $T_a = 850\ ^\circ\text{C}$  k hodnotě  $A_r = 786\ ^\circ\text{C}$ , srovnání hodnot  $A_r$  získaných po ochlazování z teploty  $1\ 000\ ^\circ\text{C}$  ukázalo mnohem výraznější rozdíly:  $A_r = 779\ ^\circ\text{C}$  po válcování, resp.  $A_r = 730\ ^\circ\text{C}$  bez předchozí deformace.



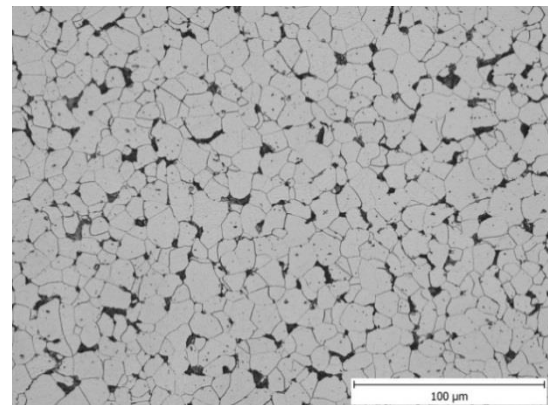
Obr. 8 Vliv teploty  $T_a$  na teplotu fázové transformace  $A_r$   
Fig. 8 Influence of rolling temperature  $T_a$  on the phase transformation temperature  $A_r$

### 3. Výsledná velikost zrna

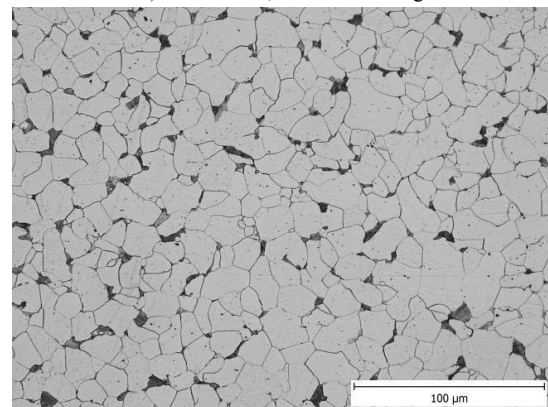
Vzhledem k chemickému složení a potažmo nízké prokalitelnosti zkoumané oceli je prakticky vyloučeno určení velikosti austenitického zrna vstupujícího do fázové transformace v průběhu ochlazování. Bylo však snadné zjistit velikost výsledných zrn feritu, a to lineární průsečkovou metodou [18] s využitím metalografických snímků mikrostruktury jednotlivých tyčí (v ose příčného řezu) – viz obr. 9.



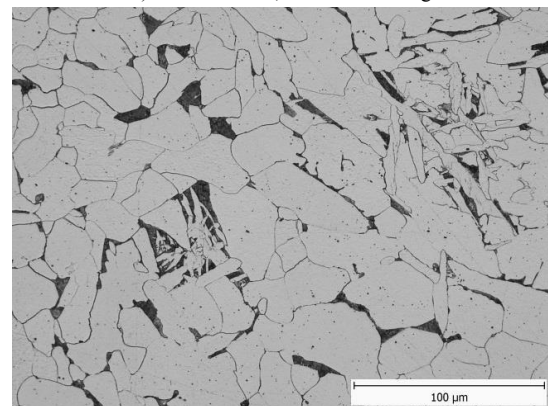
a)  $T_a = 1\ 200\ ^\circ\text{C}$ , válcování/rolling



b)  $T_a = 800\ ^\circ\text{C}$ , válcování/rolling



c)  $T_a = 1\ 000\ ^\circ\text{C}$ , válcování/rolling

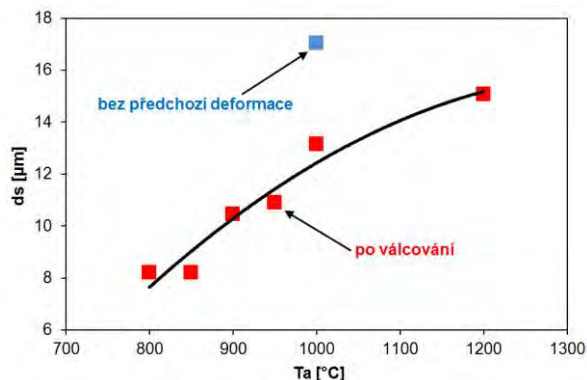


d) po ohřevu na  $1\ 000\ ^\circ\text{C}$ , bez deformace (without deformation)

Obr. 9 Příklady finální mikrostruktury pro různé teplotně-deformační podmínky

Fig. 9 Examples of the final microstructure at various temperature-deformation conditions

Nedeformovaný vzorek (obr. 9d) vyniká hrubozrnnou a heterogenní strukturou, v níž lze nalézt velká hnízda zákalných fází. Je zřejmé, jak zásadní je vliv výchozí velikosti austenitického zrna (po pouhém ohřevu, nebo po deformaci a rekrystalizaci) na kinetiku fázových transformací řízených difúzí. Graficky lze získané údaje prezentovat pomocí obr. 10. Z jednoznačného trendu závislosti středního průměru zrna  $d_s$  [ $\mu\text{m}$ ] na teplotě  $T_a$ , platné pro stav po válcování, se vymyká bod odpovídající podmínkám ochlazování z teploty 1 000 °C bez účinku deformace a zjemnění austenitického zrna statickou rekrystalizací.



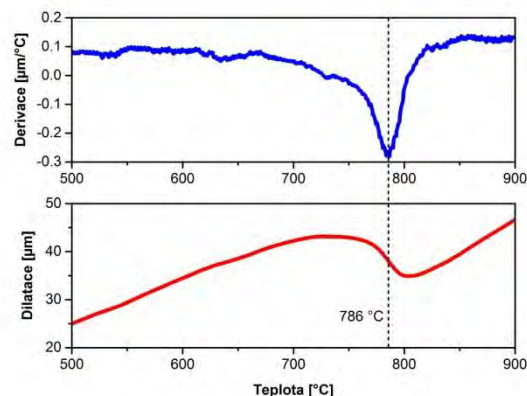
Obr. 10 Vliv teploty  $T_a$  na výsledný střední průměr zrna  
Fig. 10 Influence of the rolling temperature on grain size

#### 4. Rozpadové diagramy

Pro omezený rozsah ochlazovacích rychlostí 0,5 až 15  $\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ , dosahovaných při volném chladnutí laboratorních vývalků, byly sestaveny rozpadové diagramy CCT a DCCT zkoumané oceli. Potřebné údaje o teplotách fázových transformací byly získány pomocí dilatometrického modulu plastometru Gleeble 3800, jehož základní předností je možnost zkoumat na jednom zařízení kombinovaný vliv rychlosti ochlazování a definované předchozí deformace [7]. Válcovité vzorky, vyrobené z laboratorních vývalků, měly průměr 6 mm a délku 86 mm. Byly jednotně austenitizovány při teplotě 900 °C po dobu 120 s a případně při této teplotě bezprostředně před zahájením ochlazovací fáze deformovány jednoosým tlakem při skutečné (logaritmické) deformaci o hodnotě 0,35.

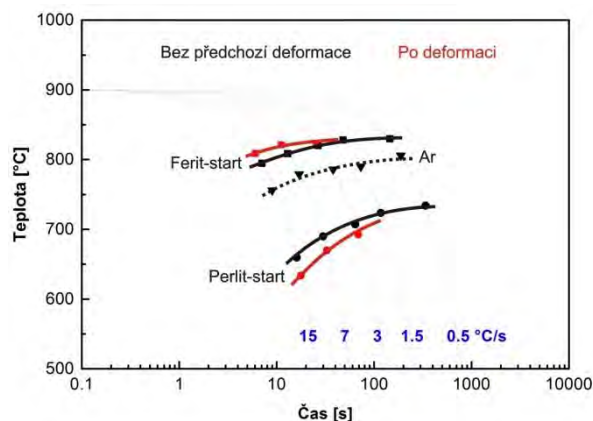
Poloautomatický CCT software spolupracující s dilatometrickým modulem plastometru poskytl údaje o teplotách odpovídajících počátku feritické, resp. perlitické transformace. Analýzou dilatačních křivek byly určeny teploty  $A_r$  obdobně jako v případě křivek ochlazovacích – viz příklad na obr. 11. Hodnoty  $A_r$  se při ochlazování konstantní rychlostí pohybovaly v intervalu 777 až 806 °C a prakticky nebyly ovlivněny předchozí deformací, i když ta se v případě křivek Ferit-start a Perlit-start mírně projevila, jak dokumentuje obr. 12. Zvyšování rychlosti ochlazování vede k akceleraci feritické transformace a naopak k posunu počátku perlitické transformace směrem k delším časům. Předchozí

deformace se pravděpodobně projevuje přes velikost rekrystalizovaného austenitického zrna, nikoli přes vlastní deformační zpevnění, protože austenitizační teplota 900 °C je dosti vysoká.



Obr. 11 Analýza dilatační křivky a stanovení teploty  $A_r$  pro rychlost ochlazování 3  $\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$

Fig. 11 Analysis of the dilatation curves and determination of the temperature  $A_r$  for cooling rate 3  $\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$



Obr. 12 Rozpadové diagramy zkoumané oceli

Fig. 12 CCT and DCCT diagram of the tested steel

#### Závěr

Spojitém válcováním tyčí o průměru 15,8 mm na tyče o průměru 9,8 mm byla za různých teplot (800 až 1 200 °C) vnesena do nízkouhlíkové oceli S235JR značná deformace, projevující se na kinetice fázových transformací vývalku v průběhu volného chlazení na vzduchu.

Pro srovnávací účely byly získané ochlazovací křivky derivovány a v místě lokálního maxima derivace byla určována teplota  $A_r$ , ležící mezi teplotami  $A_{r3}$  a  $A_{r1}$ . Tato veličina nemá jednoznačný fyzikální význam a v této fázi prací byla definována zejména s ohledem na snadnost a přesnost jejího stanovování. Pro praktické účely (např. při určování vhodné dovalcovací teploty) bude vhodné další práce více zaměřit na určování teploty  $A_{r3}$  z ochlazovacích křivek.

S klesající teplotou válcování rostla hodnota  $A_r$  prakticky lineárně cca od 763 do 786 °C, zatímco při volném chladnutí pouze ohřáté (tedy bezprostředně nedeformované) tyče stejného rozměru z teploty 1 000 °C byla naměřena hodnota  $A_r = 730$  °C. To ukazuje na akcelerační účinek deformace na kinetiku anizotermického rozpadu austenitu použité oceli a koresponduje to i s velikostí výsledného zrna, pohybující se v intervalu  $G = 10 - 11$  (pro nejnižší teploty válcování) až  $G = 8 - 9$  (po ochlazování nedeformovaného materiálu).

Diagramy anizotermického rozpadu austenitu, sestavené pro konstantní rychlosti ochlazování 0,5 až 15 °C·s<sup>-1</sup> i s uvažováním předchozí deformace o velikosti 0,35, potvrdily účinek tváření na kinetiku fázových transformací. Takto získané hodnoty  $A_r$  se pohybovaly v rozsahu 777 až 806 °C, a byly tedy vyšší než v případě válcování. Lze předpokládat, že předchozí deformace ovlivňuje v těchto případech fázové transformace především nepřímo, tzn. přes velikost austenitického zrna vzniklého statickou rekrystalizací během ochlazování (zejména při vyšších teplotách válcování).

Provedené zkoušky dokumentují užitečnou součinnost plastometrických a válcovacích experimentů a ukazují možnosti jednoduchého studia anizotermického rozpadu austenitu s vlivem předchozí deformace. Ochlazovací rychlosti lze jednoduše měnit prostřednictvím rozměrů vývalků. Je ovšem třeba připomenout, že popsaná metoda analýzy reálných ochlazovacích křivek je vhodná zejména pro materiály s výraznými teplotními projevy při daných přeměnách.

### Poděkování

**Tato práce vznikla při řešení projektu č. LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum – program udržitelnosti" financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky a v rámci studentské grantové soutěže SP2015/89 podporované na VŠB – TU Ostrava Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.**

### Literatura

- [1] TIMOSHENKOV, A. et al. Influence of Deformation on Phase Transformation and Precipitation of Steels for Oil Country Tubular Goods. *Steel Research International*, 85 (2014) 6, 954–967. ISSN 1869-344X
- [2] KAWULOK, R., SCHINDLER, I., KAWULOK, P., RUSZ, S., OPÉLA, P., SOLOWSKI, Z., ČMIEL, K. M. Effect of deformation on the CCT diagram of steel 32CrB4. *Metallurgija*, 54 (2015) 3, 473–476. ISSN 0543-5846
- [3] KAWULOK, R., SCHINDLER, I., KAWULOK, P., VANČURA, F., RUSZ, S., OPÉLA, P. Vliv velikosti zrna a předchozí deformace na ARA diagram oceli 20MnCrS5. *Hutnické listy*, 67 (2014) 6, 3–8. ISSN 0018-8069
- [4] OPIELA, M., ZALECKI, W., GRAJCAR, A. Influence of plastic deformation on CCT-diagrams of new-developed microalloyed steel. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 51 (2012) 2, 78–89. ISSN 1734-8412
- [5] JANDOVÁ, D., VADOVICOVÁ, L. Influence of deformation on austenite decomposition of steel 0.5C-1Cr-0.8Mn-0.3Si, In *Metal 2004: Conference Proceedings*. Hradec nad Moravicí, 2004, p. No. 223
- [6] JECH, J. *Teplné zpracování oceli*. 1. vydání. Praha: SNTL, 1983, 392 s.
- [7] SCHINDLER, I., KAWULOK, P. Aplikační možnosti plastometru Gleeble 3800 se simulačním modulem Hydrawedge II na VŠB – TU Ostrava. *Hutnické listy*, 66 (2013) 4, 85–90. ISSN 0018-8069
- [8] KAWULOK, R., SCHINDLER, I., KAWULOK, P., RUSZ, S., OPÉLA, P., PODOLINSKÝ, P., ČMIEL, K. M., SOLOWSKI, Z. Vliv deformace na rozpadové diagramy kolejnicové oceli třídy IH. *Kovárenství*, (2015) 54. ISSN 1213-9289
- [9] NÜRNBERGER, F. et al. Microstructure Transformations in Tempering Steels during Continuous Cooling from Hot Forging Temperatures. *Steel Research International*, 81 (2010) 3, 224–233
- [10] KRUGLOVA, A., A., ORLOV, V. V., KHLUSOVA, E. I. Effect of hot plastic deformation in the austenite interval on structure formation in low-alloyed low-carbon steel. *Metal Science and Heat Treatment*, 49 (2007) 11-12, 556–560. ISSN 0026-0673
- [11] DU, L. X., YI, H. L., DING, H., LIU, X. H., WANG, G. D. Effects of Deformation on Bainite Transformation During Continuous Cooling of Low Carbon Steels. *Journal of Iron and Steel Research*. 13 (2006) 2, 37–39. ISSN 1006-706X
- [12] WANG, H. Z., YANG, P., MAO, W. M., LU, F. Y. Effect of hot deformation of austenite on martensitic transformation in high manganese steel. *Journal of Alloys and Compounds*, 558 (2013), 26–33. ISSN 0925–8388
- [13] GAO, M., GU, H., XIAO, F., LIAO, B., QIAO, G., YANG, K., SHAN, Y. Effect of Hot Deformation on Pearlite Transformation of 86CrMoV7 Steel. *Journal of Materials Science and Technology*, 20 (2004) 1, 89–91. ISSN 1005-0302
- [14] KHESTOV, V. M., KONOPLEVA, E. V., MCQUEEN, H. J. Effects of deformation and heating temperature on the austenite transformation to pearlite in high alloy tool steels. *Materials Science and Technology*, 18 (2002) 1, 54–60. ISSN 1743-2847
- [15] YIN, S. B., SUN, X. J., LIU, Q. Y., ZHANG, Z. B. Influence of Deformation on Transformation of Low-Carbon and High Nb-Containing Steel During Continuous Cooling. *Journal of Iron and Steel Research*, 17 (2010) 2, 43–47. ISSN 1006-706X
- [16] LEE, S. J., LEE Y. K. Effect of Austenite Grain Size on Martensitic Transformation of a Low Alloy Steel. *Materials Science Forum*, 475–479 (2005), 3169–3172
- [17] SCHINDLER, I., RUSZ, S., KAWULOK, R., KAWULOK, P., KRAUS, M., ŠULA, M., ČMIEL, K.M. Vliv spojitého laboratorního válcování na vlastnosti kruhových tyčí z konstrukční oceli S355J2. *Hutnické listy*, 66 (2013) 4, 13–17
- [18] ČSN EN ISO 643. *Ocel – Mikrografické stanovení velikosti zrn*. Praha: Český normalizační institut, 2003

## Nový model pro predikci deformačních odporů oceli C45 za tepla

### New Model for Predicting the Hot Flow Stresses of the Steel C45

Ing. Petr Opěla; prof. Ing. Ivo Schindler, CSc.; Ing. Petr Kawulok, Ph.D.; Ing. Rostislav Kawulok; Ing. Stanislav Rusz, Ph.D.

VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

*Na základě série jednoosých zkoušek tlakem za tepla byly sestaveny experimentální napětové křivky nelegované oceli C45 v teplotním intervalu 900 °C až 1 280 °C, při rychlostech deformace 0,1 s<sup>-1</sup> až 100 s<sup>-1</sup>. Získané napětové křivky byly popsány čtyřmi různými modely. Oblasti deformací po dosažení napětového píku byly popsány modelem Cingara a oblasti deformací za píkem s využitím modelu Solhjo. Následně byly křivky v celém rozsahu deformací popsány modely Schindler a Hensel-Spittel. Modifikací modelu Cingara bylo umožněno vytvořit model nový, umožňující univerzální popis oblastí před a za napětovým píkem. Schopnost predikce deformačního odporu oceli C45 byla ověřena graficky i statisticky. Výsledky ukazují, že užití nového modelu poskytuje mnohem preciznější popis daných experimentálních závislostí než podle dosud užívaných metod.*

**Klíčová slova:** Ocel C45; jednoosá zkouška tlakem za tepla; model deformačního odporu za tepla

*Compression test samples of the high-grade medium-carbon steel C45 (with 0.42 – 0.50 wt. % C and 0.50 – 0.80 wt. % Mn) were subjected to uniaxial hot compression tests with the maximum true strain of 1.0. The Hot Deformation Simulator HDS-20 was used for this purpose. Set of the experimental hot-compression flow stress curves of the investigated steel was obtained at the deformation temperatures of 900, 1 000, 1 100, 1 200 and 1 280 °C. These temperatures were combined with the nominal strain rates of 0.1, 1.0, 10 and 100 s<sup>-1</sup>. The value of the activation energy at hot forming was calculated to be 292 kJ·mol<sup>-1</sup> and characteristics points of the flow stress curves were mathematically described. After that, the experimental flow stress curves were described by four different hot flow stress models. Modeling of the flow stress curves up to the peak point was carried out with use of the Cingara model, and modeling beyond the peak point was performed with the Solhjo model. All the flow stress curves were then modeled using the Schindler and Hensel-Spittel equations. Thereafter, a new hot flow stress model was developed by a modification of the common Cingara model. The new model allows a universal description of the flow stress up to the peak point and beyond it, respectively. Reliability of this new model was graphically and statistically verified by its comparison with other models. The results show, that the new model provides more precise description of the experimental curves in comparison with the methods used until now.*

**Key words:** Steel C45; uniaxial hot compression test; hot flow stress model

Důležitým cílem při procesu tváření materiálů je produkce výrobků, či polotovarů bez vzniku defektů, při současném dosažení požadované mikrostruktury a mechanických vlastností [1, 2]. Tomu napomáhá znalost deformačního odporu (tj. závislosti mezi napětím ve tvářeném tělese a jeho deformací) za daných termomechanických podmínek (rychlost a teplota deformace), která umožňuje přesnější řízení deformačního procesu [3]. V posledních letech bylo vynakládáno velké úsilí popsat matematicky co nejprecizněji napětové křivky (graficky znázorňující závislost deformačního odporu na deformaci) tvářených materiálů za rozličných termomechanických podmínek, a umožnit tak přesnou predikci deformačních odporů [2 – 4].

CINGARA a McQUEEN [5] navrhli pro predikci deformačního odporu za zvýšených teplot v oblastech deformací od nuly po dosažení deformace do píku dnes nejčastěji používaný model. Model CINGARA se také

vyskytuje v modifikaci, umožňující predikci deformačního odporu v oblasti deformací od nuly po takzvanou kritickou deformaci nutnou pro zahájení dynamické rekystalizace (DRX) [6]. SOLHJOO [7, 8] na základě předpokladu lineární závislosti rychlosti deformačního zpevňování na deformačním odporu a deformaci navrhl dva modely, umožňující predikci deformačního odporu v oblasti deformací od 0,05 do dosažení napětového píku. Později oba modely modifikoval a odstranil problémy při predikci za velmi nízkých hodnot deformace, zavedením hodnoty počátečního napětí. Navíc odvodil nový model, jednoduše popisující oblast deformací za napětovým píkem s využitím sekans-hyperbolické funkce [4]. EBRAHIMI [6, 9] pro oblast deformací za takzvanou kritickou hodnotou deformace pro zahájení DRX odvodil model vhodný k predikci napětových křivek významně ovlivněných průběhem dynamické rekystalizace. Oblast deformací za píkem je možné dále popsat modelem JMAK [9, 10], jež vychází

z Avramiho vztahu pro popis kinetiky DRX. Pro predikci deformačního odporu v širokém rozsahu deformací navrhl SCHINDLER a kol. [11] dělený model, umožňující popis napět'ové křivky v oblastech deformací od nuly po dosažení inflexního bodu (nacházejícího se v oblasti mezi deformací do píku a deformací pro dosažení ustáleného plastického toku), s následným přechodem na ustálený stav (ten je jednoduše popsán lineární závislostí na pikovém napětí). Pro predikci deformačního odporu v širokém rozsahu deformací je pak velmi často využíván model HENSEL-SPITTEL [12]. Jeho předností je schopnost popisu širokého rozsahu deformací jedinou rovnicí. Postrádá však fyzikální základ, který by umožnil reflektovat vliv dynamické rekrystalizace na pokles deformačního odporu s následným přechodem na ustálený stav. SELLARS a McTEGART [13] využili model pro výpočet napětí na píku odvozený GAROFALEM [14] k popisu deformačního odporu v širokém rozsahu deformací tak, že jednotlivé materiálové konstanty vyjádřili jako polynomy v závislosti na deformaci. Detailnější přehled dosud navržených modelů pak nabízí výčet v [1].

Ocel C45 se řadí mezi oceli nelegované, nacházející uplatnění při výrobě zápusťových výkovek a za tepla válcovaných produktů (tyče, dráty, plechy a pásy). Výrobky z této oceli jsou pak využívány především pro méně namáhané strojní součásti v automobilovém průmyslu. Detailnější specifikace dané oceli lze nalézt v [15 – 18].

Předmětem práce je odvození nového modelu pro predikci deformačního odporu oceli C45 za tepla v širokém rozsahu teplot a rychlostí deformace. Nový model by přitom měl umožnit přesný, jednoduchý a univerzální popis experimentálně získaných napět'ových křivek oceli C45, jejichž průběhy jsou značně ovlivněné různým stupněm dynamické rekrystalizace. Znamená to tedy, že nový model musí umět reflektovat mírný pokles deformačního odporu za deformací do píku, bez tvorby ustáleného plastického toku, stejně tak jako i výrazný pokles deformačního odporu s následným přechodem na ustálený stav. Dosud navržené modely často tuto univerzálnost popisu postrádají.

## 1. Experiment

Cylindrické zkušební vzorky o průměru 10 mm a výšce 15 mm byly vyrobeny řezáním s následným soustružením za tepla válcované tyče z oceli C45, jejíž orientační chemické složení je 0,42 až 0,50 hm. % C a 0,50 až 0,80 hm. % Mn. Připravené vzorky byly podrobeny sérii jednoosých zkoušek tlakem za tepla na simulačním modulu Hydrawedge II [19, 20] simulátoru deformací za tepla HDS-20, instalovaného a provozovaného v rámci Regionálního materiálově technologického výzkumného centra RMTVC při VŠB-TU Ostrava [21]. Tento simulátor přitom vychází z koncepce plastometru

Gleeble 3800 [22]. Testované teploty deformace byly voleny 1 280 °C – 1 200 °C – 1 100 °C – 1 000 °C a 900 °C. Všechny tyto teploty byly kombinovány s rychlostmi deformace 0,1 s<sup>-1</sup> – 1 s<sup>-1</sup> – 10 s<sup>-1</sup> a 100 s<sup>-1</sup>. Byla tak získána sada dvaceti experimentálních napět'ových křivek za různých termomechanických podmínek. Detaily zpracování naměřených dat již byly publikovány v [23].

## 2. Výsledky a diskuze

### 2.1 Aktivační energie při tváření za tepla

Vyčíslení hodnoty aktivační energie při tváření za tepla  $Q$  (J·mol<sup>-1</sup>) probíhalo řešením sinus-hyperbolické funkce [24]:

$$\dot{\epsilon} = A \cdot \exp\left(\frac{-Q}{R \cdot T}\right) \cdot \left[\sinh(\alpha \cdot \sigma_p)\right]^n \quad (1)$$

Kde  $\dot{\epsilon}$  (s<sup>-1</sup>) představuje rychlost deformace,  $T$  (K) teplotu deformace,  $R$  (8,314 J·K<sup>-1</sup>·mol<sup>-1</sup>) univerzální plynovou konstantu,  $\sigma_p$  (MPa) napětí na píku a  $A$  (s<sup>-1</sup>),  $n$  (-),  $\alpha$  (MPa<sup>-1</sup>) jsou materiálové konstanty. Řešení vztahu (1) probíhalo na základě částečných lineárních regresí v interaktivním software ENERGY 4.0 [25]. Hodnota aktivační energie  $Q$  pro zkoumanou ocel C45 byla stanovena na 292 kJ·mol<sup>-1</sup>.

### 2.2 Charakteristické body napět'ových křivek

Vztah pro stanovení hodnot napětí na píku byl získán vyjádřením neznámého parametru  $\sigma_p$  (MPa) z rovnice (1). Výše uvedené materiálové konstanty –  $A$ ,  $n$ , a  $\alpha$  byly získány regresní analýzou rovnice (1) v programu ENERGY 4.0, během získávání hodnoty aktivační energie  $Q$  [26]:

$$\sigma_p = \frac{1}{0,0095} \cdot \arg \sinh 4,3318 \sqrt{\frac{Z}{3,96 \cdot 10^{11}}} \quad (2)$$

Hodnoty deformací do píku  $e_p$  (-) bylo možno stanovit z mocinného vztahu (3), jehož konstanty se určují jeho převedením na lineární tvar a následnou regresí [26]:

$$e_p = 0,00334 \cdot Z^{0,179} \quad (3)$$

Ve vztazích (2) a (3) reprezentuje  $Z$  (s<sup>-1</sup>) hodnoty Zener-Hollomonova parametru [27]:

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{R \cdot T}\right) \quad (4)$$

Hodnoty napětí na steady-state  $\sigma_{ss}$  (MPa) z následující rov. (5), respektive deformace do steady-state  $e_{ss}$  (-) z následující rov. (6) byly získány při uvažování jejich lineární závislosti na souřadnicích napět'ového píku [11]:

$$\sigma_{ss} = 0,849 \cdot \sigma_p \quad (5)$$

$$e_{ss} = 2,954 \cdot e_p \quad (6)$$

### 2.3 Popis deformačního odporu před deformací do píku s využitím modelu Cingara

Pro popis deformačního odporu v oblastech nízkých deformací (do píku) byl zvolen model Cingara [5]:

$$\sigma = \sigma_p \cdot \left[ \frac{e}{e_p} \cdot \exp \left( 1 - \frac{e}{e_p} \right) \right]^c, \quad (7)$$

kde  $e$  (-) a  $\sigma$  (MPa) představují deformaci, respektive deformační odpor v oblasti deformací do píku. Hodnoty  $e_p$  (-) z rovnice (3) a  $\sigma_p$  (MPa) z rovnice (2) jsou deformace při dosažení píku a napětí na píku. Exponent  $c$  (-) v rovnici (7) představuje parametr řídící tvar napěťové křivky v její náběhové fázi (tj. do píku). Pro každou napěťovou křivku mohla být jeho hodnota stanovena na základě převedení vztahu (7) do lineární podoby, tj.  $\ln(\sigma/\sigma_p)$  v závislosti na  $1 - e/e_p + \ln(e/e_p)$ . Hodnoty parametru  $c$  byly následně graficky zobrazeny oproti Zener-Hollomonovu parametru  $Z$ , a to zvláště pro každou sledovanou rychlost deformace v rozmezí 0,1 až  $100 \text{ s}^{-1}$ . Ve všech případech byly získané závislosti proloženy mocninou funkcí ve tvaru  $c = a \cdot Z^b$ . Parametry  $a$  (-) a  $b$  (-) pak mohly být získány převodem na lineární tvar, tj. ze závislosti  $\ln(c)$  na  $\ln(Z)$ . Obdržené parametry  $a$  a  $b$  byly následně vztaženy k hodnotám rychlostí deformace [5]. Tím byl získán výsledný matematický vztah pro predikci parametru  $c$  v konkrétní podobě:

$$c = (1,0217 \cdot \dot{\epsilon} + 14,8669) \cdot Z^{(-0,000659 \dot{\epsilon} - 0,155\dot{\epsilon})} \quad (8)$$

Přesnost predikce parametru  $c$  dle vztahu (8) lze považovat za poměrně uspokojivou – koeficient determinace  $R^2$  vychází 0,8499.

### 2.4 Popis deformačního odporu za deformací do píku s využitím modelu Solhjo

Jako novější model, který popisuje deformační odpory za hodnotou deformace do píku, byl využit model Solhjo, který k dosažení vhodného tvaru napěťové křivky obsahuje funkci hyperbolický sekans [4]:

$$\sigma = \sigma_{ss} + (\sigma_p - \sigma_{ss}) \cdot \text{sech} \left[ H_1 \cdot (e - e_p) \right] \quad (9)$$

kde  $e$  (-) a  $\sigma$  (MPa) představují deformaci, respektive deformační odpor v oblasti deformací za pikem. Hodnoty  $e_p$  (-) z rovnice (3),  $\sigma_p$  (MPa) z rovnice (2) a  $\sigma_{ss}$  (MPa) z rovnice (5) jsou deformace do píku, napětí na píku a napětí na steady-state. Materiálovou konstantu  $H_1$  (-) bylo možno s platností pro celou sadu experimentálních napěťových křivek získat převedením vztahu (9) do lineární podoby, tj.  $\text{argsech}[(\sigma - \sigma_{ss}) / (\sigma_p - \sigma_{ss})]$  v závislosti na  $e - e_p$ . Její hodnota byla v případě sledované oceli C45 stanovena na 5,5438.

### 2.5 Popis deformačního odporu v širokém rozsahu deformací s využitím modelu Schindler

K predikci deformačního odporu v oblasti deformací od nuly po dosažení inflexního bodu mezi deformací do píku a steady-state byl využit základní tvar modelu Schindler [11]:

$$\sigma_1 = A \cdot e^B \cdot \exp \left( -B \cdot \frac{e}{e_p} \right) \cdot \dot{\epsilon}^{\left( C - \frac{D}{T} \right)} \cdot \exp(-F \cdot T), \quad (10)$$

kde  $e$  (-),  $e_p$  (-) (3) a  $\sigma_1$  (MPa) představují deformaci, deformaci při dosažení píku a deformační odpor pro oblast deformací od nuly po inflexní bod. Hodnoty  $T$  (K) a  $\dot{\epsilon}$  ( $\text{s}^{-1}$ ) reprezentují teplotu, respektive rychlost deformace. Materiálové konstanty  $A$  (MPa·s),  $B$  (-),  $C$  (-),  $D$  (K) a  $F$  ( $\text{K}^{-1}$ ) byly získány vícenásobnou nelineární regresní analýzou vztahu (10) ve statistickém programu UNISTAT 5.6 [28], a to při dosažení hrubého odhadu jejich hodnot z předchozí regresní analýzy. Koeficient determinace  $R^2$  byl přitom dosažen 0,9885. Získané konstanty uvádí tab. 1.

Tab. 1 Materiálové konstanty modelu Schindler (10)

Tab. 1 Materials constants of the Schindler model (10)

$A$ (MPa·s)	$B$ (-)	$C$ (-)	$D$ (K)	$F$ ( $\text{K}^{-1}$ )
8180	0,13	0,43	358	0,0033

Pro popis ustálené větve napěťových křivek (steady-state), dle Schindlera  $\sigma_{ss,Sch}$  byl využit modifikovaný vztah (5), kdy za hodnoty napětí na píku byla dosazena data získaná výpočtem ze vztahu (10), za podmínky  $e = e_p$ , tedy  $\sigma_{p,Sch}$ :

$$\sigma_{ss,Sch} = 0,849 \cdot \sigma_{p,Sch} \quad (11)$$

Kompletní model Schindler lze vyjádřit vztahem:

$$\sigma = \begin{cases} \sigma_{ss,Sch} (11) & e > e_p \wedge \sigma_1 < \sigma_{ss,Sch} \\ \sigma_1 (10) & \text{všude jinde} \end{cases} \quad (12)$$

### 2.6 Popis deformačního odporu v širokém rozsahu deformací s využitím modelu Hensel-Spittel

Model Hensel-Spittel je jedním z nejčastěji využívaných modelů pro popis deformačního odporu jedinou funkcí v širokém rozsahu deformací (před i za pikem) [12]:

$$\sigma = A \cdot \exp(m_1 \cdot t) \cdot t^{m_9} \cdot e^{m_2} \cdot \exp\left(\frac{m_4}{e}\right) \cdot \dots \cdot (1 + e)^{m_5} \cdot t \cdot \exp(m_7 \cdot e) \cdot e^{m_3} \cdot e^{m_8 \cdot t}, \quad (13)$$

kde  $e$  (-) a  $\sigma$  (MPa) představují deformaci, respektive deformační odpor v celém rozsahu zkoumaných deformací. Hodnoty  $t$  ( $^\circ\text{C}$ ) a  $\dot{\epsilon}$  ( $\text{s}^{-1}$ ) reprezentují teplotu, respektive rychlost deformace. Materiálové konstanty  $A$  ( $\text{MPa} \cdot \text{s}^2 \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$ ),  $m_1$  [ $^\circ\text{C}^{-1}$ ],  $m_2$  (-),  $m_3$  (-),  $m_4$  (-),

$m_5$  ( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ ),  $m_7$  (-),  $m_8$  ( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ ) a  $m_9$  (-) mají platnost pro všechny kombinace studovaného rozsahu termomechanických podmínek [12] a byly získány vícenásobnou nelineární regresní analýzou rovnice (13) v programu UNISTAT 5.6 při zvolení vhodné sady hrubých odhadů jejich hodnot. Bylo přitom dosaženo hodnoty determinace  $R^2 = 0,9948$ . Výsledné konstanty jsou uvedeny v tab. 2.

**Tab. 2** Materiálové konstanty modelu Hensel-Spittel (13)

**Tab. 2** Materials constants of the Hensel-Spittel model (13)

$A$ ( $\text{MPa}\cdot\text{s}^2\cdot^{\circ}\text{C}^{-1}$ )	$m_1$ ( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ )	$m_2$ (-)
1360	-0,00399	0,1198
$m_3$ (-)	$m_4$ (-)	$m_5$ ( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ )
-0,1009	-0,00645	-0,0001011
$m_7$ (-)	$m_8$ ( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ )	$m_9$ (-)
-0,1555	0,00026	0,2344

## 2.7 Nový model predikce deformačního odporu za tepla

Pro sledovanou ocel C45 se podařilo zjednodušit a zároveň i zpřesnit popis deformačního odporu v oblasti deformací do píku na základě modifikace exponentu  $c$  řídicího tvar napětové křivky v její náběhové fázi, obsaženého v rovnici Cingara (7) a explicitně vyjádřeného rovnici (8). Základ modelu přitom zůstal nezměněn:

$$\sigma_1 = \sigma_p \cdot \left[ \frac{e}{e_p} \cdot \exp\left(1 - \frac{e}{e_p}\right) \right]^{n_1}, \quad (14)$$

kde  $e$  (-) a  $\sigma_1$  (MPa) představují deformaci, respektive deformační odpor v oblasti deformací do píku. Hodnoty  $e_p$  (-) (3) a  $\sigma_p$  (MPa) (2) jsou deformace při dosažení píku a napětí na píku. V rovnici (14) je  $n_1$  (-) parametr řídicí tvar napětové křivky v její náběhové fázi (tj. do píku). Jeho experimentální hodnoty byly pro každou napětovou křivku získány převedením vztahu (14) do lineární podoby, tj.  $\ln(\sigma_1/\sigma_p)$  v závislosti na  $1 - e/e_p + \ln(e/e_p)$ . Experimentální hodnoty parametru  $n_1$  v rovnici (14) a  $c$  v rovnici (7) jsou tedy totožné. Rozdíl spočívá pouze v hodnotách predikovaných. Zatímco parametr  $c$  je popsán složitým vztahem (8), parametr  $n_1$  je v případě sledované oceli C45 v celém rozsahu zkoumaných termomechanických podmínek závislý pouze na hodnotě Zener-Hollomonova parametru  $Z$  podle rovnice (4). Platí, že  $n_1 = a \cdot Z^b$ . Materiálové konstanty  $a$  (-) a  $b$  (-) byly následně získány převodem na lineární závislost obou těchto parametrů, tj. závislost  $\ln(n_1)$  na  $\ln(Z)$ . Takto obdržené konstanty byly dále zpřesněny nelineární regresní analýzou rovnice (14) při již konkrétní podobě parametru  $n_1$  v programu UNISTAT 5.6. Výsledný vztah pro predikci parametru  $n_1$  lze zapsat v podobě:

$$n_1 = 51,8 \cdot Z^{-0,202} \quad (15)$$

Přesnost predikce parametru  $n_1$  dle vztahu (15) (v němž je koeficient determinace  $R^2 = 0,8536$ ) pak konkuruje

přesnosti parametru  $c$  z rovnice (8) s koeficientem determinace  $R^2 = 0,8499$ .

Popis oblasti deformací za napětovým píkem se podařilo zpřesnit novým modelem odvozeným z původního modelu Cingara podle rovnice (7):

$$\sigma_2 = \sigma_{ss} + (\sigma_p - \sigma_{ss}) \cdot \left[ \frac{e}{e_p} \cdot \exp\left(1 - \frac{e}{e_p}\right) \right]^{n_2}, \quad (16)$$

kde  $e$  (-) a  $\sigma_2$  (MPa) představují deformaci, respektive deformační odpor v oblasti deformací za píkem. Hodnoty  $e_p$  (-) z rovnice (3),  $\sigma_p$  (MPa) z rovnice (2) a  $\sigma_{ss}$  (MPa) z rovnice (5) jsou deformace do píku, napětí na píku a napětí na steady-state. Exponent  $n_2$  (-) z rovnice (16) představuje parametr řídicí pokles napětové křivky za deformací po dosažení píku a přechod na ustálený stav. Pro každou napětovou křivku byla získána jeho experimentální hodnota na základě linearizace vztahu (16), tj.  $\ln[(\sigma_2 - \sigma_{ss})/(\sigma_p - \sigma_{ss})]$  v závislosti na  $1 - e/e_p + \ln(e/e_p)$ . Predikce parametru  $n_2$  byla následně umožněna na základě stejného vztahu, jako v případě parametru  $n_1$ , tedy  $n_2 = a \cdot Z^b$ . Materiálové konstanty  $a$  (-) a  $b$  (-) byly opět získány převodem na lineární vztah obou těchto parametrů, tj.  $\ln(n_2)$  na  $\ln(Z)$ . Takto obdržené konstanty byly dále zpřesněny nelineární regresní analýzou rovnice (16) při již konkrétní podobě parametru  $n_2$  v programu UNISTAT 5.6. Výsledný vztah pro predikci parametru  $n_2$  lze tedy zapsat v podobě:

$$n_2 = 6317 \cdot Z^{-0,321} \quad (17)$$

Oproti experimentálním hodnotám  $n_2$  bylo dosaženo akceptovatelné shody, vyjádřené koeficientem determinace  $R^2 = 0,6432$ .

Výsledný vztah pro predikci deformačního odporu v širokém rozsahu deformací pak lze zapsat v podobě nového modelu:

$$\sigma = \begin{cases} \sigma_1 \text{ (14)} & e \leq e_p \\ \sigma_2 \text{ (16)} & e \geq e_p \end{cases}, \quad (18)$$

kde  $e$  [-] a  $\sigma$  (MPa) reprezentují deformaci a deformační odpor v celém rozsahu zkoumaných deformací. Hodnoty  $\sigma_1$  z rovnice (14) a  $\sigma_2$  z rovnice (16) představují deformační odpory v oblasti deformací do píku, respektive za píkem, kdy  $e_p$  (-) z rovnice (3) je deformace při dosažení píku.

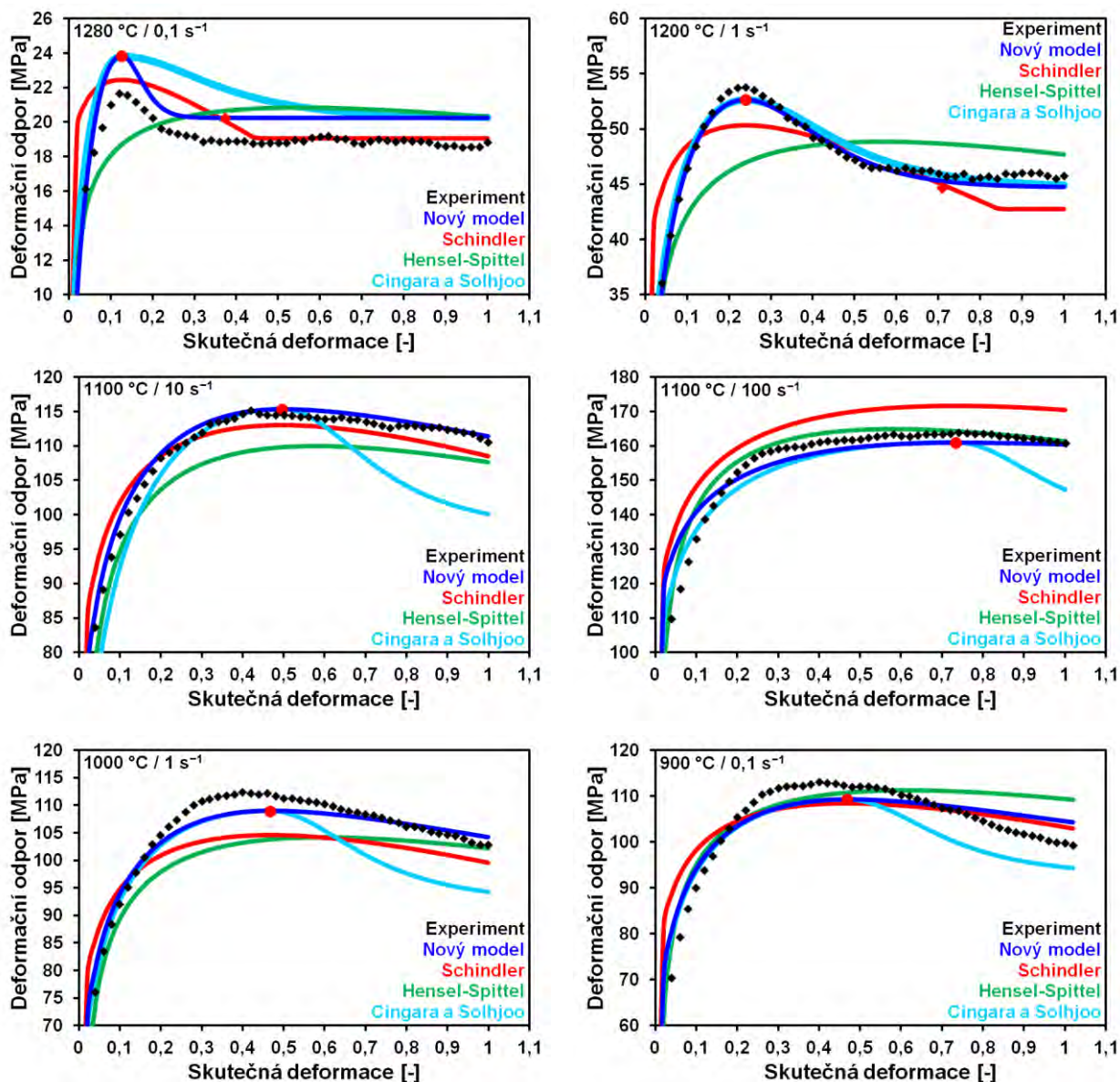
## 2.8 Srovnání experimentálních a predikovaných napětových křivek

Na obr. 1 jsou graficky porovnány experimentální napětové křivky oceli C45 s křivkami predikovanými na základě výše diskutovaných modelů deformačních odporů. Červené kruhové body reprezentují predikované souřadnice napětového píku dle vztahů (2) a (3). Predikované souřadnice ustáleného plastického toku dle vztahu (5) a (6) jsou zobrazeny červenými čtvercovými

body. Světle modré křivky reprezentují kombinovaný popis napět'ové křivky podle modelu Cingara v rovnici (7) – v oblasti deformací do píku a podle modelu Solhjo v rovnici (9) – v oblasti deformací za píkem. Je zde patrná nevýhoda modelu Solhjo, který často velmi nadhodnocuje vliv DRX na pokles deformačního odporu bezprostředně po překročení napět'ového píku. Model Solhjo tedy není schopen popsat napět'ové křivky v případě malého vlivu DRX na změkčení sledované oceli C45.

Červené napět'ové křivky reprezentují popis

deformačního odporu modelem Schindler podle rovnice (12). Výhodou tohoto modelu je schopnost popsat křivku při nevýznamném průběhu DRX, kdy nedochází ke tvorbě ustáleného stavu. Stejně tak je Schindlerův model schopen popsat i oblast deformací, odpovídajících ustálenému stavu. Avšak méně přesný je popis přechodové oblasti deformací mezi napět'ovým píkem a ustáleným stavem pro případ výrazného působení DRX na odpevnění materiálu – viz například experimentální varianta 1 280 °C / 0,1 s<sup>-1</sup> na obr. 1.



Obr. 1 Srovnání experimentálních a predikovaných napět'ových křivek oceli C45  
Fig. 1 Comparison of the experimental and predicted flow stress curves of the steel C45

Model Hensel-Spittel podle rovnice (13) je reprezentován křivkami zelenými. Jako pozitivum lze brát jeho schopnost popsat široký rozsah deformací jedinou rovnicí. Je však evidentní, že tento model postrádá schopnost popsat správně napět'ové křivky vykazující silný

vliv DRX a přechod na ustálený stav. Na rozdíl od ostatních diskutovaných modelů explicitně neobsahuje v rovnici (13) žádné souřadnice charakteristických bodů napět'ové křivky – je tedy fyzikálně nepodložený (poskytuje čistě fenomenologický popis).

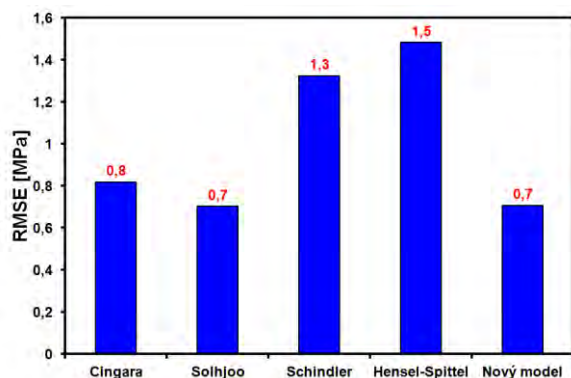
Tmavě modré křivky reprezentují predikci dle nového modelu vyjádřeného rovnicí (18). Tento model je schopen v porovnání s ostatními modely přesněji popisovat deformační odpory v oblasti deformací do píku. Konkurovat mu v tomto případě může jen model Cingara podle rovnice (7). V oblasti deformací za píkem pak umožňuje dosažení velmi precizního a univerzálního popisu, kterému ostatní modely konkurovat nemohou. Jeho univerzálnost zde spočívá ve schopnosti popisu napět'ových křivek, vykazujících nejenom malý vliv DRX, ale zároveň i těch křivek, které jsou DRX ovlivněny významně a přecházejí do ustáleného toku. Zbylé modely tuto univerzálnost postrádají, či nepřesně popisují přechod mezi napět'ovým píkem a ustáleným stavem.

Přesnost každého modelu byla dále zhodnocena výpočtem střední kvadratické odchylky RMSE (MPa) (19) [29]:

Hodnota  $n$  (-) představuje počet bodů napět'ových křivek, zahrnutých do výpočtů. Hodnoty  $\sigma_i$  (MPa) pak představují experimentálně získané hodnoty deformačních odporů oceli C45 a  $\sigma(e_i)$  (MPa) jsou hodnoty deformačních odporů získané predikcí.

$$RMSE = \sqrt{\frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (\sigma_i - \sigma(e_i))^2} \quad (19)$$

Minimální hodnoty RMSE graficky dokumentuje obr. 2.



Obr. 2 Hodnoty střední kvadratické odchylky  
Fig. 2 Values of the mean square deviation

Jako nejpřesnější se jeví nový model podle rovnice (18) a model Solhjoo podle rovnice (9) s hodnotou 0,7 MPa v obou případech. Téměř shodné přesnosti dosahuje i model Cingara podle rovnice (7). O něco vyšší chyby pak vykazují modely Schindler podle rovnice (12) a Hensel-Spittel podle rovnice (13).

## Závěr

S využitím výsledků jednoosých zkoušek tlakem za tepla byla sestavena sada experimentálních napět'ových křivek jakostní středně uhlíkové oceli C45. Tato sada zahrnuje kombinaci křivek zaznamenaných v širokém

rozsahu teplot (900 až 1 280 °C) a rychlostí deformace (0,1 až 100 s<sup>-1</sup>). Na této sadě napět'ových křivek byly demonstrovány možnosti popisu přirozeného deformačního odporu za tepla s využitím modelů Cingara, Solhjoo, Schindler a Hensel-Spittel. Získané experimentální napět'ové křivky se od sebe tvarově odlišovaly, významněji až v oblastech deformací za píkem. To umožnilo posouzení schopnosti jednotlivých modelů tyto změny reflektovat bez ztráty na přesnosti.

Grafická srovnání experimentálně získaných napět'ových křivek oceli C45 s křivkami predikovanými dle jednotlivých modelů odhalily nedostatky dosud navržených modelů pro popis deformačních odporů za deformací do píku. Zkoumané modely buď podceňovaly, či naopak přeceňovaly účinky dynamické rekrystalizace na pokles deformačního odporu po překonání maximálního (píkového) napětí.

Na základě modelu Cingara byl odvozen model nový, umožňující jednoduše a přesně popsat deformační odpory v oblastech deformací před a za napět'ovým píkem. Grafické srovnání ukázalo jeho přednosti, spočívající ve schopnosti univerzálního popisu vzhledem k rozličným tvarům napět'ových křivek v oblasti za píkem, ovlivněným v různém rozsahu průběhem dynamické rekrystalizace.

## Poděkování

*Tato práce vznikla na Fakultě metalurgie a materiálového inženýrství při řešení projektu č. LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum – Program udržitelnosti“ financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky a v rámci studentské grantové soutěže SP2015/89 podporované na VŠB – TU Ostrava Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky a dále v rámci projektu Specifický výzkum v metalurgickém, materiálovém a procesním inženýrství SP2015/70.*

## Literatura

- [1] GRONOSTAJSKI, Z. The constitutive equations for FEM analysis. *Journal of Materials Processing Technology*, 106 (2000) 1-3, 40–44. Dostupné z doi:10.1016/S0924-0136(00)00635-X
- [2] YU, BAO-JUN, et al. Hot deformation behavior and constitutive relationship of Q420qE steel. *Journal of Central South University of Technology*, 18 (2011) 1, 36–41. Dostupné z doi: 10.1007/s11771-011-0655-0
- [3] MOMENI, A., ABBASI, S. M., BADRI, H. Hot deformation behavior and constitutive modeling of VCN200 low alloy steel. *Applied Mathematical Modelling*, 36 (2012) 11, 5624–5632. Dostupné z doi:10.1016/j.apm.2012.01.008
- [4] SOLHJOO, S. Determination of flow stress under hot deformation conditions. *Materials Science and Engineering: A*, 552 (2012), 566–568. Dostupné z doi:10.1016/j.msea.2012.05.057
- [5] CINGARA, A., McQUEEN, H. J. New formula for calculating flow curves from high temperature constitutive data for 300 austenitic steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 36 (1992) 1, 31–42. Dostupné z doi:10.1016/0924-0136(92)90236-L
- [6] WU, Lai-zhi, et al. Predicting Critical Conditions and Stress-Strain Curves for Dynamic Recrystallization in SPHC Steel. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 17 (2010) 7, 51–57. Dostupné z doi:10.1016/S1006-706X(10)60156-2
- [7] SOLHJOO, Soheil. Analysis of flow stress up to the peak at hot deformation. *Materials & Design*, 30 (2009) 8, 3036–3040

- [8] SOLHJOO, S. Determination of critical strain for initiation of dynamic recrystallization. *Materials & Design*, 31 (2010) 3, 1360–1364
- [9] MIRZADEH, H., NAJAFIZADEH, A.. Extrapolation of flow curves at hot working conditions. *Materials Science and Engineering: A*. 527 (2010) 7-8, 1856–1860. Dostupné z doi:10.1016/j.msea.2009.11.013
- [10] SHAFAT, M.A., OMIDVAR, H., FALLAH, B. Prediction of hot compression flow curves of Ti–6Al–4V alloy in  $\alpha + \beta$  phase region. *Materials & Design*, 32 (2011) 10, 4689–4695. Dostupné z doi:10.1016/j.matdes.2011.06.048
- [11] SCHINDLER, I., BOŘUTA, J. Deformační odpory ocelí při vysokoredukčním tváření za tepla. *Hutnické listy*, 50 (1995) 7-8, 47–50. ISSN 0018-8069
- [12] HENSEL, A., SPITTEL, T. *Kraft- und Arbeitsbedarf bildsamer Formgebungsverfahren*. 1st ed. Leipzig: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1978. 528 s.
- [13] LI, Hong-Ying, et al. Constitutive modeling for hot deformation behavior of T24 ferritic steel. *Computational Materials Science*, 53 (2012) 1, 425–430. Dostupné z doi:10.1016/j.commatsci.2011.08.031
- [14] CASTELLANOS, J., et al. Analysis of Garofalo equation parameters for an ultrahigh carbon steel. *Journal of Materials Science*. 45 (2010) 20, 5522–5527. Dostupné z doi:10.1007/s10853-010-4610-5
- [15] OPĚLA, P., et al. Hot Deformation Behaviour of Steel C45 at High Strains. In *METAL 2014: 23<sup>rd</sup> International Conference on Metallurgy and Materials*, Conference Proceedings, Brno, Czech Republic. 2014, s. 383–388
- [16] Materiálové normy [online]. Feron – Sortimentní katalog [vid. 2015-9-30]. Dostupné z: [http://www.ferona.cz/cze/katalog/mat\\_normy.php](http://www.ferona.cz/cze/katalog/mat_normy.php)
- [17] Ocel 12 050 [online] [vid. 2015-9-30]. Dostupné z: [http://ust.fme.vutbr.cz/tvareni/databaze\\_modelu\\_soubory/ocel\\_12050.3.pdf](http://ust.fme.vutbr.cz/tvareni/databaze_modelu_soubory/ocel_12050.3.pdf)
- [18] 1.1191 (C 45, 12 050) [online]. PRECIZ, s.r.o. [vid. 2015-9-30]. Dostupné z: <http://www.preciz.cz/sluzby-hlavni/material-normal/1.1191>
- [19] Hydrawedge® [online]. GLEEBLE® [vid. 2015-9-30]. Dostupné z: <http://gleeble.com/products/mcu.html>
- [20] SCHINDLER, I., KAWULOK, P. Aplikční možnosti plastometru Gleeble 3800 se simulačním modulem Hydrawedge II na VŠB – TU Ostrava. *Hutnické listy*, 66 (2013) 4, 85–90. ISSN 0018-8069
- [21] RMTVC [online]. [vid. 2015-9-30]. Dostupné z: <http://www.rmtvc.cz/>
- [22] Gleeble® 3800 System [online]. GLEEBLE® [vid. 2015-9-30]. Dostupné z: <http://gleeble.com/products/gleeble-3800.html>
- [23] OPĚLA, P., et al. Hot Flow Stress Models of the Steel C45. *METALURGIJA*. 54 (2015) 3, 469–472. ISSN 0543-5846
- [24] SCHINDLER, I., aj. Vliv výpočetní metody na hodnotu aktivní energie aluminidu železa při tváření za tepla. *Hutnické listy*, 65 (2012) 4, 55–59. ISSN 0018-8069
- [25] KUBINA, T., et al. A new software calculating the activation energy. In: *Forming 2005: 12<sup>th</sup> International Scientific Conference, Lednice, 19.-17.9.2005*. Ostrava: VŠB – TU Ostrava, 2005, s. 145–150
- [26] SCHINDLER, I., BOŘUTA, J. *Utilization Potentialities of the Torsion Plastometer*. Žory: OLDPRINT, 1998. 140 s. ISBN 83-910722-0-7
- [27] ZENER, C., HOLLOWOMON, J. H. Effect of Strain Rate Upon Plastic Flow of Steel. *Journal of Applied Physics*, 15 (1944) 1, 22–32. Dostupné z doi: 10.1063/1.1707363
- [28] UNISTAT Statistics Software [online]. [vid. 2015-9-30]. Dostupné z: <https://www.unistat.com/>
- [29] SCHOVÁNEK, P., HAVRÁNEK, V. *Chyby a nejistoty měření: doplňující text k laboratornímu cvičení* [online]. [vid. 2015-9-30]. Dostupné z: <https://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/texty/pext2-nejistoty.pdf>

## Prognóza tříprocentního růstu je již jen těžko dosažitelná

*Stahl Aktuell*

27.08.2015

Podniky ocelářského a kovoobráběcího průmyslu zvýšily v prvním pololetí 2015 s výsledkem + 0,6 % svoji výrobu méně, než se očekávalo. V červnu klesla výroba, očištěná o dva dny pracovního volna, o 1,3 %. „Takto bude prognóza růstu o 3 % za celý rok těžko dosažitelná, když navíc třetí a čtvrté čtvrtletí v loňském roce vyšly slabší než první pololetí 2014,“ píše Hospodářské sdružení pro opracování oceli a kovů (WSM). „Je třeba vyčkat, zda vývoj v červnu uvedl slabší třetí čtvrtletí, nebo zda se jedná jen o přechodné oslabení“.

## Německý podnik dodává ochrannou obálku z ušlechtilé oceli pro Černobyl

*Stahlbau*

28.08.2015

Stavební práce na nové ochranné obálce elektrárny v Černobylu začaly před třemi lety - 26.04.2012. Nové hightech opláštění sestává z vnitřní a vnější vrstvy a je dimenzováno na životnost 100 let. Ocelová ochranná obálka, vážící 29 000 tun, se má obloukovitě rozkládat nad zničeným reaktorovým blokem a překlenout starý betonový sarkofág. Se svou 257 m šířkou, 150 m délkou a 109 m výškou to bude největší pohyblivá hala na světě. Dokončení je plánováno na rok 2017. Pak bude následovat hermetické uzavření a zprovoznění velkých čerpadel, které budou mezi vnitřní a vnější skořepinou vytvářet permanentní přetlak. Tento přetlak má zamezit, aby se kontaminované částice dostávaly do konstrukce a okolí. Obálka budovy pochází z města Koblenz. Výrobce obálek budov Kalzip, sídlící v Koblenzi dostal na 86.000 m<sup>2</sup> velkou kovovou obálku z ušlechtilé oceli příplatek. Projekt měl být původně dokončen letos, posunul se na rok 2017. Náklady se pohybují kolem 1,5 miliardy €, se stále stoupající tendencí.

## Fyzikální simulace teplotně řízeného válcování bezešvých trubek z mikrolegované oceli

### Physical Simulation of the Temperature Controlled Rolling of Seamless Tubes from Microalloyed Steel

prof. Ing. Ivo Schindler, CSc.<sup>1</sup>; Bc. Radek Jurča<sup>2</sup>; Ing. Stanislav Ruzs, Ph.D.<sup>1</sup>; Ing. Rostislav Turoň<sup>2</sup>; Ing. Petr Kawulok, Ph.D.<sup>1</sup>; Ing. Rostislav Kawulok<sup>1</sup>; Ing. Petr Opěla<sup>1</sup>

<sup>1</sup> VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

<sup>2</sup> TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a. s., Průmyslová 1000, 739 70 Třinec-Staré Město, Česká republika

*S využitím laboratorní válcovny s hladkými válci bylo simulováno válcování bezešvých trubek  $\varnothing$  273 mm z vanadem mikrolegované oceli S355J2H – děrování a válcování na poutnické stolici. Byl studován vliv tloušťky stěny (6,3 – 40 mm) a doválcovací teploty na výsledné strukturální a mechanické vlastnosti. Po dilatometrickém určení teplot fázových přeměn během ochlazování byly stanoveny snížené doválcovací teploty, oproti běžným hodnotám nižší o cca 100 °C (tj. 830 – 890 °C). Snížení doválcovací teploty vedlo k relativnímu zjemnění zrna pro všechny tloušťky stěny trubky. U výsledků zkoušek tahem se jednoznačně neprojevil vliv doválcovací teploty. Pevnostní vlastnosti jen mírně klesají s rostoucí tloušťkou stěny simulované trubky a plastické vlastnosti nejsou tímto parametrem nijak zásadně ovlivněny. U výsledků zkoušek rázem za pokojové teploty se jednoznačně projevil pozitivní dopad snížených doválcovacích teplot v případě simulovaných trubek se stěnou tloušťky min. 20 mm, když vrubová houževnatost za srovnatelných podmínek relativně vzrostla téměř o čtvrtinu.*

**Klíčová slova:** mikrolegovaná ocel; bezešvé trubky; řízené válcování; laboratorní simulace; mechanické vlastnosti

*Rolling (i.e. piercing, as well as rolling in a pilger mill) of the seamless tubes with diameter of 273 mm from the vanadium-microalloyed steel S355J2H was simulated on the laboratory rolling mill with smooth rolls. Influence of the wall thickness (6.3 – 40 mm) and finish rolling temperature on the final structural and mechanical properties was investigated. Temperatures of the phase transformations in the course of cooling were determined by dilatometric tests. Afterwards the reduced finish rolling temperatures were set (i.e. 830 – 890 °C in comparison with conventional values of 940 – 985 °C). Lower finish rolling temperatures yielded relative grain refinement. Effect of the finish rolling temperature did not have any marked impact on the results of tensile tests. Strength properties (yield stress 379 – 429 MPa) decreased only slightly with the increasing wall thickness and plastic properties (ductility from 24.8 to 32.0 %) were not influenced significantly by this parameter. Positive effect of the reduced finish rolling temperature appeared definitely in the results of impact tests performed at room temperature – notch strength increased relatively by approximately 25 % in the case of the wall thickness of minimum 20 mm.*

**Key words:** HSLA steel; seamless tubes; controlled rolling; laboratory simulations; mechanical properties

Produkce za tepla válcovaných bezešvých trubek z konstrukčních nelegovaných a mikrolegovaných ocelí patří v současné době mezi stěžejní výrobní sortiment provozu Válcovny trub v TŘINECKÝCH ŽELEZÁRNÁCH, a. s. [1]. Značné úsilí je věnováno zajišťování spolehlivosti pevnostních vlastností při výrobě trubek z oceli X52 na trati Velký Mannesmann. Zejména při válcování trubek s tloušťkou stěny nad 30 mm, dodávaných ve stavu po válcování a řízeném ochlazování, se při požadavku na snižování uhlíkového ekvivalentu, který vznášejí zákazníci, nedaří vždy splňovat požadavek normy ASTM na mez kluzu 363 MPa. Je nutné přistupovat k následnému normalizačnímu žíhání, což vede ke zvýšení nákladů

na výrobu a zároveň k prodloužení výrobního cyklu. To u výrobce vyvolává snahu nahradit tepelné zpracování řízeným válcováním, jehož optimalizační simulace jsou předmětem tohoto článku. Metoda teplotně řízeného válcování je vcelku běžně zvládnutá a využívaná zejména u plochých vývalků – z poslední doby viz např. [2, 3]. Zájem je zaměřen i na řízené válcování či ochlazování ocelí pro produktovody [4, 5], ale aplikace těchto metod na výrobu bezešvých trubek je ztížená zejména specifickými podmínkami jejich válcování. Vzhledem k vysokým teplotám tváření se v tomto případě nabízí spíše řízené válcování založené na vyvolání dynamické rekristalizace [6].

## 1. Popis první etapy válcování

Cílem fyzikálních simulací bylo zjednodušeně napodobit válcování bezešvých trubek o průměru 273 mm a tloušťce stěny 6,3–40 mm z vanadem mikrolegované oceli S355J2H při tradičních, resp. snížených dovalčovacích teplotách a určit vliv těchto parametrů na výsledné strukturní a mechanické vlastnosti. Zkoumaná ocel měla následující chemické složení v hm. %: 0,16 C – 1,18 Mn – 0,19 Si – 0,013 P – 0,005 S – 0,041 V – 0,026 Al – 0,0103 N. Laboratorní válcování probíhalo na vratné stolici polospojité válcovny tyčí (RMTVC VŠB-TU Ostrava), konkrétně na hladké části válců o průměru 350 mm – viz obr. 1.



Obr. 1 Pohled na vstupní stranu laboratorní válcovací stolice (se stolem nahrazujícím armatury u hladké části válců)

Fig. 1 View on the entry side of laboratory rolling mill (with table replacing the guides at smooth part of rolls)

Výchozí hranolovité vzorky měly šířku 40 mm a tloušťku měnící se v rozmezí 12,5–22,0 mm. Víceúběrové válcování těchto vzorků naplocho na jednotnou tloušťku 7,0 mm mělo napodobit různé celkové protváření, získané při provozním válcování trubek s různou tloušťkou stěny. Byly zjištěny údaje o deformaci, deformační rychlosti a teplotě ve fázi děrování i válcování na poutnické stolici, dále tradiční dovalčovací teploty a rychlosti ochlazování trubek s různou tloušťkou stěny za poutnickou stolici. Na základě těchto údajů byl vypracován návrh zjednodušené simulace celého procesu válcování a ochlazování. Deformace při děrování byly přitom zmenšeny v poměru 1:1,75 a deformace na poutní stolici v poměru 1:2,50. Protože volné ochlazování laboratorních vývalků na vzduchu by bylo ve srovnání s provozními podmínkami příliš rychlé, muselo být na závěr zařazeno řízené ochlazování laboratorních vývalků zvolenou nominální rychlostí v laboratorních odporových pecích s hloubkou nístěje 800 mm. Vliv příslušné tloušťky stěny trubky se tak při simulaci projevoval v celkovém protváření vzorku, dále v rychlostech válcování a odpovídajících rychlostech ochlazování vývalků. Parametry první etapy experimentů shrnuje tab. 1. Parametry v záhlaví tabulky mají tento význam: stěna znamená tloušťku stěny simulované trubky, H0 je výška výchozího vzorku, T1 je teplota ohřevu odpovídající teplotě děrování, H1 je výška vývalku po prvním úběru napodobujícím děrování, O1 jsou rychlosti otáčení válců. Analogický je význam veličin T, H a O pro druhý a třetí úběr, napodobující začátek a konec válcování na poutní stolici. V posledním sloupci je nominální rychlost ochlazování po posledním úběru (tedy zpomaleně v peci, a to až do teploty 500 °C) – tyto hodnoty odpovídají rychlostem 0,7–0,2 °C·s<sup>-1</sup>.

Tab. 1 Parametry laboratorních simulací pro tradiční dovalčovací teploty

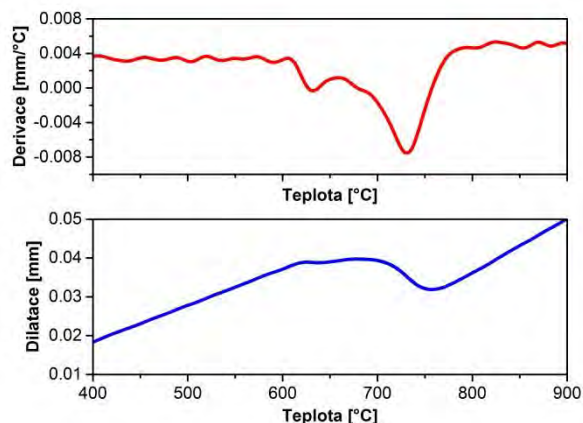
Tab. 1 Parameters of laboratory simulation for conventional finish rolling temperatures

Stěna	H0	T1	H1	O1	H2	T2	O2, O3	H3	T3	Rychlost ochlazování
(mm)	(mm)	(°C)	(mm)	(min <sup>-1</sup> )	(mm)	(°C)	(min <sup>-1</sup> )	(mm)	(°C)	(°C·min <sup>-1</sup> )
6,3	22,0	1290	15,0	18	10,3	1100	24	7,0	940	41,7
10	22,0	1290	14,6	18	10,1	1100	20	7,0	950	32,5
20	16,5	1290	11,9	16	9,1	1100	16	7,0	970	26,2
30	14,0	1290	10,5	15	8,6	1100	14	7,0	975	18,6
40	12,5	1290	9,8	12	8,3	1100	13	7,0	985	14,7

## 2. Dilatometrie a parametry druhé etapy válcování

Ve druhé etapě experimentálního válcování byly zvoleny snížené teploty posledních dvou úběrů, a to na základě výsledků zkoušek provedených na dilatometrickém modulu plastometru Gleeble 3800 (RMTVC

VŠB – TU Ostrava). Vzorky byly austenitizovány při teplotě 950 °C po dobu 180 s a následně ochlazovány při dvou konstantních rychlostech. Příklad dilatační křivky a její první derivace (provedené po nezbytném vyhlazení dat softwarem Origin) je uveden na obr. 2, získané výsledky pak shrnuje tab. 2.



Obr. 2 Dilatační křivka a její matematické zpracování (rychlost ochlazování  $0,7\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ )

Fig. 2 Dilatation curve and its mathematical processing (cooling rate  $0.7\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ )

Tab. 2 Dilatometricky určené teploty fázových přeměn

Tab. 2 Phase transformation temperatures determined by dilatometry

Rychlost ochlazování ( $^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ )	Teplota $A_{r3}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	Teplota $A_{r1}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )
0,2	793	628
0,7	767	616

Parametry válcování i ochlazování byly analogické jako v případě první etapy (viz tab. 1), jen byly sníženy teploty druhého a třetího úběru – viz tab. 3.

Tab. 3 Teploty T2 a T3 pro podmínky snížené dovalcovací teploty

Tab. 3 T2 and T3 temperatures for conditions of reduced finishing temperatures

Stěna (mm)	T2 ( $^{\circ}\text{C}$ )	T3 ( $^{\circ}\text{C}$ )
6,3	920	830
10	920	830
20	950	850
30	960	870
40	980	880

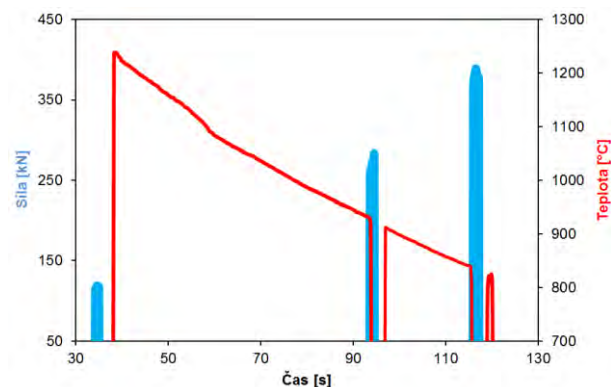
Průběh každého experimentu byl řízen povrchovou teplotou provalku, měřenou těsně před stolicí i za stolicí dvojicí teplotních skenerů Landscan. V zorném poli skenerů byl provalek držen v kleštích, aby se zamezilo nežádoucímu odvodu tepla do válečkového dopravníku (viz obr. 3). Další průchod byl zahájen v okamžiku, kdy se na příslušném digitálním zobrazovači ukázala žádaná teplota navýšená z manipulačních důvodů o  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Po třetím průchodu byl provalek přenesen do pece vyhřáté na teplotu T3 a bezprostředně bylo zahájeno ochlazování zvolenou nominální rychlostí.

Pro ilustraci je na obr. 4 graficky znázorněn příklad časové závislosti počítačově registrované povrchové teploty vzorku a celkové válcovací síly.



Obr. 3 Čekání na dosažení žádané teploty provalku před druhým průchodem

Fig. 3 Waiting for achievement of the required temperature of the rolled stock shortly before the 2<sup>nd</sup> pass



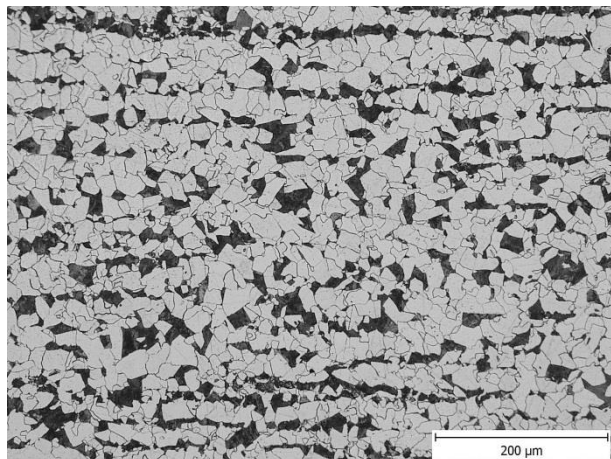
Obr. 4 Časový průběh teploty a válcovací síly (simulovaná tloušťka stěny trubky 10 mm, snížená dovalcovací teplota)

Fig. 4 Time dependence of temperature and roll force (wall thickness of the simulated tube – 10 mm, reduced finish rolling temperature)

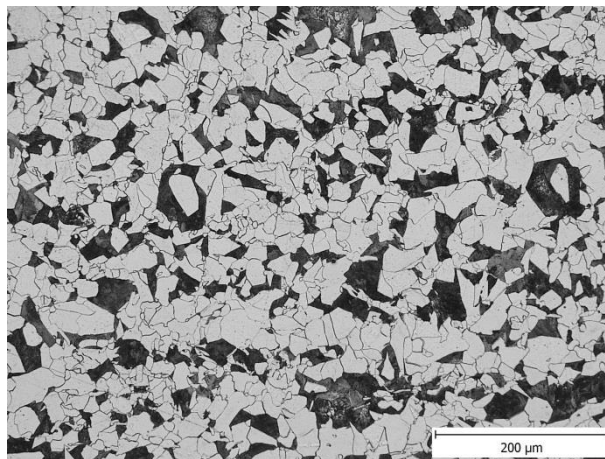
Pro doplnění byla u všech průchodů č. 3 odečtena z počítačových záznamů hodnota válcovací síly. Z porovnání vyplynulo, že snížení dovalcovací teploty vedlo k relativnímu nárůstu válcovací síly min. o 18 %, max. o 33 % a v průměru o 24 %.

### 3. Metalografické analýzy

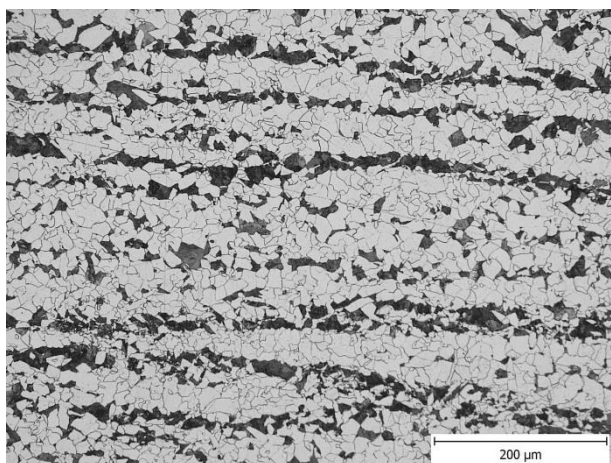
Standardními metalografickými postupy dle ČSN EN ISO 643 a s využitím optické mikroskopie byla zkoumána mikrostruktura laboratorních vývalků ve svislém řezu a podélném směru, vedeném v polovině jejich šířky. Snímky na obr. 5 odpovídají vždy polovině výšky vývalku.



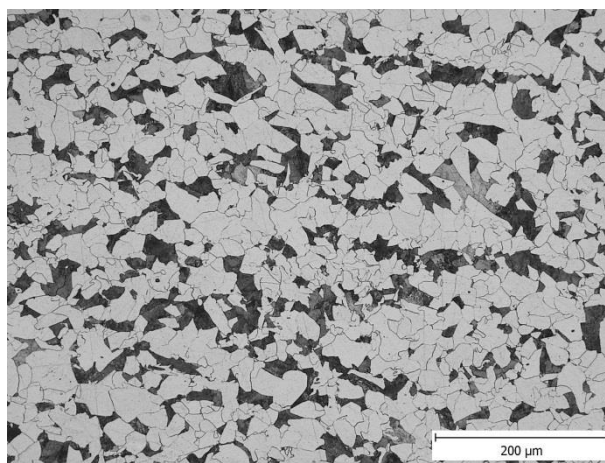
a) stěna 6,3 mm, tradiční dovalcovací teplota  
b) wall thickness 6.3 mm, traditional finish rolling temperature



c) stěna 40 mm, tradiční dovalcovací teplota  
d) wall thickness 40 mm, traditional finish rolling temperature



b) stěna 6,3 mm, snížená dovalcovací teplota  
b) wall thickness 6.3 mm, reduced finish rolling temperature

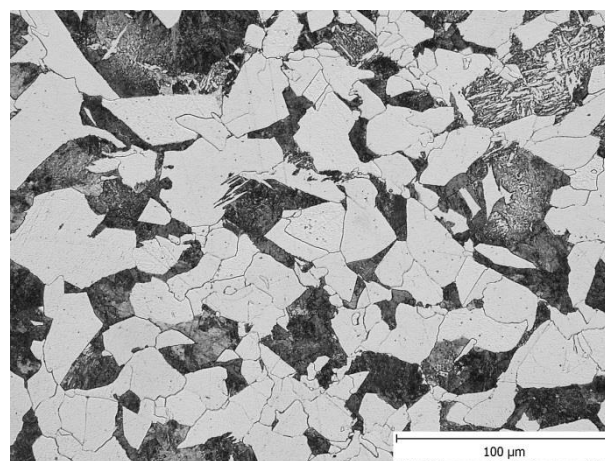


d) stěna 40 mm, snížená dovalcovací teplota  
d) wall thickness 40 mm, reduced finish rolling temperature

Obr. 5 Vybrané příklady mikrostruktury laboratorních válců  
Fig. 5 Selected examples of microstructure of the laboratory rolled products

S klesající tloušťkou stěny se výrazněji projevuje řadkovitost perlitu, a to více po nižší dovalcovací teplotě než při běžné dovalcování teplotě. Struktura je ve všech případech majoritně tvořena feritem a perlitem, v některých válcích však byly objeveny i malé podíly zákálných složek či Widmanstättův ferit (tzn. hřebenovitě uspořádané desky rostoucí z hranic původních austenitických zrn) – viz obr. 6.

Klíčovou roli samozřejmě hraje velikost výsledného feritického zrna, resp. perlitických bloků. Ta byla zkoumána lineární průsečkovou metodou, jejíž výsledky uvádí tab. 4. Velikost zrna  $l$  ( $\mu\text{m}$ ) odpovídá průměrné délce zachyceného úseku, veličina  $G$  je číslo velikosti zrna dle použité normy.



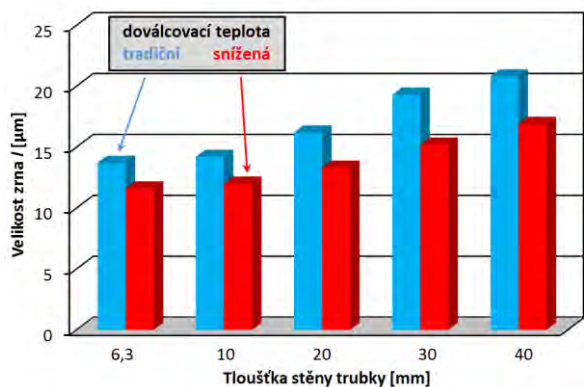
Obr. 6 Mikrostruktura válců při simulované tloušťce stěny 30 mm (tradiční dovalcovací teplota)  
Fig. 6 Microstructure of the rolled product at the simulated wall thickness of 30 mm (conventional finish rolling temperatures)

Tab. 4 Velikost zrna vyjádřená veličinami pro jednotlivé laboratorní vývalky

Tab. 4 Grain size represented by the quantities for individual laboratory rolled products

Stěna (mm)	Velikost zrna $l$ ( $\mu\text{m}$ ), ( $G$ )	
	Doválcovací teplota běžná	Doválcovací teplota snižená
6,3	13,7 (9)	11,6 (9-10)
10	14,2 (9-8)	12,0 (9-10)
20	16,2 (8-9)	13,3 (9-8)
30	19,3 (8)	15,2 (9-8)
40	20,8 (8)	16,9 (8-9)

Nejjemnějšího zrna bylo dosaženo v případě simulace válcování trubky s tloušťkou stěny 6,3 při snížené doválcovací teplotě ( $G = 9-10$ ). Největší velikost zrna byla naopak pozorována po simulaci válcování trubky s tloušťkou stěny 40 mm při běžné doválcovací teplotě ( $G = 8$ ). Přehlednější je grafické srovnání získaných údajů na obr. 7.



Obr. 7 Vliv doválcovací teploty a tloušťky stěny simulované trubky na velikost výsledného zrna

Fig. 7 Effect of the finish rolling temperature and wall thickness of the simulated tube on the final grain size

Pro všechny tloušťky stěny znamenalo snížení doválcovací teploty relativní zjemnění struktury. Klesající tloušťka stěny se projevila ve větším protváření materiálu a tím i v dosažení menší velikosti výsledného zrna.

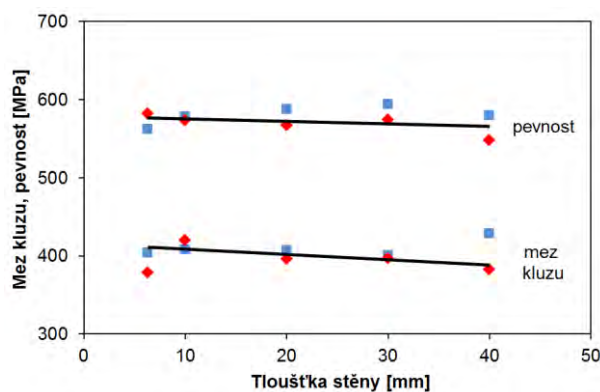
#### 4. Zkoušky tahem

Z laboratorních vývalků byly v podélném směru vyrobeny zkušební tyče o průměru 5mm. Ty byly podrobeny zkouškám tahem za pokojové teploty, při nichž byly určovány hodnoty meze kluzu  $R_{eH}$  (výjimečně  $R_{p0,2}$ ) (MPa), pevnosti  $R_m$  (MPa), tažnosti  $A_5$  (%) a zúžení  $Z$  (%). Výsledky jsou shrnuty v tab. 5 a graficky znázorněny na obr. 8 a 9, kde jsou (stejně jako v následujících grafech) modrými body vyneseny hodnoty odpovídající běžným doválcovacím teplotám a červeně hodnoty odpovídající doválcovacím teplotám sníženým.

Tab. 5 Výsledky zkoušek tahem

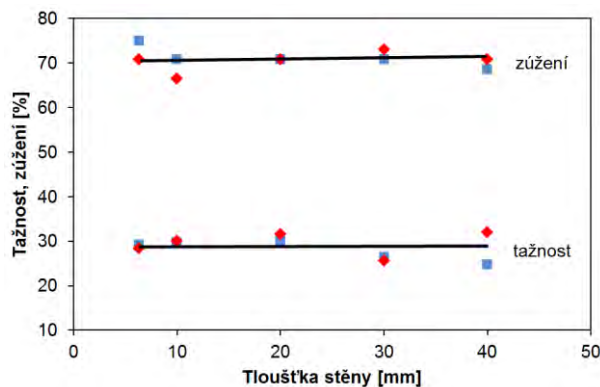
Tab. 5 Results of the tensile tests

Doválcovací teploty	Stěna (mm)	$R_{eH}$ , $R_m$ (MPa)		$A_5$ , $Z$ (%)	
		běžné		404	562
10		408	578	29,6	70,8
20		407	588	30,0	70,8
30		401	594	26,4	70,8
40		429	580	24,8	68,6
snížené		379	582	28,4	70,8
10		420	573	30,0	66,4
20		396	567	31,6	70,8
30		397	574	25,6	73,0
40		383	548	32,0	70,8



Obr. 8 Pevnostní vlastnosti laboratorních vývalků

Fig. 8 Strength properties of the laboratory rolled products



Obr. 9 Plastické vlastnosti laboratorních vývalků

Fig. 9 Plastic properties of the laboratory rolled products

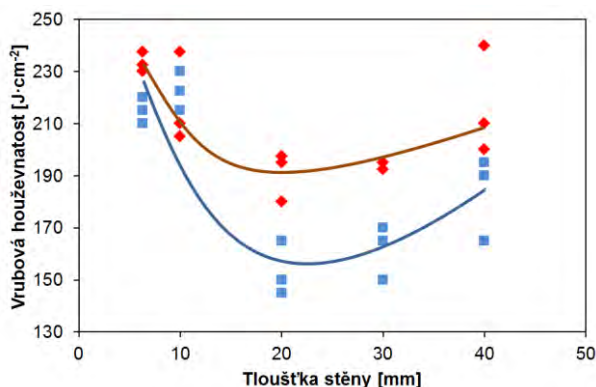
Pevnostní vlastnosti vcelku mírně klesají s rostoucí tloušťkou stěny simulované trubky, plastické vlastnosti zůstaly v rámci rozptylu dat téměř neměnné. Nedá se jednoznačně říci, že by snížení doválcovacích teplot vedlo k evidentnímu ovlivnění meze kluzu či pevnosti, resp. tažnosti či zúžení, což je vzhledem k různým velikostem zrna poměrně překvapivé. Bylo dosaženo hodnot  $R_{eH} = 379$  až  $429$  MPa a  $A_5 = 24,8$  až  $32,0$  %.

## 5. Zkoušky rázem v ohybu

Z každého laboratorního vývalku byly v podélném směru odebrány tři vzorky o příčném průřezu  $10 \times 5$  mm s vrubem tvaru V o hloubce 2 mm. Zkoušení probíhalo za pokojové teploty. Výsledné hodnoty vrubové houževnatosti KCV ( $J \cdot cm^{-2}$ ) jsou uvedeny v tab. 6 a porovnány graficky na obr. 10. Zde modré body představují hodnoty vrubové houževnatosti při běžné doválcovací teplotě. Červené body se vztahují ke snížení doválcovací teplotě.

Tab. 6 Výsledky zkoušek rázem  
Tab. 6 Results of the impact tests

Doválcovací teploty	Stěna (mm)	Vrubová houževnatost KCV ( $J \cdot cm^{-2}$ )		
tradiční	6,3	215,0	210,0	220,0
	10	215,0	222,5	230,0
	20	165,0	150,0	145,0
	30	150,0	170,0	165,0
	40	190,0	165,0	195,0
snížené	6,3	230,0	232,5	237,5
	10	237,5	210,0	205,0
	20	197,5	195,0	180,0
	30	192,5	195,0	195,0
	40	200,0	210,0	240,0



Obr. 10 Hodnoty vrubové houževnatosti laboratorních vývalků  
Fig. 10 Notch strength values for the laboratory rolled products

Patrně vlivem různě intenzivní precipitace karbonitridů vanadu je sledovaná závislost vrubové houževnatosti (pohybující se v intervalu  $145 - 240 J \cdot cm^{-2}$ ) poměrně komplikovaná, s výrazným minimem v okolí tloušťky stěny 20 mm. Zatímco pro tloušťky stěny 6,3 mm i 10 mm hodnoty vrubové houževnatosti prakticky nezávisely na doválcovací teplotě, u trubek s větší tloušťkou stěny se jednoznačně projevil pozitivní dopad snížené doválcovací teploty a vrubová houževnatost vzrostla za srovnatelných podmínek až o asi 23 %.

## Závěry

- Dilatometricky byly určeny teploty fázových přeměn vanadem mikrolegované oceli S355J2H pro rychlosti ochlazování  $0,2$  a  $0,7 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ . Teploty  $A_{r3} = 793 - 767 \text{ } ^\circ\text{C}$  a  $A_{r1} = 628 - 616 \text{ } ^\circ\text{C}$  (kde nižší hodnoty samozřejmě odpovídají rychlejšímu ochlazení) jsou vztahy k austenitizační teplotě  $950 \text{ } ^\circ\text{C}$ .
- Pomocí víceúběrového válcování plochých vzorků na laboratorní vratné stolici byl zjednodušeně simulován proces děrování a válcování na poutnické stolici bezešvých trubek z oceli S355J2H s tloušťkou stěny 6,3 – 10 – 20 – 30 – 40 mm. Doválcovací teploty byly zvoleny z běžně užívaných teplotních rozsahů  $940$  až  $985 \text{ } ^\circ\text{C}$  a snížené o cca  $100 \text{ } ^\circ\text{C}$  ( $830$  až  $890 \text{ } ^\circ\text{C}$ ). Po doválcování následovalo řízené ochlazování vývalků nominální rychlostí od  $14,7 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$  (pro simulovanou tloušťku stěny 40 mm) do  $41,7 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$  (pro simulovanou tloušťku stěny 6,3 mm).
- Metalografické analýzy laboratorních vývalků ukázaly výraznější řádkovitost perlitu s klesající tloušťkou stěny simulované trubky. Nejmenějšího zrna  $G = 9 - 10$  bylo dosaženo při simulaci válcování trubek s tloušťkou stěny 6,3 – 10 mm při snížených doválcovacích teplotách. Snížení doválcovacích teplot vedlo k relativnímu zjemnění struktury pro všechny tloušťky stěny trubky. Jemnější výsledné zrno je pravděpodobně dosahováno brzdicím účinkem jemných karbonitridů vanadu na růst zrn feritu v průběhu ochlazování hotového vývalku.
- Zkoušky tahem ukázaly, že pevnostní vlastnosti ( $R_{eH} = 379 - 429 \text{ MPa}$ ) jen mírně klesají s rostoucí tloušťkou stěny simulované trubky a plastické vlastnosti nejsou tímto parametrem nijak zásadně ovlivněny ( $A_5 = 24,8$  až  $32,0 \%$ ). U výsledků zkoušek tahem se tedy jednoznačně neprojevil vliv doválcovací teploty.
- Zkoušky rázem v ohybu KCV byly provedeny za pokojové teploty. Patrně vlivem různě intenzivní precipitace je sledovaná závislost vrubové houževnatosti (pohybující se v rozmezí  $145 - 240 J \cdot cm^{-2}$ ) nelineární, s výrazným minimem v okolí tloušťky stěny 20 mm. U simulovaných trubek s větší tloušťkou stěny se jednoznačně projevil pozitivní dopad snížených doválcovacích teplot a vrubová houževnatost za srovnatelných podmínek relativně vzrostla téměř o čtvrtinu.
- Snížení doválcovacích teplot se v laboratorních podmínkách projevilo jistým zjemněním výsledného zrna, což však nemělo výrazný dopad na pevnostní ani plastické vlastnosti určené zkouškou tahem. Jako jediný příznivý účinek snížení doválcovacích teplot se u dané oceli ukázal významný nárůst vrubové houževnatosti u simulovaných trubek s tloušťkou stěny kolem 20 mm. Průvodním jevem je pak relativní nárůst sil při doválcování průměrně o 24 %.

Poděkování

**Tato práce vznikla při řešení projektu č. LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum – program udržitelnosti" financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky a v rámci studentské grantové soutěže podporované na VŠB – TU Ostrava Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky (projekty SP2015/89 a SP2015/70).**

#### Literatura

- [1] TUROŇ, R., DÄNEMARK, J., TUROŇOVÄ, P. Materiálově-technologický pohled na výrobu a zpracování bezešvých trubek pro zvláštní aplikace. *Hutnické listy*, 64 (2011) 4, 54–57
- [2] DYJA, H., KNAPINSKI, M., KWAPISZ, M., et al. Physical Simulation of Controlled Rolling and Accelerated Cooling for Ultrafine-grained Steel Plates. *Archives of Metallurgy and Materials*, 56 (2011) 2, 447–454
- [3] HU, J., DU, L-X., WANG, J-J., et al. Structure-mechanical Property Relationship in Low Carbon Microalloyed Steel Plate Processed Using Controlled Rolling and Two-stage Continuous Cooling. *Materials Science and Engineering A*, 585 (2013), 197–204
- [4] JIANG, M., CHEN, L. N., PANG, W. Thermal-Mechanical Simulation of the Controlled Rolling and Cooling Process by Orthogonal Design for Pipeline Steel. *Advanced Materials Research*, 557-559 (2012), 2355–2360
- [5] YE, X.Y., ZHANG, K. H., ZUO, J. The Research of Controlled Rolling and Cooling Process in X70 Grade Pipeline Steel with Vanadium Microalloying. *Advanced Materials Research*, 393-395 (2011), 1033–1037
- [6] PUSSEGODA, L. N., HODGSON, P. D., JONAS, J. J. Design of Dynamic Recrystallisation Controlled Rolling Schedules for Seamless Tube Rolling. *Materials Science and Technology*, 8 (1992), 63–71

## Soutěž v obchodu s kovy se dále přiosťruje

*Stahl Aktuell*

18.08.2015

Čína, největší výrobce oceli na světě, výrazně zvýšila v tomto roce svůj export, aby vykompenzovala nadbytečné kapacity ve výrobě a vážnou konjunkturu. Nyní, poté co vláda v Pekingu devalvovala juan, se trhy musí připravit na ještě agresivnější exporty v této cenově velmi citlivé oblasti. Exporty z Číny již v tomto roce stouply o zhruba 25 %. Jak dlouho bude tento proces ještě pokračovat, bude záviset na tom, zda juan ještě dále oslabí. Oslabení měny vůči USD v rozsahu kolem 3 % by ale v obchodu s jinými zeměmi nemělo hrát velkou roli, říkají analytici.

## Německý trh se širokými pásy, válcovanými za tepla – ceny na 4. čtvrtletí „ještě o žďibec níže“

*Stahl Aktuell*

18.08.2015

Před koncem letní pauzy nemají nákupci na trhu se širokými pásy, válcovanými za tepla, strach. Importy vyvíjejí stále výrazný psychologický tlak na ceny. Tendence na surovinových trzích je stále obrácena směrem dolů, zejména po překvapivé devalvaci čínské měny. Výrazný vzestup německé poptávky po oceli není na obzoru, spíše naopak. Nejistota na trhu ale po nejnovějších, zneklidňujících informacích z Říše středu spíše zesílila. Příslušně opatrně se hráči na trhu také chovají. Většina dotázaných nákupců vychází z toho, že ceny na 4. čtvrtletí půjdou ještě o „žďibec“ dolů.

## Německý trh s válcovaným drátem – ceny jsou dále pod tlakem

*Stahl Aktuell*

19.08.2015

Německý trh s válcovaným drátem se koncem srpna prezentoval jako dlouhá, klidná řeka. Vzrušující události, vyvolávající vlnobití, jsou nedostatkovým zbožím. Materiálu je na trhu dostatek, na stole přistávají každý den výhodné nabídky, mimo jiné z Itálie. Všichni námi dotázaní nákupci vycházejí z toho, že krátkodobý cenový trend ukazuje směrem dolů. Většina spotřebitelů válcovaného drátu má na skladě dostatek materiálu. Nikdo nepočítá s tím, že by se během prázdnin náhle objevily velké zakázky a tím se zvýšila poptávka. Se změnou této situace ani nelze počítat. Ve čtvrtém čtvrtletí by to tak mohlo jít cenově ještě lehce dolů. Poklesne-li poptávka v Číně, bude i na úspěch zvyklým evropským exportérům vát do tváře ostřejší vítr.

## Stanovení numerických charakteristik skutečné mezilamelární vzdálenosti perlitu po tažení za studena drátu z eutektoidní oceli

### Determination of Numerical Characteristics of True Interlamellar Spacing in Pearlite after Cold Wire Drawing from Eutectoid Steel

doc. Ing. Richard Fabík, Ph.D.; Ing. Mgr. Petra Halfarová, Ph.D.; Ing. Petra Váňová, Ph.D.

VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

*Slitiny s lamelární strukturou, např. eutektoidní oceli, jsou v praxi velmi používané. Autorské pracoviště se ve své laboratoři tažení drátu intenzivně zabývá dráty pro kordy do pneumatik, na pružiny a také na ocelová lana. Autorský kolektiv to samozřejmě staví před problém se stanovením skutečné mezilamelární vzdálenosti (MV). MV, která se měří na metalografických snímcích, je pouze zdánlivá MV, protože lamely nejsou obecně orientovány kolmo na sledovaný povrch. Ke stanovení skutečné MV se využívá nástrojů matematické statistiky. Tato problematika je v literatuře dostatečně dobře popsána pro nedeformovaný perlit, ale v případě za studena deformovaného perlitu (např. po tažení drátu) je situace složitější. Článek představuje metodiku pro stanovení skutečné MV deformovaného perlitu a její využití v praxi. Na konkrétním příkladu tažení drátu z oceli C78DP pěti tahy z průměru 3,5 na 1,5 mm jsou ukázány výhody, které použití představené metodiky přináší.*

**Klíčová slova:** mezilamelární vzdálenost; perlit; tažení drátu; eutektoidní ocel

*Alloys that have lamellar structures, e.g. pearlitic steel, are widely used in practice. Nowadays, pearlitic steel wires for tire cords, springs and ropes are studied considerably in our laboratory of wire drawing. In the metallographic analysis of pearlite the interlamellar spacings (IS) are not true spacings, because the lamellae are usually not oriented perpendicularly to the observation planes. The measured IS is called apparent IS. Determination of true IS from microstructural observations is based on the assumption of a uniform distribution of the probability of angle between the lamellae and observation planes. However, lamellae change their orientation during cold wire drawing, therefore assumption mentioned above no longer applies. This paper deals with determination of numerical characteristics of true IS in drawn pearlitic steel wire. The experimental material was drawn and patented wire diameter of 3.4 mm made of C78DP steel for ropes. The wire was pickled and its surface was coated with lubricant carrier. The wire was drawn from the diameter of 3.4 mm to 1.5 mm using straight-through single-block KOCH KGT 25 – E wire drawing machine with a drawing block with diameter of 600 mm and a water-cooled rotating drawing die holder. The total reduction was 80.5 %. Metallographic analysis was conducted with use of scanning electron micrographs of the wire axis area. IS were measured. Histograms constructed using the measured data were compared with theoretical frequencies. Thanks to the statistical analysis, we were able to determine the average value and the standard deviation of true IS, as well as average, median and standard deviation of the apparent IS. When we compared all three numerical characteristics, we found not only absolute differences between the values, but also variations in their response to an increasing deformation. The present method can be applied and it even provides remarkable information, which can be useful for comparing various pass sequences (with different one-pass reductions and configurations, eg. – decreasing one-pass reduction vs. constant one-pass reduction sequences).*

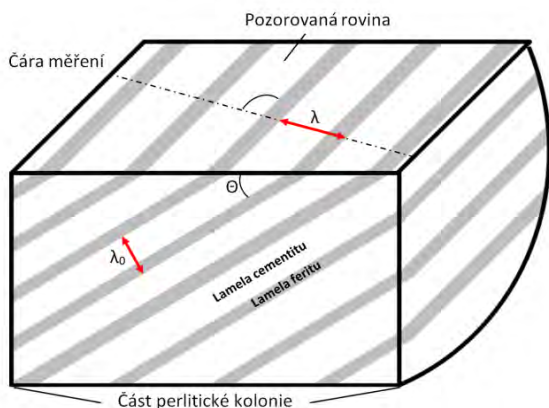
**Key words:** interlamellar spacing; pearlite; wire drawing; eutectoid steel

## 1. Perlit

### 1.1 Nedeformovaný perlit

Slitiny s lamelární strukturou, např. eutektoidní oceli, jsou v praxi velmi používané. Autorský kolektiv se v současné době v laboratoři tažení drátu intenzivně zabývá dráty pro kordy do pneumatik, na pružiny a také na ocelová lana. Mikrostrukturu perlitu lze popsat

pomocí tří faktorů: mezilamelární vzdálenost (MV), velikost perlitické kolonie a objemový podíl cementitu. Nejvýznamnější z těchto faktorů je MV, která se definuje jako kolmá vzdálenost měřená přes dvě sousedící lamely (feritickou a cementitickou). MV naměřená pomocí metalografické analýzy perlitu není tzv. skutečná MV, protože lamely obvykle neleží kolmo na rovinu pozorování [1, 2]. Měřená MV se nazývá zdánlivá (viz obr. 1).



Obr. 1. Definice úhlu  $\Theta$  mezi normálovým vektorem lamel a pozorovanou rovinou, skutečné mezilamelární vzdálenosti  $\lambda_0$  a zdánlivé mezilamelární vzdálenosti  $\lambda$ .

Fig. 1 Definition of the angle  $\Theta$  between the normal vector of lamellae and observation section, true interlamellar spacing  $\lambda_0$  and apparent interlamellar spacing  $\lambda$ .

Skutečnou MV lze z naměřených hodnot stanovit využitím zákonů matematické statistiky. Vychází se ze dvou předpokladů: 1. perlitické kolonie ve zkoumaném vzorku mají náhodnou orientaci, což znamená že úhel  $\Theta$ , definovaný v obr. 1, je spojitá náhodná proměnná s rovnoměrným rozdělením pravděpodobnosti. 2. také skutečná MV  $\lambda_0$  je spojitá náhodná proměnná, ovšem s normálním (Gaussovým) rozdělením pravděpodobnosti. Na základě prvního předpokladu odvodil Pellisier [3] vztah pro výpočet hustoty pravděpodobnosti zdánlivé MV  $\lambda$ :

$$P_\lambda = \frac{\lambda_0^2}{\lambda^2 \cdot \sqrt{\lambda^2 - \lambda_0^2}} \quad (1)$$

Hustota rozdělení pravděpodobnosti skutečné MV  $\lambda_0$  je pak dána známým vztahem:

$$P_{\lambda_0} = \frac{1}{\sigma \cdot \sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(\lambda_0 - \lambda_{0,Avg})^2}{2 \cdot \sigma^2}}, \quad (2)$$

kde  $\lambda_{0, Avg}$  je průměrná hodnota a  $\sigma$  je směrodatná odchylka skutečné MV.

Na základě těchto rovnic odvodil Ikeda [4] vztah pro stanovení relativní četnosti  $F$  lamel se zdánlivou MV ležící mezi  $\lambda_1$  a  $\lambda_2$ :

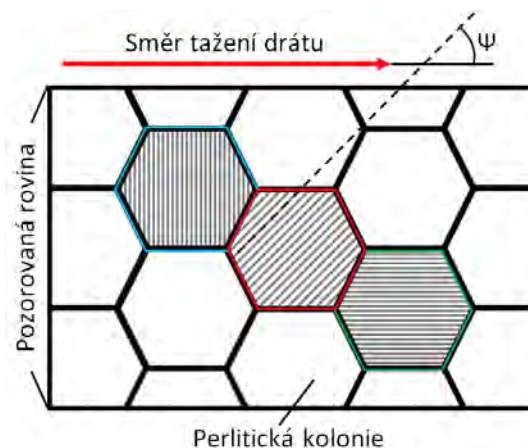
$$F(\lambda_1, \lambda_2) = \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \frac{1}{\lambda^3} \left( \int_0^\lambda e^{-\frac{(\lambda_0 - \lambda_{0,Avg})^2}{2 \cdot \sigma^2}} \cdot \frac{\lambda_0^2}{\sqrt{\lambda^2 - \lambda_0^2}} d\lambda_0 \right) d\lambda}{\int_0^\infty \frac{1}{\lambda^3} \left( \int_0^\lambda e^{-\frac{(\lambda_0 - \lambda_{0,Avg})^2}{2 \cdot \sigma^2}} \cdot \frac{\lambda_0^2}{\sqrt{\lambda^2 - \lambda_0^2}} d\lambda_0 \right) d\lambda} \quad (3)$$

Pomocí této rovnice lze zkonstruovat teoretický histogram zdánlivé MV a následně, s využitím srovnání se skutečným histogramem získaným pomocí měření, stanovit  $\lambda_{0, Avg}$  a  $\sigma$  skutečné MV.

## 1.2 Deformovaný perlit

Během tažení drátu se MV zmenšuje s rostoucím stupněm deformace. Vlastní proces plastické deformace perlitu lze rozdělit do tří etap, kdy nejprve dochází k deformaci feritických lamel, následně dochází k ohýbání a natáčení cementitických lamel a nakonec dochází k deformaci a praskání cementitických lamel. Jednotlivé etapy lze spolehlivě identifikovat na křivce závislosti pevnosti v tahu na kumulované deformaci, kde druhá etapa vykazuje výrazně menší sklon křivky než etapy 1 a 3 [5 – 7].

Míra zmenšení mezilamelární vzdálenosti během deformace závisí na počáteční orientaci lamel, tedy na úhlu  $\Theta$  (za předpokladu že rovina pozorování je rovnoběžná se směrem tažení) a také na úhlu  $\Psi$  (jehož definici určuje obr. 2).



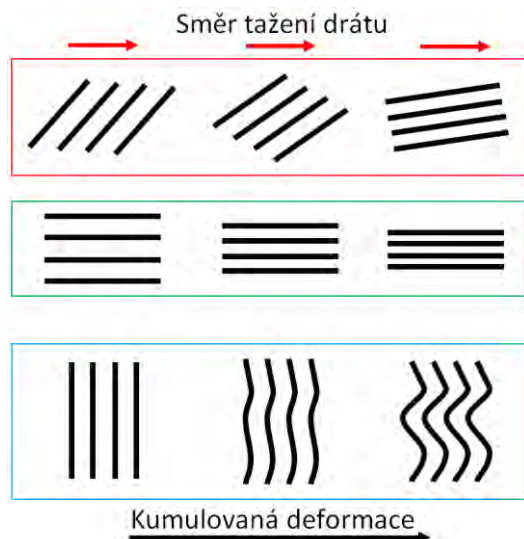
Obr. 2. Definice úhlu  $\Psi$  mezi lamelami a směrem tažení drátu. Schéma ukazuje tři typy prostorového uspořádání perlitických lamel: (červená) obecný sklon, (zelená) paralelní sklon k ose drátu, (modrá) kolmý sklon na osu drátu.

Fig. 2 Definition of the angle  $\Psi$  between the lamellae and direction of wire drawing  $\Psi$ . Diagram shows three types of spatial arrangement of pearlite lamellae: (red) inclined, (green) parallel to the wire axis, (blue) perpendicular to the wire axis.

Změna orientace lamel a změna mezilamelární vzdálenosti ve třech koloniích z obr. 2 je schématicky znázorněna na obr. 3. Teoreticky nejmenší mezilamelární vzdálenost po tažení bude naměřena, pokud  $\Theta = 0^\circ$  a zároveň  $\Psi = 0^\circ$ . S rostoucími úhly je zmenšování mezilamelární vzdálenosti méně intenzivní a pro  $\Theta = 90^\circ$  a zároveň  $\Psi = 90^\circ$  se mezilamelární vzdálenost prakticky nemění, dochází k výraznému ohýbání lamel a následnému lámání. Někteří autoři uvádějí, že po určitém stupni deformace dojde k natočení lamel ve všech koloniích do směru tažení [8, 9]. Jedná se však o skutečnou deformaci přesahující hodnotu  $e_f = 2,5$  což není v praxi obvyklé. V provedeném experimentu, jehož podmínky odpovídají provozní praxi, se dosahuje skutečné deformace  $e_f = 1,64$ .

V předchozím odstavci byly diskutovány teoretické změny orientace lamel a mezilamelární vzdálenosti.

V praxi je průběh změn ovlivněn technologickými podmínkami tažení, jako je velikost dílčí deformace, typ úběrové řady [10] či součinitel tření v průvlastku. Experiment, který je popsán v tomto článku, prokáže, zda je možno využít srovnání teoretických četností mezilamelární vzdálenosti s prakticky naměřenými četnostmi při popisu vlivu technologických parametrů na mikrostrukturu perlitické oceli.



Obr. 3 Schéma ukazující změnu orientace lamel a změnu mezilamelární vzdálenosti ve třech koloniích z obr. 2

Fig. 3 Diagram of changes in lamellae orientation and IS within the three colonies from Fig. 2

## 2. Popis experimentu

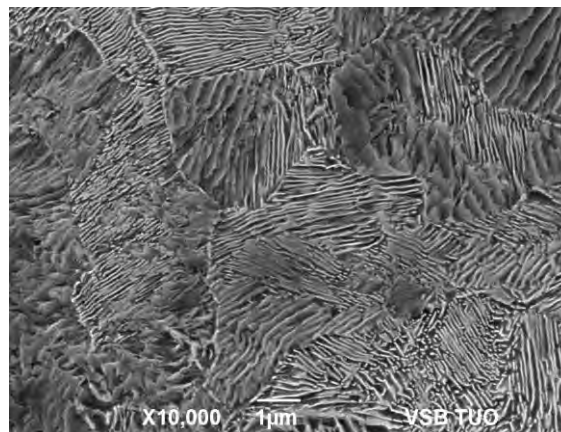
### 2.1 Zkušební materiál

K experimentu byl použit tažený a patentovaný drát z oceli C78DP, jejíž chemické složení je uvedeno v tab. 1. Mikrostruktura oceli je tvořena perlitem (obr. 4) a malým množstvím (do 2 %) horního bainitu (obr. 5). Výskyt bainitu je způsoben nedodržením teploty patentování. Pro menší průměry drátu je potřeba volit vyšší teploty olověné lázně, ale to je v praxi obtížně realizovatelné. Drát byl mořen a jeho povrch byl pokryt nosičem maziva.

Tab. 1 Chemické složení zkoumané oceli (hm. %)

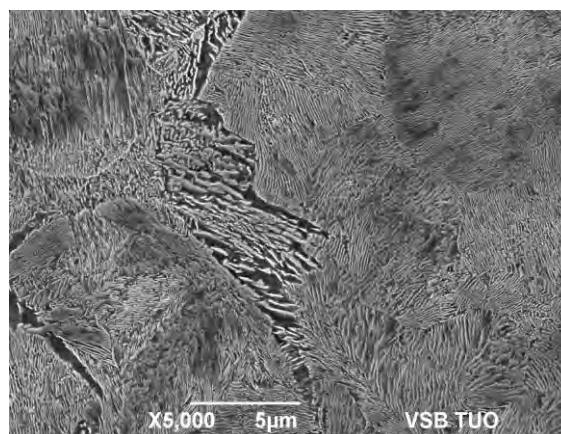
Tab. 1 Chemical composition of the examined steel (mass %)

C	Mn	Si	P	S	Cu	Ni	Cr
0,79	0,63	0,20	0,010	0,014	0,04	0,02	0,05



Obr. 4 Původní mikrostruktura oceli (SEM) – různá orientace lamel vůči rovině leptání

Fig. 4 Initial microstructure of the steel (SEM) – diverse orientations of lamellae with respect to the etched plane



Obr. 5 Původní mikrostruktura oceli (SEM) – oblast výskytu horního bainitu

Fig. 5 Initial microstructure of the steel (SEM) – region with occurrence of upper bainite



Obr. 6 Drátotah KOCH KGT 25 - E: rotační držák průvlastku a tažný buben v okamžiku zatahování drátu

Fig. 6 KOCH KGT 25 - E wire-drawing machine: rotating die holder and drawing block during wire introduction

### 2.2 Vybavení laboratoře tažení drátu

Fyzikální experiment byl proveden ve spolupráci s Regionálním materiálově technologickým výzkumným

centrem (RMTVC), konkrétně s Oddělením tvářecích procesů, jehož součástí je laboratoř tažení drátu.

Experimentální tažení bylo provedeno na přímotažném jednotahovém drátotahu KOCH typu KGT 25 – E s průměrem bubnů 600 mm (obr. 6). Je to standardní zařízení používané v drátovnách buď samostatně, nebo jako poslední blok vícetahového drátotahu. Buben, stejně jako rotační držák průvzlaku, je chlazen vodou. Polohu držáku průvzlaku lze měnit ve dvou osách, a tak řídit úroveň vnitřních pnutí v hotovém drátu. Před držákem průvzlaku je umístěn zásobník s mazivem. K mazání se může použít jak mýdlový prášek, tak mýdlová emulze. Drátotah má vlastní okruh pro cirkulaci, čištění a chlazení emulze. Je vybaven řídicím systémem Siemens, který umožňuje měření tažného momentu a tím i tažné síly. V případě potřeby je možno připojit termovizi a dva pyrometry pro měření teploty drátu za průvzlakem, a to na spodní části bubnu a před rovnáním. Drátotah je dále vybaven pneumatickou bezpečností brzdou, která jej zastaví v případě přetřetí drátu, nebo v případě kontaktu obsluhy s ochranným lankem.

Pro zatažení drátu je potřeba drát zahrotovat, prostrčit průvzlakem a pomocí zatahovacích kleští vytvořit na spodní části bubnu 4 až 6 závitů drátu. Potom je drát převinut přes kladku a po průchodu laserovým měřičem rozměrů a sedmi nebo devítikladkovou dvousou rovnáčkou (obr. 7.) jej opět pomocí zatahovacích kleští navinut na horní část bubnu, která je vybavena sběrným

košem (obr. 8.). Tím jsou zatahovací práce ukončeny a může se přejít k vlastnímu tažení. Kapacita sběrného koše je až 100 kg drátu. Drát je po ukončení daného úběru přesunut pomocí portálového jeřábu i se sběrným košem na odvíjelo nebo do skladu hotového materiálu.

Odvíjadlo se samostatným pohonem firmy VASPO Vamberk je schopno zpracovat svitky o vnitřním průměru až 1,2 m a hmotnosti až 200 kg. Je vybaveno bezpečnostní pneumatickou brzdou bránící přetřetí drátu na odvíjedle (obr. 9).

Mezi drátotah a odvíjadlo lze volitelně umístit lamač okují s kladkami ve dvou osách a spirálovitými kartáči pro dočištění povrchu drátu po lámání okují. Také tam lze umístit univerzální rám s podavačem drátu. Na rám mohou být namontovány kladkové rovnačky pro různé průměry drátu (slouží k rovnání hotového drátu před mechanickými zkouškami), nebo průběžná odporová pec pro simulaci žhání drátu.

Dále je laboratoř vybavena zkušebním zařízením pro hodnocení nízkocyklové únavy taženého drátu. Zkoušky krutem jsou prováděny dle ČSN ISO 7800 Kovové materiály – Dráty – Zkouška jednoduchým krutem na zařízení typu ZKZE 02/5 Zkoušky ohybem jsou prováděny dle ČSN ISO 7801 Kovové materiály – Zkouška drátu střídavým ohýbáním na zařízení typu ZOZP 02/5. Ve spolupráci s dalšími pracovišti RMTVC lze provádět zkoušky tahem a metalografické analýzy pomocí optického, SE a TE mikroskopu.



Obr. 7 **Nahore:** převíjecí kladka, **dole:** laserové měření rozměrů a rovnačka

Fig. 7 **Top:** transfer pulley, **bottom:** laser measurement of dimensions and wire straightener



Obr. 8 Snímání sběrného koše s tažného bubnu

Fig. 8 Lifting the coil holder from the drawing block



Obr. 9 Odvíjadlo

Fig. 9 Payoff stand

### 2.3 Tažení drátu

Drát s počátečním průřezem 3,4 mm byl tažen pěti úběry na průřez 1,5 mm. Celková poměrná deformace činila 80,5 % (tomu odpovídá skutečná délková deformace  $e_l = 1,64$ ). Tažná rychlost byla přibližně  $1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Tažení se provádělo přes WC průvzlaky s úhlem

deformační části  $8^\circ$ . Bylo použito práškové mazivo na bázi sodného mýdla s příměsí nosiče maziva s komerčním označením Condat 3T.

Použitá úběrová řada je uvedena v tab. 2. Po každém tahu byl odebrán drát o dostatečné délce na provedení metalografické analýzy a mechanických zkoušek.

Tab. 2 Úběrová řada  
Tab. 2 Drawing pass sequence

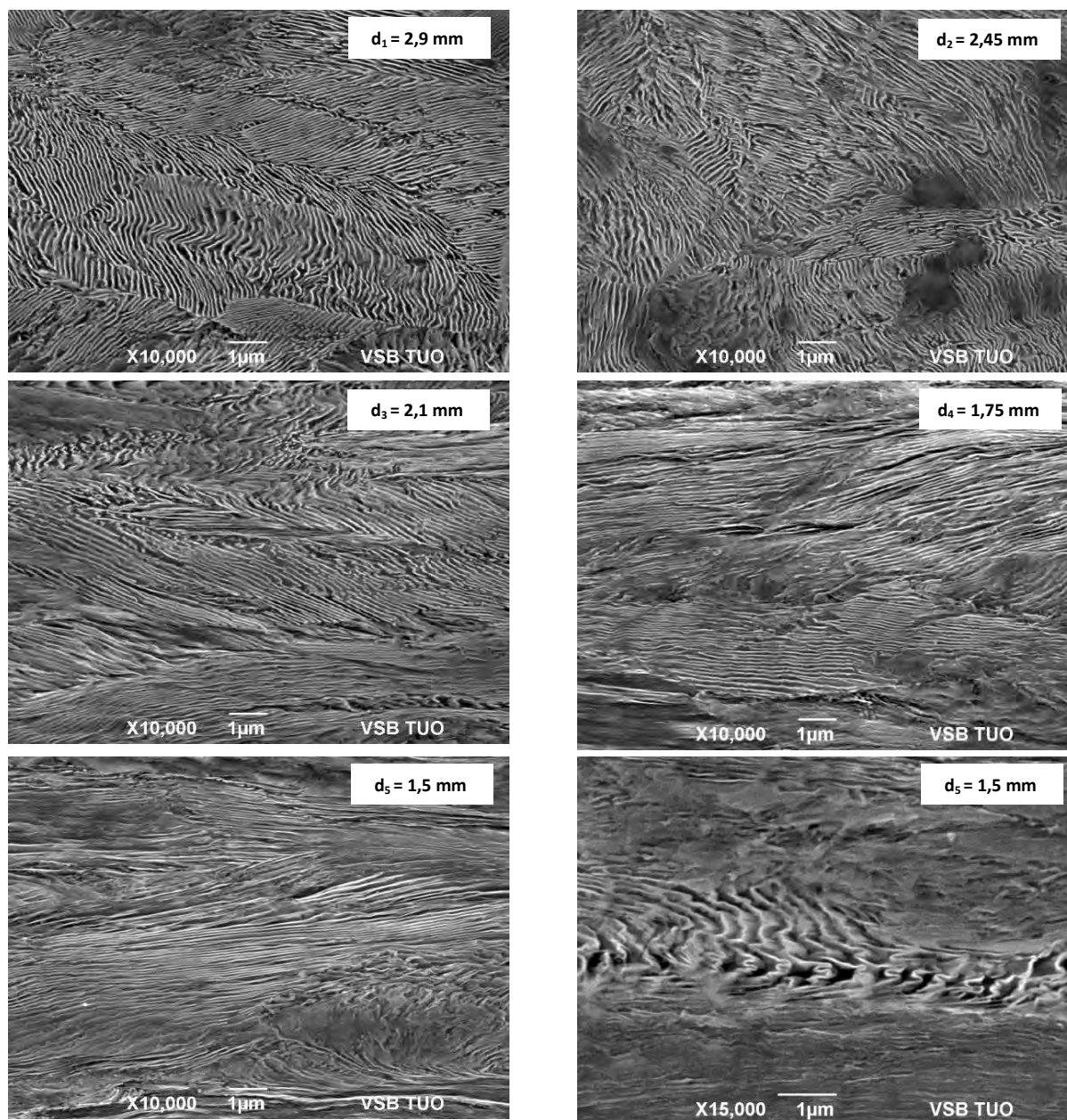
Číslo úběru	0	1	2	3	4	5
Průměr drátu, (mm)	3,4	2,9	2,45	2,1	1,75	1,5
Deformace, (%)		27,2	28,6	26,5	30,6	26,5

### 3. Diskuze výsledků

Metalografická analýza byla provedena na fotografiích ze SEM, které byly pořízeny v osové oblasti drátu.

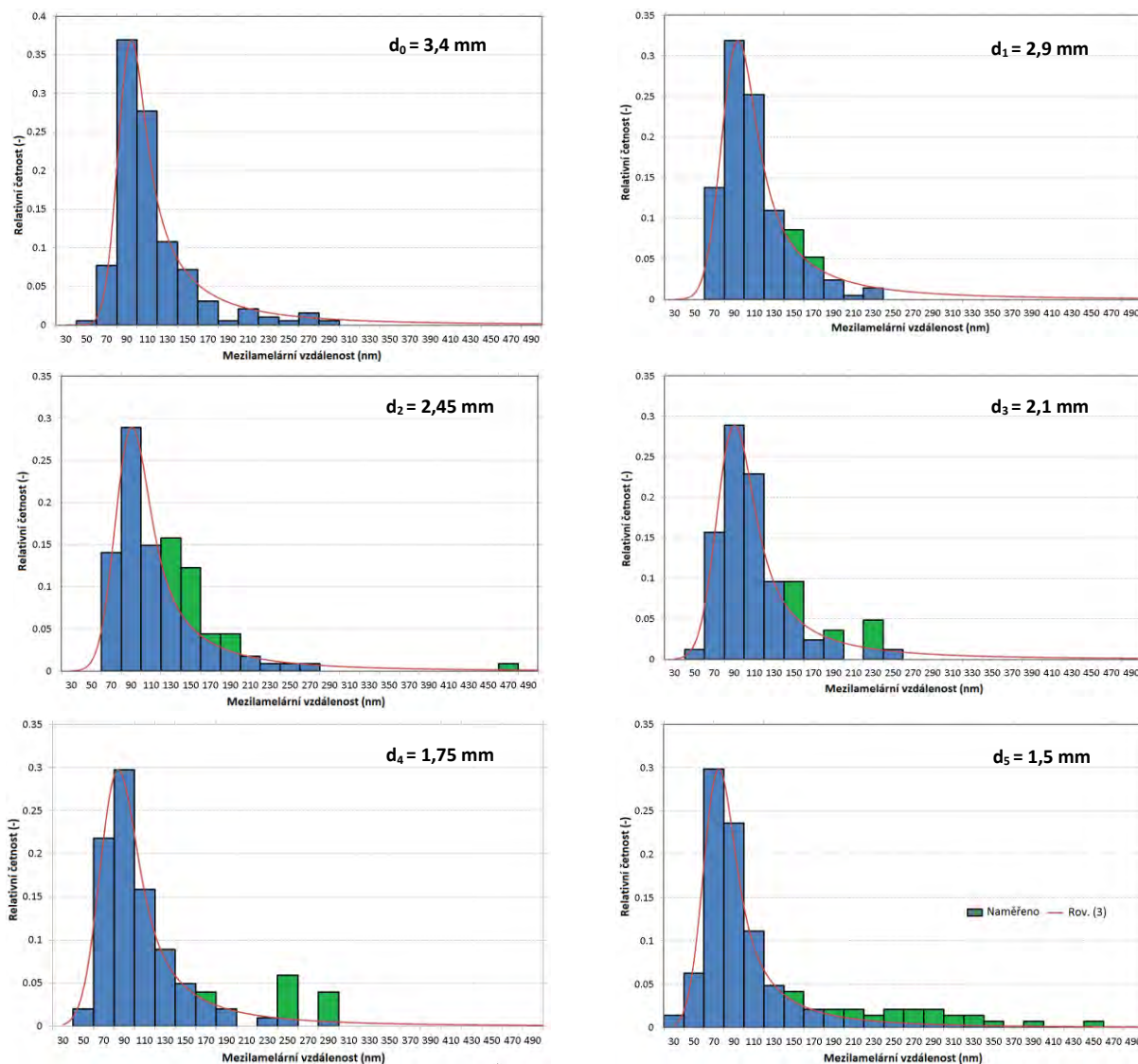
Celkem bylo u každého vzorku pořízeno 10 fotografií se zvětšením 10 000 x. Fotografie navazují bezprostředně na sebe, aby se zabránilo opakovanému měření stejných kolonií perlitu.

Mikrostrukturu oceli získanou po jednotlivých úběrech znázorňuje obr. 10. Z fotografií je zřejmé, že je velký rozdíl mezi intenzitou zmenšování mezilamelární vzdálenosti mezi jednotlivými koloniemi perlitu v jednotlivých úběrech a že k největšímu zmenšení mezilamelární vzdálenosti dochází v posledních dvou tazích.



Obr. 10 Fotografie mikrostruktury drátu po každém z 5 tahů na průměr  $d_1$ ,  $d_2$ ,  $d_3$ ,  $d_4$ ,  $d_5$ . Na detailu struktury po posledním tahu lze pozorovat ukázkové ohýbání lamel kolmých na směr tažení.

Fig. 10 Micrographs of wire after individual passes:  $d_1$ ,  $d_2$ ,  $d_3$ ,  $d_4$  and  $d_5$ . Detail of the microstructure after the last pass illustrates an exemplary bending of the lamellae which are perpendicular to the drawing direction.



Obr. 11 Srovnání histogramů vytvořených z naměřených hodnot s průběhem teoretických relativních četností vypočítaných z rovnice (3) pro počáteční průměr drátu  $d_0$  a průměry drátu po každém z pěti tahů na průměr  $d_1, d_2, d_3, d_4, d_5$ . Zeleně označené sloupce mají vyšší četnost, než odpovídá teoretickým četnostem.

Fig. 11 Comparison between histograms constructed from measured data and theoretical relative frequencies calculated using equation (3) for the initial wire diameter  $d_0$  and wire diameters upon each of the five passes:  $d_1, d_2, d_3, d_4$  and  $d_5$ . In the green columns, the frequencies are higher than theoretical.

Na obr. 11 vidíme srovnání histogramů vytvořených z naměřených hodnot MV (počet změřených kolonií se pohyboval od 85 do 215 pro každý vzorek) s teoretickými relativními četnostmi vypočítanými z rovnice (3). Vidíme velmi dobrou shodu mezi výpočtem a naměřenými daty v původním vzorku oceli, tedy ve stavu po patentování, kdy platí předpoklad o náhodné orientaci jednotlivých perlitických kolonií (červená čára protíná modré sloupce přibližně v polovině jejich horní strany).

S rostoucím stupněm deformace přibývají výsledky měření, které vybočují z teoretických předpokladů (zelené oblasti na obr. 11). MV se zmenšuje, ale míra zmenšení závisí na původní orientaci (tedy na úhlech  $\Theta$  a  $\Psi$ ). Existuje tedy určité množství kolonií, jejichž

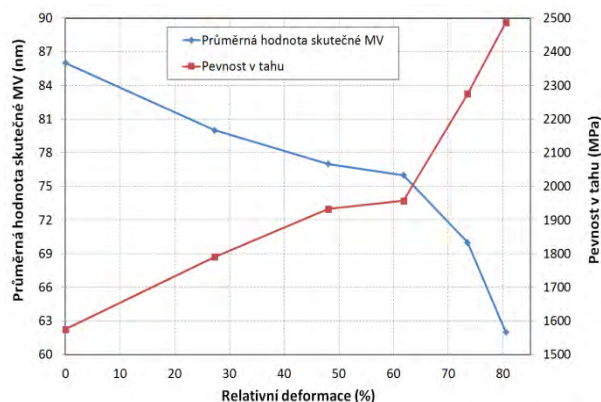
orientace a MV se příliš nemění a to způsobuje rozdíly mezi výpočtem podle rovnice (3) a naměřenými relativními četnostmi. Právě tyto odchylky v budoucnu mohou pomoci v popisu vlivu technologických podmínek tažení na mikrostrukturu drátu.

S využitím výše popsané analýzy byly stanoveny hodnoty průměru a směrodatné odchylky skutečné MV. Tyto hodnoty jsou uvedeny v tab. 3, která pro srovnání parametrů ve všech tazích uvádí také hodnoty průměru, mediánu a směrodatné odchylky zdánlivé MV. Porovnání všech tří numerických charakteristik polohy ukazuje, že kromě absolutního rozdílu v dosažených hodnotách je také významný rozdíl v jejich vývoji s rostoucí deformací.

Tab. 3 Numerické charakteristiky MV  
Tab. 3 Numerical characteristics of IS

Číslo úběru		0	1	2	3	4	5
Průměr drátu	(mm)	3,4	2,9	2,45	2,1	1,75	1,5
Průměr skutečné MV	(nm)	86	80	77	76	70	62
Směrodatná odchylka skutečné MV	(nm)	12	15	15	16	16	14
Průměr zdánlivé MV	(nm)	115	112	123	115	118	121
Medián zdánlivé MV	(nm)	104	105	114	104	99	91

Průměr zdánlivé MV v podstatě nevykazuje žádný vývoj (mezilamelární vzdálenost kolísá okolo hodnoty 117 nm). Medián zdánlivé MV už dokázal zachytit pokles mezilamelární vzdálenosti v posledních dvou úběrech. Ale pouze použití průměru skutečné MV korektně popisuje vývoj MV ve všech úběrech. To je obzvlášť dobře patrné, pokud srovnáme tyto hodnoty s hodnotami pevnosti v tahu po jednotlivých úběrech (obr. 12). Zde vidíme, že opravdu existuje silná korelace mezi mezilamelární vzdáleností a pevností v tahu a na obou křivkách můžeme rozlišit tři oblasti s různými směrniciemi. V každé z těchto oblastí probíhá plastická deformace perlitu s rozdílným mechanismem.

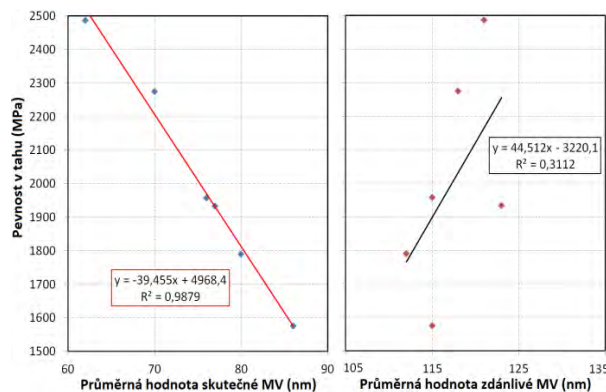


Obr. 12 Vývoj mezilamelární vzdálenosti a pevnosti v tahu.  
Fig. 12 Development of interlamellar spacing and tensile strength

Obr. 13 ukazuje míru korelace průměrné hodnoty skutečné a zdánlivé MV a pevnosti v tahu. Průběh zdánlivé MV má nejen velmi nízký koeficient korelace, ale také vykazuje opačný trend, než odpovídá teoretickým předpokladům.

## Závěr

Článek na konkrétním příkladu tažení drátu z eutektoidní oceli ukazuje možnosti vyhodnocení numerických charakteristik mezilamelární vzdálenosti perlitu. Předvedený způsob vyhodnocení vychází z prací Ikedy [4], kdy se porovnávají teoreticky vypočítané četnosti s histogramem sestaveným z naměřených dat.



Obr. 13 Závislost pevnosti v tahu na MV vyjádřené různými numerickými charakteristikami  
Fig. 13 Dependence of tensile strength on IS expressed by different numerical characteristics

Teoretický výpočet vychází z předpokladu, že orientace lamel je náhodná a skutečná mezilamelární vzdálenost je náhodná proměnná s normálním rozdělením pravděpodobnosti. Tento předpoklad během tažení přestává platit, ale přesto se představená metodika dá využít a navíc přináší další zajímavé informace, které bude možno využít např. při srovnání různých typů úběrových řad (různé hodnoty dílčí deformace a různé typy úběrových řad – degresivní vs. rovnoměrná).

## Poděkování

Tento článek byl vytvořen v rámci projektů LO1203 „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum – projekt udržitelnosti“ a SP2015/91 „Specifický výzkumný projekt FMMI“ financovaných MŠMT ČR.

## Literatura

- [1] RIDLEY N. A Review of the Data on the Interlamellar Spacing of Pearlite. *Metallurgical Transactions A – Physical Metallurgy and Materials Science*, 15 (1984) 6, 1019–1036.
- [2] PARK KT., CHO SK., CHOI JK. Pearlite morphology in the hypereutectoid steels. *Scripta Materialia*, 37 (1997) 5, 661–666
- [3] PELLISSIER G.E., HAWKES M.F., JOHNSON W.A., MEHL R.F., The interlamellar spacing of pearlite. *Transactions of American Society for Metals*, 30 (1942), 1049–1086
- [4] IKEDA T., RAVI V. A., SNYDER, G. J. Evaluation of true interlamellar spacing from microstructural observations. *Journal of Materials Research*. 23 (2008) 9, 2538–2544
- [5] NAM WJ., BAE CM. Void initiation and microstructural changes during wire drawing of pearlitic steels. *Materials Science and Engineering A – Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 203 (1995) 1-2, 278–285
- [6] ZHANG X., GODFREY A., HANSEN N., et al. Evolution of cementite morphology in pearlitic steel wire during wet wire drawing. *Materials Characterization*, 61 (2010) 1, 65–72
- [7] FABÍK R., HALFAROVÁ P. Impact of drawing process parameters on uniformity of strain in spring wire. In *Metal 2011: Proceedings of the 20<sup>th</sup> International Metallurgical and Materials Conference*, Brno, Czech Republic, 2011, pp. 234–240
- [8] ZELIN M. Microstructure evolution in pearlitic steels during wire drawing. *Acta Materialia*. 50 (2002) 17, 4431–4447
- [9] LANGFORD, G. Deformation of Pearlite. *Metallurgical Transactions A – Physical Metallurgy and Materials Science*, 8 (1997) 6, 861–875
- [10] FABÍK R., et al. Influence of the type of reduction schedule on microstructure evolution and mechanical properties upon Drawing of a Near-eutectoid Wire. *Hutnické listy*, 61 (2008) 7, 11–17

## Hodnocení creepového poškození ocelí dlouhodobě provozovaných za zvýšené teploty

### Creep Damage Evaluation of Steels after Long-term Operation at Elevated Temperatures

Dr. Ing. Zdeněk Kuboň; Ing. Lenka Pekařová; Ing. Gabriela Rožnovská; Ing. Jana Kosňovská

MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Pohraniční 693/31, 703 00 Ostrava-Vítkovice, Česká republika

*Aktuální provozní doby bloků klasických elektráren dosahují už i v České republice 250 000 hodin, a značně tak překračují svoji projektovou životnost. To se týká zejména parovodního potrubí a komor, které jsou ve většině případů stále původní. Jejich stav je však po technické stránce dosud uspokojivý a i s ohledem na současnou situaci v evropské energetice, se stále více využívá všech možností, jak jejich aktuální životnost prodloužit daleko za původní životnost projektovou. Je to možné i z toho důvodu, že v dobách výstavby těchto bloků se při projektování a konstrukci používaly vyšší koeficienty bezpečnosti, a tyto komponenty tak dosud nevykazují kritický stupeň strukturní a materiálové degradace. Ovšem dlouhá doba jejich provozování se přesto odrazila v rozvoji creepového kavitáčního poškození, které je nutno popsat a přiřadit mu realistický vztah ke zbytkové životnosti. Proto je zde popsán přístup ke kvantifikaci creepového poškození vycházející z původní Neubauerovy klasifikace a dále tuto kvantifikaci rozpracovávající tak, aby bylo možné provádět hodnocení creepového poškození založené na určení počtu kavit a/nebo creepových trhlin. Na několika příkladech ohybů z oceli 15 128 po dlouhodobém provozu na 200 MW bloku uhelné elektrárny je pak ukázána praktická aplikace tohoto přístupu.*

**Klíčová slova:** Kavitáční poškození; Neubauerova klasifikace; VGB-TW 507; NORDTEST NT TR 302; nízkolegovaná Cr-Mo-V ocel; ohyb parovodu

*The actual operating time of fossil-fuelled power plants 250,000 hours has already achieved also in the Czech Republic. This service time significantly exceeds original design lifetime. The principal high temperature components, like pipelines and headers, are to be used longer far beyond their original design lifetime because their technical state is yet quite satisfactory and also due to the unstable situation in the European energy sector. However, the long-time creep exposure has inevitably led to the development of creep cavitation damage, which must be quantified and appropriate residual lifetime estimation must be assigned to them.*

*The most frequently used methods of metallographic cavitation damage analysis and quantification are based on Neubauer's classification, and they were published in the VGB-TW 507, NORDTEST NT TR 170 and NORDTEST NT TR 302 as a guideline for the routine evaluation of cavitation damage based on the measurement of the number of cavities and/or creep micro-cracks. The original Neubauer's classification was extended in VGB-TW 507 into five extended classes, ranging from no damage state (class 0), creep exposed but without cavitation (class 1), isolated cavities (class 2a), extensive cavities without preferred orientation (class 2b), extensive oriented cavities (class 3a), strings of cavities along grain boundaries (class 3b) to micro-cracks (class 4, and finally macroscopic creep crack (class 5). Mutual correspondence between the evaluation of creep damage by NORDTEST and VGB was carried out in the NORDTEST NT TR 302 and resulted in setting the criteria for evaluation of cavitation damage especially in the classes 2 and 3.*

*Various levels of cavitation damage in a low-alloy 14 MoV 6-3 equivalent steel are referred here and some examples of how to evaluate the cavity damage are presented here as well.*

**Keywords:** Cavitation damage; Neubauer's classification; VGB-TW 507; NORDTEST NT TR 302; low-alloy Cr-Mo-V steel; steam pipe elbow

Aktuální provozní doby bloků klasických elektráren dosahují už i v České republice 250 000 hodin, čímž významně překračují svoji projektovou životnost. To se týká zejména parovodního potrubí a komor, které jsou ve většině případů stále původní. Jelikož je však jejich

stav po technické stránce dosud uspokojivý a i s ohledem na současnou situaci v evropské energetice nejsou vytvořeny podmínky pro jejich výměnu a stále více se využívá všech možností, jak jejich aktuální životnost prodloužit daleko za původní

životnost projektovou. Je to možné i z toho důvodu, že v dobách výstavby těchto bloků se používaly vyšší koeficienty bezpečnosti, a tyto komponenty tak dosud nevykazují kritický stupeň strukturní a materiálové degradace. Ovšem dlouhá doba jejich creepové expozice se přesto odrazila v rozvoji creepového kavitačního poškození, které je nutno kvantifikovat a přiřadit mu realistický vztah ke zbytkové životnosti.

## 2. Způsoby kvantifikace creepového kavitačního poškození

Pro stanovení bezpečné životnosti nebo časové periody pro opakované hodnocení vlastností vysokoteplotních komponent se po celém světě používá mnoho metod založených na naměřeném poškození tečením nebo kavitačním poškození. Pro interpretaci pozorovaného poškození je pak nutno mít k dispozici metody hodnocení rozsahu poškození na unikátní a jasně definované a schválené stupnici poškození.

Tab 1 Klasifikace creepového poškození dle NORDTEST NT TR 170  
Tab. 1 Classification of creep damage according to NORDTEST NT TR 170

Třída	Typ poškození	Definice poškození			
0/1	Bez kavit/izolované	< 100 kavit/mm <sup>2</sup>			
2	Izolované/rozptýlené <sup>1)</sup>	Kavity bez uspořádání do přednostních směrů			
2.1	- malé množství	N = 100-300 kavit/mm <sup>2</sup>			
2.2	- střední množství	300 < N < 1000 kavit/mm <sup>2</sup>			
2.3	- hojné	N > 1000 kavit/mm <sup>2</sup>			
3	Usměrněné kavity <sup>2)</sup>	Zřetelné uspořádání kavit takové, že			
		Typ A			Typ B
		D <sup>3)</sup>	L <sub>1</sub> <sup>4)</sup>	L <sub>2</sub> <sup>5)</sup>	N <sup>6)</sup>
3.1	- malé množství	>100/mm	>50μm	<100μm	100-500/mm <sup>2</sup>
3.2	- střední množství	>100/mm	>50μm	100-300μm	500-3000/mm <sup>2</sup>
3.3	- hojné	>100/mm	>50μm	>300μm	>3000/mm <sup>2</sup>
4	Mikrotrhliny <sup>7)</sup>	Trhliny o délce od 20 do 1000μm			
		N <sub>c</sub> <sup>8)</sup>			L <sub>max</sub> <sup>9)</sup>
4.1	- malé množství	<20 trhlin/mm <sup>2</sup>		a	<100μm
4.2	- střední množství	<20 trhlin/mm <sup>2</sup>		nebo	100-300μm
4.3	- velké/hojné	<20 trhlin/mm <sup>2</sup>		nebo	>300μm
5	Makrotrhliny <sup>7)</sup>	Trhliny detekovatelné NDT, obecně L <sub>max</sub> >1mm <sup>9)</sup>			

- Omezení maximálního počtu kavit N je zde uvedeno pro ujasnění, při praktickém hodnocení replik je obvykle rychlejší použít vzhled skutečných referenčních snímků.
- Při hodnocení je třeba brát v úvahu, že:
  - zpravidla je rychlejší hodnotit třídy poškození srovnáním s referenčními mikrofotografiemi;
  - typ A poškození se vztahuje na případy, s relativně malým poškozením mimo hlavní tahy, ve kterých se vyskytují kavity;
  - poškození typu B se vztahuje na případy s široce distribuovanými útvary kavit;
  - při nízkých úrovních usměrněné kavitace (třída 3,1 dolní mez) mohou být neodělitelné typy A a B
- D = hustota linie kavit podél (na hranicích zrn) hodnoceného řádku.
- L<sub>1</sub> = délka kontinuální řady kavit, které splňují požadavky na řádkovou hustotu.
- L<sub>2</sub> = celková souhrnná délka kontinuální řady kavit, které splňují požadavky na řádkovou hustotu na mikrosnímku nebo obraze o ploše 100 cm<sup>2</sup> při zvětšení 500x.
- N = plošná hustota kavit (kavity/mm<sup>2</sup> povrchu vzorku)
- Kromě vymezení rozsahu trhlin v závislosti na příslušných třídách se doporučuje, aby byl indikován také celkový vzhled poškození mimo trhliny (např. 4.2/1 nebo 4.3/3.3B).
- N<sub>c</sub> = maximální hustota plošná trhlin (mikrotrhliny/mm<sup>2</sup>)
- L<sub>max</sub> = maximální délka trhliny, dvě trhliny se počítají jako jedna, je-li jejich vzdálenost menší než délka kratší trhliny; celková délka = délka spojených trhlin a zbytku průřezu (ligamentu) promítnutá do hlavního směru trhliny.

V současné době jsou dostupné evropské předpisy v pokynech NORDTEST NT TR 170 [1] a VGB-TW 507 [2], které poskytují snímky referenčních mikrostruktur

pro celý rozsah creepového poškození u nejběžnějších vysokoteplotních ocelí. V roce 1995 byl učiněn pokus o srovnání předpisů NORDTEST NT TR 170 a VGB-

TW 507, jakož i o sjednocení evropských metod hodnocení poškození tečením. Jednotná definice poškození, která je uvedena v předpisu NORDTEST NT TR 302, je založena na kvantifikovaných stupnicích poškození NORDTEST NT TR 170 s určitými revizemi a zjednodušeními.

V NORDTEST NT TR 170 byly sestaveny referenční mikrosnímky kavitacího typu creepového poškození běžných nízkolegovaných ocelí 14 MoV 6-3 (0.5Cr-0.5Mo-0.25V), 13 CrMo 4-4 (1Cr-0.5Mo) a 10 CrMo 9-10 (2.25Cr-1Mo). Mikrofotografie byly vybrány z velkého počtu replik, vše převzaté z aktuálních komponent elektráren poté, co byly v provozu po dobu více než 80 000 provozních hodin v režimu tečení, a většinou z různých oblastí svarů. Optické (a většinou i rastrovací elektronové) mikrofotografie ukazují velikost poškození v každé třídě poškození v rámci zorného pole při zvětšení, které se běžně používají při inspekci replik (200, 500 a 1000×). Kvantifikované definice poškození dané předpisem NORDTEST NT TR 170 jsou uvedeny v tab. 1.

Aby bylo možné se zabývat změnami (gradientem) poškození a místně proměnným poškozením, a to zejména v rámci svarů, byly ke klasifikaci poškození podle NORDTEST přidány dvě další funkce. Zvláště pro třídu 3 (poškození s malým rozsahem kavitace mimo hlavní řádky nebo pásy uspořádaných (orientovaných) kavit) je určen typ 3A a pro více rozptýlené poškození pak typ 3B. Zejména pro poškození třídy 4 a 5 se pak doporučuje, aby byl popsán i typ poškození mimo oblast maximálního poškození nebo trhliny: např. 4.1/3.3B, kde první část (4.1, neboli malé množství mikrotrhlin) se týká charakteristického maximálního poškození, po kterém následuje popis pro sousedící poškození (3.3B, hojné, orientované, ale rozptýlené kavity). Tento přístup zpřesňuje a rozšiřuje rozsah hodnocení, ale zachovává kompatibilitu s původním přístupem popsaným jak Neubauerem, tak i v NORDTEST NT NDT 010 [4] pro maximální poškození a jeho určení.

Definice v NORDTEST NT TR 170 jsou však poměrně složité; také ony sledují klasické definice kavitacího poškození, které nejsou jednoznačně definovány, a to zejména pro třídu 3 poškození (orientovaná kavitace). Je to proto, že například ekvibiální napětí nebo vhodná kombinace nevyváženého biaxiálního napětí a pevnosti materiálu nebude vykazovat jasně orientovanou kavitaci, ale poškození bude odstupňované a bude zahrnovat jak neorientované poškození, tak až i rozsáhlé trhliny. To v zásadě narušuje původní myšlenku tříd poškození, které by popisovaly rostoucí degradaci struktury a zkrácení životnosti. Ukázalo se, že interpretace pro třídu 3 poškození je zvláště nejasná u svarů, kde je další oblast se zjevně orientovanou kavitací v relativně úzkých zónách ovlivněného materiálu. Ačkoli NORDTEST NT

TR 170 poskytuje příklady mikrofotografií ze svařovaných komponent, jejich pokrytí není kompletní a definice uvedené v tab. 2 neodrážejí plně obtíže při posuzování kavitace ve svarech.

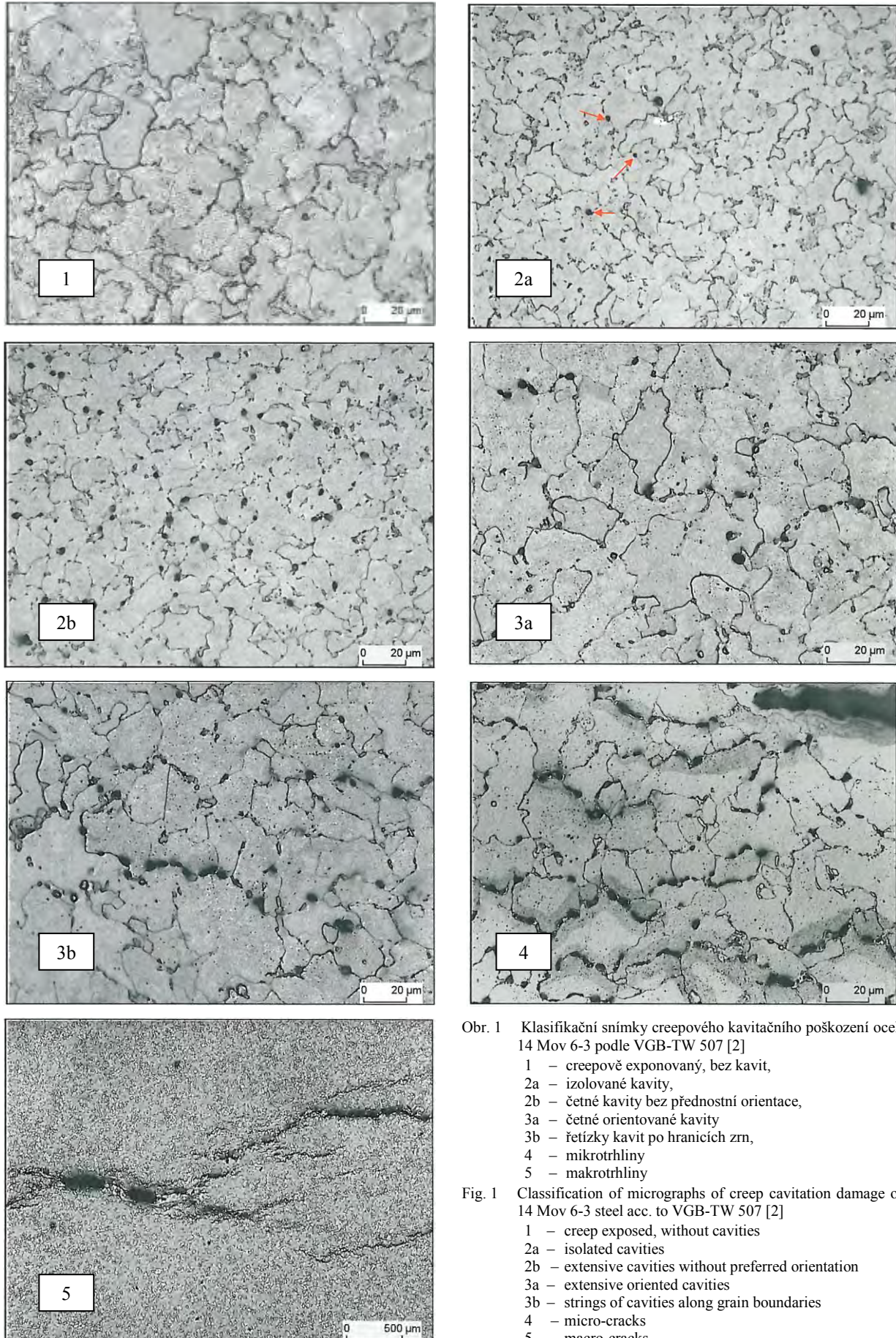
Německá směrnice VGB-TW-507 neuvádí výslovně v detailu, jak je definována každá třída poškození. Poškození se vztahuje pouze na Neubauerovo rozdělení do jednotlivých tříd, jak je uvedeno v tab. 2.

Tab. 2 Popis Neubauerových tříd poškození ve VGB-TW 507  
Tab. 2 Description of Neubauer's damage classes in VGB-TW 507

Třída poškození	Popis poškození
0	Nový materiál, bez creepové expozice
1	Creepově exponovaný materiál, bez kavit
2a	Izolované kavity
2b	Četné kavity bez přednostní orientace
3a	Četné kavity s přednostní orientací
3b	Řetízky kavit nebo oddělené hranice zrn
4	Mikrotrhliny
5	Makrotrhliny

VGB-TW 507 ukazuje také kompletní sadu mikrosnímků nedegradovaných i tečením poškozených struktur pro širší škálu materiálů než NORDTEST NT TR 170 (obr. 1). Proto je také používán nebo alespoň odkazován velkou skupinou profesionálů zabývajících se problematikou zbytkové životnosti, a to nejen v Německu, odkud tento předpis pochází, ale také v sousedních zemích včetně ČR, kde má významné místo při nastavování většiny interních (firemních) předpisů o poškození tečením. Kvůli možnému konfliktu mezi rozdílnými praktickými definicemi poškození, jsou obě výše zmíněné metody dále srovnány. Hlavní třídy poškození (0 až 5) jsou v zásadě stejné pro obě klasifikace, protože obě stupnice jsou založeny na klasické Neubauerově stupnici poškození, v rozmezí od stavu bez poškození (0) a bez kavitace (1) přes neusměrněnou kavitaci (2), orientovanou tvorbu kavit (3) a mikrotrhlin (4) až po makroskopické creepové trhliny (5). Celkové srovnání mezi třídami a podtřídami poškození uvedenými v NORDTEST a VGB je ukázáno v tab. 3.

Vzájemná korespondence mezi stupnicemi poškození podle NORDTEST a VGB pak byla provedena ve směrnici NORDTEST NT TR 302 [5] a jejím výsledkem je tabulka s novým souborem kritérií hustoty kavit pro hodnocení poškození v třídě 2 a 3. Tato kritéria jsou navržena tak, aby byla kompatibilní s existujícími stupnicemi poškození NORDTEST i VGB. Tento přístup je uveden v tab. 4.



Obr. 1 Klasifikační snímky creepového kavačního poškození oceli 14 Mov 6-3 podle VGB-TW 507 [2]

- 1 – creepově exponovaný, bez kavit,
- 2a – izolované kavity,
- 2b – četné kavity bez přednostní orientace,
- 3a – četné orientované kavity
- 3b – řetízky kavit po hranicích zrn,
- 4 – mikrotrhliny
- 5 – makrotrhliny

Fig. 1 Classification of micrographs of creep cavitation damage of 14 Mov 6-3 steel acc. to VGB-TW 507 [2]

- 1 – creep exposed, without cavities
- 2a – isolated cavities
- 2b – extensive cavities without preferred orientation
- 3a – extensive oriented cavities
- 3b – strings of cavities along grain boundaries
- 4 – micro-cracks
- 5 – macro-cracks

Tab. 3 Korespondence tříd poškození tečením podle VGB-TW 507 a NORDTEST NT TR 170  
Tab. 3 Correspondence of the creep damage of VGB-TW 507 and NORDTEST NT TR 170

Stupnice poškození	Žádné	Bez kavit	Izolované kavity			Orientované kavity			Mikrotrhliny			Makrotrhliny
			2.1	2.2	2.2	3.1B	3.2B	3.3B	4.1	4.2	4.3	
NT TR 170	0	1	2.1	2.2	2.2	3.1B	3.2B	3.3B	4.1	4.2	4.3	5
VGB TW-507	0	1	2a	2b		3a		3b	4			5

Tab 4 Sjedenocené definování creepového poškození podle NORDTEST NT TR 302  
Tab 4 Unified definition of creep damage according to NORDTEST NT TR 302

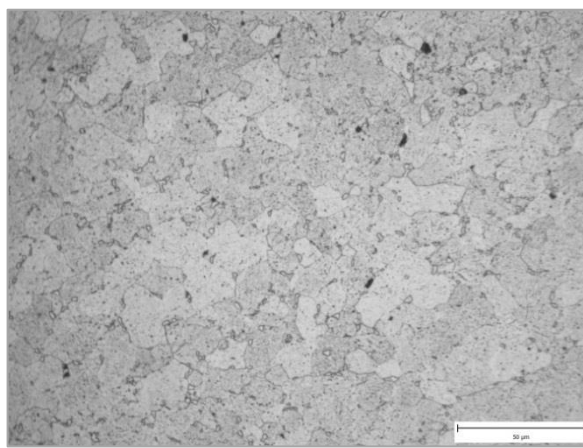
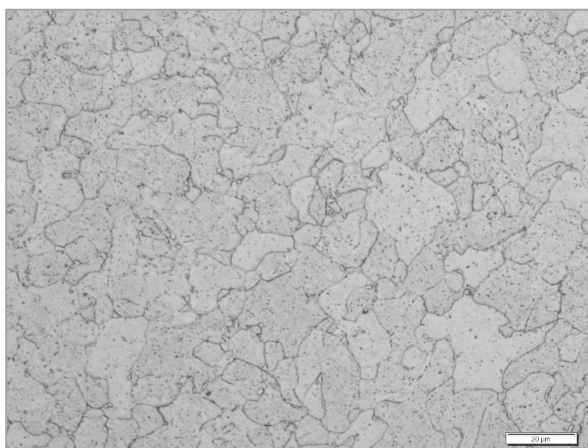
Třída	Typ poškození	Definice poškození		Pozn.
0	Bez poškození (nový)	$N \leq 100$ kavit/mm <sup>2</sup> o velikosti $\geq 0.5 \mu\text{m}$		1)
1	Bez kavit (po expozici na teplotě)	$N \leq 100$ kavit/mm <sup>2</sup> o velikosti $\geq 0.5 \mu\text{m}$		1)
2	Izolované kavity	Kavity tvoří řetízky ani oddělené HZ		1)
2a	- malé množství	$100 \leq N \leq 400$ kavit/mm <sup>2</sup>		
2b	- značné	$N > 400$ kavit/mm <sup>2</sup>		
3	Orientované kavity	Řetízky kavit/separace HZ (max. 3 zrna nebo 100 $\mu\text{m}$ )		1), 2), 3)
		Typ K	Typ C	
3a	- malé množství	$50 \leq L_{\text{cmax}} \leq 200 \mu\text{m}$	$400 \leq N \leq 1600$ kavit/mm <sup>2</sup>	
3b	- značné	$L_{\text{cmax}} > 200 \mu\text{m}$	$N > 1600$ kavit/mm <sup>2</sup>	
4	Mikrotrhliny	Trhliny o délce (3x zrno nebo 100 $\mu\text{m}$ ) $< L_{\text{max}} \leq 2 \text{ mm}$		3), 4), 5)
4a	- malé množství	$\text{Max} (3x \text{ zrno nebo } 100 \mu\text{m}) < L_{\text{max}} \leq 400 \mu\text{m}$		
4b	- značné	$400 \mu\text{m} < L_{\text{max}} \leq 2 \text{ mm}$		
5	Makrotrhliny	Trhliny detekovatelné NDT, obecně $L_{\text{max}} > 2 \text{ mm}$		4), 5)

- 1) kavit na skutečném povrchu vzorku (kavity.mm<sup>-2</sup>).
- 2) typ K poškození se vztahuje na případy s malým poškozením mimo hlavní linii poškození; typ C poškození se vztahuje na případy s rozptýlenými formacemi kavit; při nízkých úrovních orientované kavitace (třída 3a, spodní limit) mohou být typy K and C nerozlišitelné; řetízky kavit = formace s několika kavitami na hranici zrn (HZ) rozšiřujícími se do přilehlých zrn.
- 3)  $L_{\text{cmax}}$  = celková souhrnná maximální délka souvislých řádků kavit, každý nejméně 50  $\mu\text{m}$  na délku za splnění požadavku hustoty nejméně 100 kavit/mm HZ v příslušném zorném poli, obraz o ploše 100 cm<sup>2</sup> při zvětšení 500 $\times$ .
- 4) Doporučuje se, aby bylo uvedeno i poškození mimo trhliny: např. 4B/1, 4b/3bC nebo 5/4a/3aK.
- 5)  $L_{\text{max}}$  = maximální délka trhliny, dvě trhliny se počítají jako jedna, je-li jejich vzdálenost menší než délka kratší trhliny, celková délka = délka spojených trhlín a zbytku průřezu (ligamentu) promítnutá do hlavního směru trhliny.

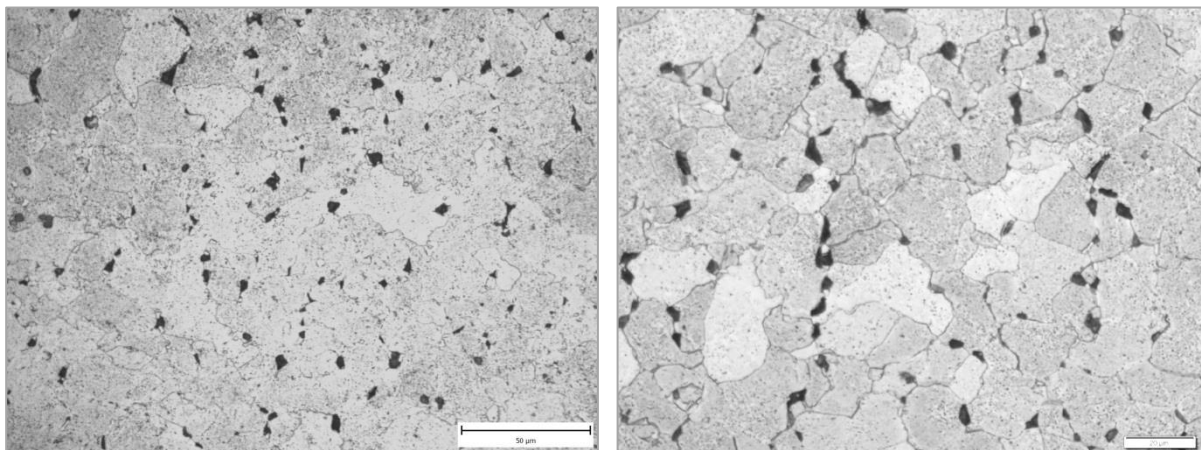
## Příklady kvantifikace creepového kavitačního poškození

Příklady použití výše uvedeného přístupu na reálném výrobku, konkrétně ohybu VT parovodu vyrobeného z trubky  $\varnothing 324 \times 48 \text{ mm}$  oceli 15 128.9 a provozovaného při teplotě 540 °C a tlaku 17.3 MPa po dobu 240 066 hodin, jsou ukázány na obr. 2 až 4, v nichž je

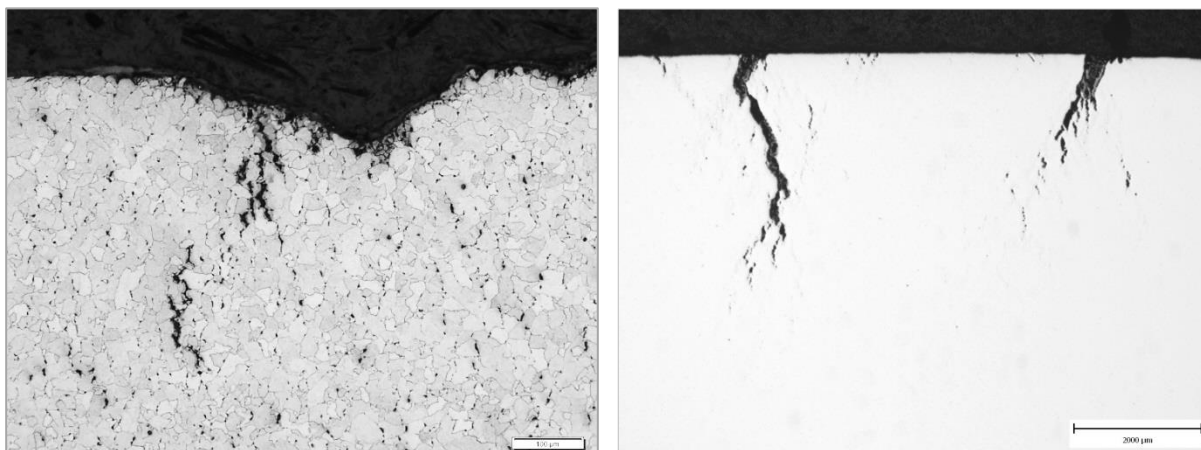
patrný výskyt nahodilých nebo řetízkovitě uspořádaných kavit, mikrotrhlín a makrotrhlín v základní feritické matici, resp. po hranicích zrn. Tyto výsledky potvrdily dosavadní poznatky o velmi nerovnoměrné distribuci kavitačního poškození oceli na bázi Cr-Mo-V, protože i v rámci jednoho analyzovaného místa na parovodním ohybu byl zjištěn směr od vnějšího k vnitřnímu povrchu trubky rozsah kavitačního poškození od stupně 3a až po 5.



Obr. 2 Creepové poškození hodnocené stupněm 1 (vlevo) a 2a (vpravo)  
Fig. 2 Creep damage classified by class 1 (left) and 2a (right)



Obr. 3 Creepové poškození hodnocené stupněm 2b (vlevo) a 2b/3aK (vpravo)  
Fig. 3 Creep damage classified by class 2b (left) and 2b/3aK (right)



Obr. 4 Creepové poškození hodnocené stupněm 4.1 (vlevo) a 5 (vpravo)  
Fig. 4 Creep damage classified by class 4.1 (left) and 5 (right)

## Závěr

V příspěvku byl uveden přístup k hodnocení kavitáčního poškození, který rozvíjí a dále zpřesňuje původní Neubauerovu klasifikaci, a umožňuje tak kvantitativním způsobem stanovit jednotlivé stupně poškození na základě určení počtu kavit a způsobu jejich umístění a rozložení ve struktuře. V souvislosti s prodlužováním životnosti klíčových komponent energetických bloků pracujících v creepové oblasti daleko za jejich projektovou životnost lze očekávat, že právě tento přístup bude v blízké budoucnosti stále častěji využíván při určování stupně poškození a zbytkové životnosti.

## Poděkování

*Autor příspěvku děkuje za institucionální podporu poskytnutou v rámci projektu č. LO 1203 „Regionální materiálové technologické výzkumné centrum - program udržitelnosti“ (RMTVC-PU) financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.*

## Literatura

- [1] AUERKARI, P., BORGGREEN, K., SALONEN, J., 1992. Reference micrographs for evaluation of creep damage in replica inspections. NORDTEST NT Technical Report 170. VTT Manufacturing Technology, Finland. 41 s. (dostupné na NORDTEST, Finland)
- [2] VGB-TW 507. Microstructure Rating Charts for Evaluating the Microstructure and Creep Damage of High-Temperature Steels for High-Pressure Piping and Boiler Components, 2nd Edition, VGB Powertech, 2005
- [3] NEUBAUER, B., WEDEL, V. Rest life estimation of creeping component by means of replication. Proc. „Advances in life prediction“, (ed. Woodford, P. A. and Whitehead, R.), 1983, New York, ASME. s. 317–324
- [4] NORDTEST METHOD NT NDT 010 High temperature components in power plants: Remnant lifetime assessment, replica inspection. May 1991
- [5] AUERKARI, P., SALONEN, J., BORGGREEN, K. 1995. Guidelines for evaluating in-service creep damage (NT TR 302). NORDTEST Project 1183-94. Final Report. VTT Manufacturing Technology, Finland. 14 s. (dostupné na NORDTEST, Finland)

## Frekvenční závislost magnetických ztrát orientovaných transformátorových plechů ArcelorMittal

### Frequency Dependence of Lamination Core Magnetic Loss in High Quality Steels Produced by ArcelorMittal Company

Ing. Petr Široký, CSc.<sup>1</sup>; František Rosypal<sup>2</sup>; prof. Ing. Jaromír Pištora, CSc.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> VŠB – Technická univerzita Ostrava, Centrum nanotechnologií, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

<sup>2</sup> ArcelorMittal a.s., Křižíkova 1377, 738 01 Frýdek-Místek, Česká republika

*Důležitým ukazatelem kvality materiálu a jeho vhodnosti pro konstrukci elektrických strojů s jádry skládanými z plechů – transformátorů, motorů, apod. jsou magnetické ztráty. Ty vznikají jednak procesem přemagnetizace jádra (ztráty hysterese), jednak vlivem vířivých proudů. K těmto základním mechanismům se často přidávají ztráty, pro něž se vžil označení přídatné nebo anomální. O vhodnosti tohoto názvu se vedou ve fyzikální literatuře letité spory, v posledních letech se ale zdá převažovat názor, že za jejich vznikem je pohyb magnetických domén a jejich stěn (magnetických objektů) a jde tedy o mechanismus odlišný od předchozích dvou. V článku je stručně vylíčena historie pohledu na magnetické ztráty, metody jejich měření a výsledky našich vlastních měření vysoce kvalitních transformátorových plechů z nabídky společnosti ArcelorMittal. Přínosem našich měření je použití širokého rozsahu frekvencí budícího pole – od kvazistatického měření do 700 Hz. O velký rozsah frekvencí se rovněž opírá naše modifikovaná metoda nelineárního polynomického fitu, umožňující rozklad změřených ztrát do výše zmíněných tří částí.*

**Klíčová slova:** Epsteinův přístroj; Epsteinův rám; ztráty magnetické; ztráty měrné; hysterese; vířivé proudy

*As the core loss plays an important role in the improvement of the quality of electrical steels in this paper we describe experimental arrangements for the measurement of magnetic loss in wide frequency interval. We discuss modern measuring apparatuses using classical Epstein frame geometry, equipped with digital flux meters and loaded amplifiers enabling measurement in a large frequency interval from zero frequency to 700 Hz. In a practical part we present results of measurement of high quality GO steels produced by ArcelorMittal. Further we discuss separation of obtained data into hysteresis loss  $P_h$ , eddy current loss  $P_e$  and anomalous (excess) loss  $P_a$  components with generally known dependence on the frequency  $f$ . Dividing overall loss and also components by frequency we obtain equation suitable for nonlinear fitting and further analysis.*

**Key words:** Epstein frame; core loss; hysteresis; eddy current loss; excess loss; polynomial fitting; frequency response

Ze základů elektrotechniky je známo, že účinnost elektrických strojů – tj. motorů a transformátorů – závisí na tzv. ztrátách v mědi a ztrátách v železe. Ztráty v mědi jsou způsobeny teplem, které se vyvíjí průchodem elektrického proudu vodiči, ztráty v železe vznikají v důsledku změn magnetického stavu feromagnetických součástí stroje. Aniž bychom v této chvíli zacházeli do detailů, připomeňme, že změny magnetického stavu a obecně vlastnosti feromagnetika jsou vyjádřeny hysterese smyčkou (obr. 1), což je grafické znázornění závislosti magnetické indukce  $B_z$  (magnetické polarizace  $J_z$ ) na intenzitě budícího pole  $H_z$  (a implicitně též frekvenci  $f$ ). Při zvyšování frekvence se smyčka roztahuje (přidávají se ztráty vířivými proudy).

#### Magnetické ztráty – proč a jak je měřit

Magnetické ztráty sestávají ze ztrát hysterese a ztrát vířivými proudy. Čistě hysterese ztráty odpovídají

staticky změřené smyčce (při prakticky nulové frekvenci), ztráty vířivými proudy jsou dány přírůstkem plochy dynamické hysterese smyčky oproti ploše smyčky statické. Ztráty vířivými proudy rostou úměrně s druhou mocninou kmitočtu  $f$  a jsou značně závislé na tvaru křivky průběhu  $B_z = f(t)$ . Obě složky ztrát jsou tedy různě závislé na frekvenci, a proto podle [1, 2] platí

$$P_z = P_h + P_v = a \cdot f + c \cdot f^2. \quad (1)$$

V rov. (1)  $P_z$  znamená celkové ztráty v železe,  $P_h$  ztráty hysterese,  $P_v$  ztráty vířivými proudy,  $a$  a  $c$  jsou koeficienty závislosti ztrát na frekvenci, resp. kvadrátu frekvence. Tohoto vztahu lze využít k rozdělení ztrát, tj. k nezávislému stanovení jedné a druhé složky rovnice (1).

Výraz (1) se často uvádí ve tvaru

$$Z = Z^h + Z^v = \eta \cdot B^a \cdot f + \zeta \cdot B^2 \cdot f^2$$

nebo jeho obměnách (Steinmetzův vzorec). Zde  $Z$ ,  $Z^h$ ,  $Z^v$  jsou pouze formální obměnou výše definovaných ztrát  $P_z$ ,  $P_h$  a  $P_v$ ,  $B$  je magnetická indukce a  $\eta$ ,  $\zeta$  a  $\alpha$  jsou koeficienty závislosti na frekvenci  $f$ , resp.  $f^2$ .

Charles Proteus Steinmetz (9.4.1865 – 26.10.1923) byl v Německu narozený americký matematik a elektroinženýr. Byl vůdčím duchem pokroku ve využívání střídavého elektrického proudu, čímž výrazně ovlivnil elektrifikaci Spojených států. Stál za mnoha objevy souvisejícími s pochopením významu hystereze magnetických materiálů, které umožnily bouřlivý vývoj lepších elektromagnetických zařízení, zvláště elektromotorů pro potřebu průmyslu a transformátorů pro rozvodné sítě [3].

I když existuje řada dalších principů vhodných k měření transformátorových a motorových plechů, dodnes se nejčastěji používá rozsáhlá řada klonů Epsteinova přístroje [1, 4]. Vzorek určený k měření na Epsteinově přístroji se skládá z relativně úzkých pásek plechu, které jsou střídavě na sebe naskládány tak, aby vznikl čtverec (Epsteinův rám), jehož všechny čtyři strany jsou obklopeny stejnými páry cívek, z nichž vždy jedna slouží k buzení magnetického pole a druhá k detekci změny indukce. Takovéto uspořádání zjevně napodobuje v teorii i praxi magnetických měření nejoblíbenější variantu – měření na uzavřeném vzorku.

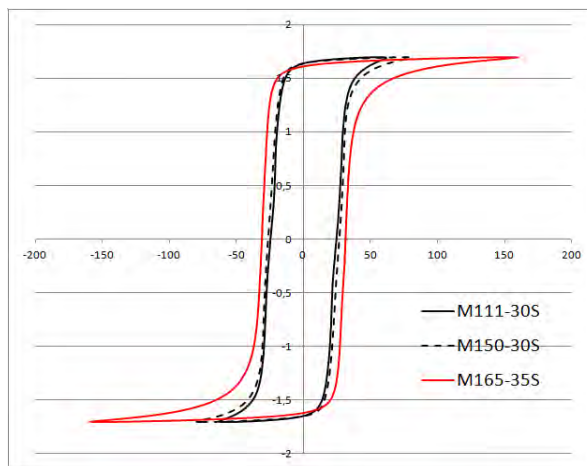
Klasický, tzv. velký Epsteinův rám, který pracoval se vzorky o hmotnosti řádu 10 kg a rozměru 1\*1 m se dnes již prakticky nepoužívá; prototypem dnešních zařízení je tzv. malý Epsteinův rám [1]. Vzorky pro malý Epsteinův přístroj se skládají z jednotlivých pásek plechu složených opět do čtverce, se stranou cca 300 mm a výslednou celkovou hmotností kolem 1 kg. Tyto detaily zde uvádíme hlavně proto, abychom naznačili, proč ještě dnes je otázka rozdělení ztrát aktuální, ačkoli se řeší již někdy od začátku 20. století. Zatímco první pokusy o analýzu ztrát se prováděly na zařízeních pracujících s dostupnou frekvencí sítě, později se začalo používat kombinací dvou nebo několika frekvencí (50 Hz, 60 Hz) dnešní zařízení umožňují proměření celé řady frekvencí (od stejnosměrného buzení až po hranici danou povrchovým jevem). Velkým přínosem moderní elektroniky byla možnost náhrady síťových zdrojů laděnými zesilovači, dále pak náhrada klasických fluxmetrů digitálními a možnost kontroly průběhu jednotlivých veličin (zpravidla se vyžaduje sinusový průběh magnetizace  $B$ ).

Zkoumání magnetických ztrát hraje důležitou roli jak při zlepšování kvality elektroocelí ve stádiu výroby, tak pro optimalizaci jejich pracovních podmínek. Rozšíření intervalu frekvencí budícího pole ukázalo, že rovnice (1) realitě příliš neodpovídá a je žádoucí uvažovat o složitějších modelech. Významného pokroku bylo v tomto směru dosaženo v posledních letech rozvojem statistické teorie ztrát [5], která nabízí dělení ztrát na hysterezní ( $h$ ), vířivými proudy ( $v$ ) a ztráty přídavné (*excess, anomalous*) ( $a$ ). Přídavné ztráty jsou vysvětlovány náhodnou distribucí magnetických objektů

s odlišným prahem buzení [6], ztráty hysterezní a vířivými proudy si ponechávají svůj původní obsah. Podle této teorie mohou být magnetické ztráty popsány rovnicí

$$P = P_h + P_v + P_a = k_h \cdot f \cdot B^n + k_v \cdot f^2 \cdot B^2 + k_a \cdot f^{1,5} \cdot B^{1,5}, \quad (2)$$

kde  $P$  značí celkové ztráty,  $P_h$ ,  $P_v$ , a  $P_a$  jsou jednotlivé složky ztrát ve smyslu výkladu,  $k_h$ ,  $k_v$ ,  $k_a$  koeficienty,  $f$  frekvence a  $B$  magnetická indukce. Ztráty se měří ve wattech, v praxi častěji ve  $W \cdot kg^{-1}$ , resp.  $W \cdot m^{-3}$ . Závislost anomálních ztrát na  $f^{1,5}$  vychází z modelu R. H. Prye a C. P. Beana [7] (jehož výklad se vymyká obsahu této práce, souvisí však s pohybem doménových stěn v materiálu).



Obr. 1 Typická hysterezní smyčka kvalitního transformátorového plechu při  $f = 50$  Hz. Na vodorovné ose budící pole  $B$  ( $kA \cdot m^{-1}$ ), na svislé ose magnetická indukce  $H$  (T).

Fig. 1 Typical hysteresis loop of GO transformer sheet. Frequency of measurement 50 Hz, x-axis magnetic field  $H$  ( $kA \cdot m^{-1}$ ), y-axis magnetic induction  $B$  (T).

## Experiment

Údaje publikované v této práci byly získány nezávislým měřením na třech měřicích stanicích, které se lišily především použitým frekvenčním rozsahem a také maximální intenzitou magnetického pole použitelnou pro měření.

Ve všech případech se pracovalo se vzorky o rozměrech odpovídajících tzv. malému Epsteinovu přístroji [4]. Používalo se vzorků složených ze 16 pásek o rozměrech  $30 \times 310$  mm a tloušťce přibližně 0,35 mm, uspořádaných do čtverce v rámu opatřeném magnetizační a měřicí cívkou. Všechny pásky byly stříhány ve směru válcování (Gossova struktura). K tomu je třeba uvést, že všechna zde předkládaná data mají zákonitě statistický charakter, jak kvůli lokální závislosti materiálových parametrů na místě tabule, z něhož byl patřičný pásek oddělen, tak kvůli drobným odchylkám údajů z jednotlivých měřicích zařízení. K tomu je třeba připočítat neurčitost střední délky siločáry [4] (zde byla použita konvenční hodnota

820 mm, doporučovaná pro moderní materiály výrobcem měřicí aparatury. Rozdíl mezi geometrickou střední délkou závitů (s ohledem na překryv v rozích)  $4 \times 300 = 1\,200$  mm a magnetickou délkou střední siločáry je způsoben tím, že z geometrických důvodů musejí být cívky kratší než je strana čtverce. Je však třeba uvést, že v našem případě nešlo o stanovení absolutní hodnoty ztrát, ale o postižení jejich frekvenční závislosti.

Vlastnosti, jimiž se odlišují jednotlivá pracoviště:

- měřicí stanice *MAG* ve vývojové laboratoři ArcelorMittal.: frekvenční rozsah 2 – 700 Hz,  $H_{\max}$  30 000 A·m<sup>-1</sup>
- měřicí systém *REMACOMP C-200* (VŠB – TU Ostrava): frekvenční rozsah 2 – 200 Hz,  $H_{\max}$  15 000 A·m<sup>-1</sup>
- měřicí systém *REMAPGRAPH C-500* (VŠB-TU Ostrava): kvazistatické měření.

## Sledovaný materiál a výsledky měření

Monokrystaly železa vykazují minimální koercitivitu a maximální permeabilitu, jsou-li magnetovány podél jedné z os [001]. Tato skutečnost má zásadní dopad na vlastnosti nejen monokrystalů Fe, ale i na odvozené

materiály. V důsledku toho je dnes většina transformátorových jader postavena z Fe-Si slitin s orientovanými zrny, jejichž krystality mají snadnou osu [001] blízko směru válcování a (110) roviny téměř paralelní s povrchem. To je tzv. (110) [001] neboli Gossova textura. Textura GO (*grain oriented*) slitin spolu s velkými zrny a nízkou hladinou nečistot vede ke koercitivním polím 4-10 A·m<sup>-1</sup> a maximu relativní permeability až kolem  $5 \cdot 10^4$ .

K charakterizaci prostřednictvím magnetických ztrát byla připravena celá řada vzorků z oceli produkovaných firmou ArcelorMittal, jejichž základní vlastnosti změřené ve stejnosměrném režimu jsou shrnuty v tab. 1. Přestože jsou tyto vzorky v detailech navzájem odlišné, v měřených vlastnostech se tyto rozdíly nijak zvlášť neprojeví. Největší pozornost byla proto věnována vzorkům pocházejícím ze dvou svitků s pracovním označením 240/P a 283/P. Svitek 240 byl celý v „P“ jakosti, tj. *high permeability*, HiP, interní označení jakosti AM130-35S, polarizace  $J$  800 nad 1,88 T, ztráty  $p_{1,7}$  pod  $1,25 \text{ W} \cdot \text{kg}^{-1}$ , druhý svazek byl v jakosti AM130-30S, takže rozdíl mezi vzorky 240 a 283 je minimální. Se změnou EN 10107 v září 2014 došlo ke změně interních jakostí AM – u plechů s tloušťkou 0,35 mm je to AM125-35S:  $J$  800 > 1,85 T,  $p_{1,7} < 1,25 \text{ W} \cdot \text{kg}^{-1}$ ,  $p_{1,5}$  se negarantuje. V současné době je v této jakosti více než 50 % produkce.

Tab.1 Magnetické vlastnosti vybraných vzorků transformátorových plechů změřené ve stejnosměrném režimu ( $f = 0$ )

Tab. 1 Magnetic properties of representative samples of transformer lamination cores; stationary measurement ( $f = 0$ )

vzorek	1259	1243	1267	1645	1648	1675	7143	7146	240/P	283/P
$B_r$ (T)	1,58	1,48	1,59	1,63	1,41	1,66	1,48	1,28	1,63	1,59
$H_{cB}$ (A·m)	7,43	9,8	8,21	7,21	6,95	7,21	5,96	5,8	6,46	6,33
$J_{\max}$ (T)	1,92	1,92	1,93	1,94	1,92	2,07	1,92	1,92	1,94	1,9
$W$ (J·m <sup>-3</sup> )	131	151	143	133	143	146	135	136	117	115
$W$ (J·kg <sup>-1</sup> )	0,017	0,019	0,019	0,017	0,019	0,019	0,018	0,018	0,015	0,015
$d$ (mm)	0,265	0,258	0,257	0,291	0,292	0,28	0,341	0,339	0,34	0,348

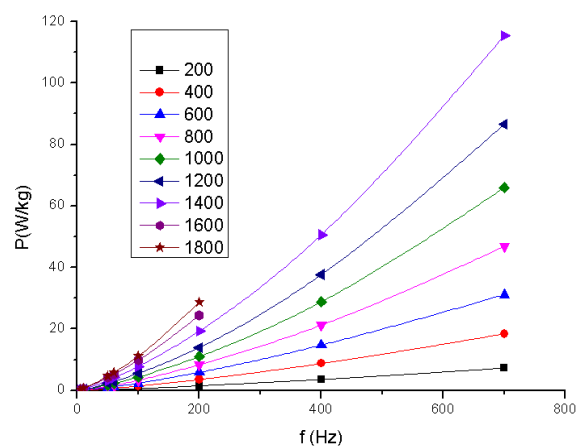
Výsledky měření celkových ztrát jako funkce frekvence budicího proudu  $f$  a polarizace  $J$  (připomeňme, že  $J = B - \mu_0 H$ , pro magneticky měkký materiál a nevelké intenzity pole  $J = B$ ) ukazuje obr. 2.

Hodnoty polarizace odpovídající jednotlivým křivkám jsou v obr. 2 uvedeny v rámečku. Presentovaný graf byl upraven kombinací dat měřených na vzorku 240/P a 283/P.

Pro další postup je výhodné transformovat rovnici (2) do tvaru

$$\begin{aligned}
 P/f &= P_h/f + P_v/f + P_a/f = \\
 &= k_h * B^n + k_e * f * B^2 + k_a * f^{0,5} * B^{1,5} = \\
 &= a + b * f^{0,5} + c * f,
 \end{aligned}
 \quad (3)$$

kteřý na levé straně ponechává celkovou měrnou hustotu (tj vztaženou na jeden oběh) magnetických ztrát  $P/f$  (J), resp. ( $J(f=0) \text{ kg}^{-1}$ ) nebo ( $J(f=0) \text{ m}^{-3}$ ), na pravé pak ztráty frekvenčně nezávislé (hysterézní), lineárně



Obr. 2 Celkové ztráty měřené jako funkce frekvence  $f$ (Hz) a magnetické polarizace  $J$ (mT). Hodnoty polarizace odpovídající jednotlivým křivkám jsou uvedeny v rámečku.

Fig. 2 Overall core loss as a function of frequency  $f$ (Hz) and magnetic polarization  $J$ (mT). Magnetic polarization values belonging to individual curves see inset.

závislé na  $f$  (vířivými proudy) a ztráty anomální s předpokladem závislosti na odmocnině z  $f$ .

Rovnice (2), resp. (3), nabízejí možnost konfrontace fenomenologického popisu rozdělení ztrát s numerickým modelem [8].

Ztráty hysterezní (odpovídají ploše kvazistatické hysterezní smyčky vyjádřené v jednotkách  $J$  a  $H$ ) lze stanovit kvazistatickým měřením hysterezní smyčky.

Pro ztráty vířivými proudy lze v literatuře nalézt několik různých výrazů. Ty se odlišují mírou aproximace reálné situace, kterou však nelze analyticky popsat [1, 2, 4].

Anomální ztráty se pak zpravidla určují z rovnice  $P_a = P - (P_v + P_h)$ .

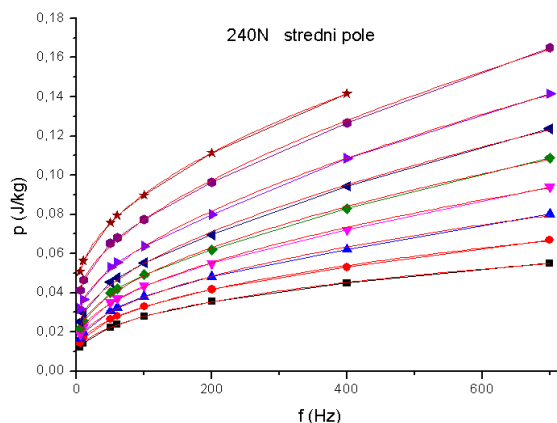
Fitování rovnice (3) umožňuje stanovit jednotlivé ztráty přímo prostřednictvím koeficientů  $a$ ,  $b$  a  $c$ , přičemž shoda vypočtených hysterezních ztrát s výsledkem stejnoměrného měření je až překvapivá a výpočet ztrát vířivými proudy z aproximativních odvození odpadá zcela.

Kvůli přehlednosti je na obr. 3 vykreslen fit pouze pro několik hodnot  $J$ . Koeficienty  $a$ ,  $b$  a  $c$ , prezentuje obr. 4 a tab. 2.

Tab. 2 Koeficienty  $a$ ,  $b$  a  $c$  z rovnice (3) jako funkce magnetické polarizace  $J$ (mT) vypočtené nelineárním fitováním.

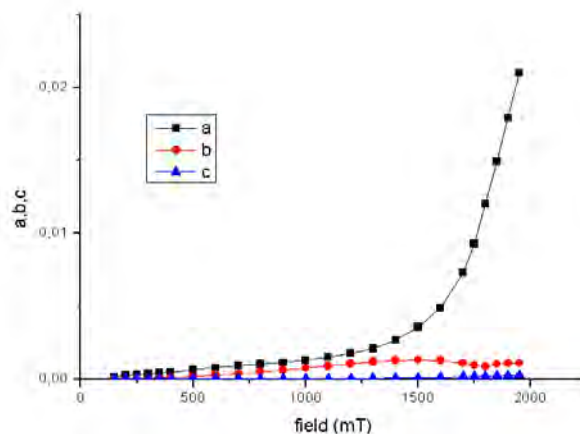
Tab.2 Coefficients  $a$ ,  $b$  a  $c$  from equation (3) calculated by nonlinear fitting procedure in dependence of magnetic polarization  $J$ (mT)

$J$ (mT)	$a$	$b$	$c$
200	2,61899E-4	6,06969E-6	3,81104E-6
300	3,77204E-4	5,37867E-5	5,29928E-6
400	5,05929E-4	1,1379E-4	7,31729E-6
500	6,54231E-4	1,8529E-4	9,84296E-6
600	7,93969E-4	2,71093E-4	1,28913E-5
700	9,30619E-4	3,71113E-4	1,66456E-5
800	0,00104	4,95824E-4	2,05787E-5
900	0,00115	6,32425E-4	2,53043E-5
1000	0,00131	7,73289E-4	3,11458E-5
1100	0,00151	9,20586E-4	3,83489E-5
1200	0,00177	0,00107	4,72237E-5
1300	0,00211	0,0012	5,88882E-5
1400	0,00268	0,00129	7,53727E-5
1500	0,00356	0,00132	9,77183E-5
1600	0,00489	0,00129	1,12875E-4
1700	0,00733	0,00111	1,67135E-4
1800	0,012	8,79938E-4	2,16494E-4
1900	0,01792	0,00111	2,47568E-4



Obr. 3 Měrné ztráty měřené a fit jejich závislosti na frekvenci. Jednotlivé křivky odpovídají postupně (od spoda) magnetické polarizaci 0,7; 0,8; 0,9; 1,0; 1,2; 1,3; 1,4 a 1,5 T.

Fig. 3 Core loss as measured and recalculated for one cycle (divided by  $f$ ). Individual curves respond to magnetic polarization 0,7; 0,8; 0,9; 1,0; 1,2; 1,3; 1,4 and 1,5 T.



Obr. 4 Koeficienty  $a$ ,  $b$  a  $c$  z rovnice (3) jako funkce magnetické polarizace  $J$ (mT) vypočtené nelineárním fitováním.

Fig.4 Coefficients  $a$ ,  $b$  a  $c$  from equation (3) calculated by nonlinear fitting procedure in dependence of magnetic polarization  $J$ (mT)

Koeficienty  $a$ ,  $b$ ,  $c$  je možné dále analyzovat. Tak např. ze vztahu  $a = k_a * B^n$  vyplývá hodnota často diskutovaného Steinmetzova exponentu  $n = 6,86$  se standardní chybou 0,34,  $k_a = 0,00214$  se standardní chybou 0,00046.

## Závěr

Výsledky měření magnetických ztrát v ocelích ArcelorMittal pro transformátorové plechy jsou srovnatelné s údaji v soudobé literatuře a jsou dokladem skutečnosti, že tato práce byla oprávněně věnována studiu velmi kvalitního materiálu. Měření magnetických ztrát prováděná při jiných než síťových frekvencích dosud nejsou zdaleka běžnou záležitostí a zde se

prakticky podařilo rozkrýt odezvu materiálu od nulové frekvence až do hodnot blížících se 1 kHz. Shoda experimentálních dat s výsledky fitu přitom potvrzuje, že použitý fenomenologický popis odpovídá realitě a chování materiálu, přinejmenším v použitém experimentálním zařízení.

#### Poděkování

*Tato práce byla podpořena Evropským fondem regionálního rozvoje (ERDF) v rámci projektu Centra Excellence IT4Inovations (CZ.1.05/1.1.00/02.0070).*

*This work was supported by the European Regional Development Fund in the IT4Inovations Centre of Excellence project (CZ.1.05/1.1.00/02.0070).*

#### Literatura

- [1] DUFEK, M., HRABÁK, J., TRNKA, Z. *Magnetická měření*. Praha: SNTL, 1964
- [2] CHIKAZUMI, S. *Physics of ferromagnetism*. Oxford University Press, 1977
- [3] Wikipedia (angl.), Charles Proteus Steinmetz
- [4] FIORILLO, F. *Measurement and characterization of magnetic materials*, Elsevier 2004
- [5] BERTOTTI, G. *Hysteresis in magnetism*. Academic Press, 1998
- [6] BERTOTTI, G. *J. Mag. Magn. Mater.*, 54-57 (1986) 1556
- [7] PRAY, R.H., BEAN, C.P. *Appl. Phys.*, 29 (1958) 532
- [8] YICHEN CHEN, PRAGASEN PILLAY: 37<sup>th</sup> Industry Application Society Meeting, 2 (2002) 759

---

## ArcelorMittal Ostrava získala ocenění Ministerstva průmyslu a obchodu za ekologizaci

Ostrava, 12. listopadu 2015 – ArcelorMittal Ostrava získala cenu Ministerstva průmyslu a obchodu za ekologickou investici do odprašení spékacích pásů na severní části aglomerace. Jako jediný podnik tak byla za svou ekologizaci vyznamenána přímo ministrem průmyslu a obchodu Janem Mládkem v třináctém ročníku celostátní soutěže Český energetický a ekologický projekt (ČEEP). Tu tradičně vypisuje Ministerstvo průmyslu a obchodu, Ministerstvo životního prostředí a Ministerstvo pro místní rozvoj. Odborná porota ocenila miliardovou investici do nejlepší dostupné odprašovací techniky na světě, tkaninového filtru, a také celkový přínos pro životní prostředí.

Speciální ocenění za ekologii z rukou ministra průmyslu a obchodu Jana Mládka převzali generální ředitel ArcelorMittal Ostrava Tapas Rajderkar a ředitel pro personalistiku a vnější vztahy Jan Rafaj. Pro tkaninový filtr na spékacích pásách v severní části aglomerace to ale není první ocenění. Nejmodernější technologie na odprašování v hodnotě jedné miliardy korun již dříve získala například cenu za ekologický přínos Český PATRON, kterou uděluje Hospodářská komora ČR, nebo také druhé místo za ekologický průmyslový projekt v letošní soutěži ČEEP.

*„Minimalizace vlivu naší výroby na životní prostředí je pro nás prioritou. Tkaninový filtr v severní části aglomerace, jako nejlepší odprašovací technologie na světě, přispěl k zásadnímu snížení emisí a odstartoval celou etapu dalších ekologických projektů. Jen v letošním roce jich stavíme 14 a po jejich spuštění se zařadíme mezi nejčistější hutě na světě,“ říká Tapas Rajderkar, generální ředitel ArcelorMittal Ostrava.*

Cílem soutěže Český energetický a ekologický projekt 2014 je prezentovat stavby, projekty a inovace, které významným způsobem snižují energetickou náročnost ČR, zvyšují energetickou účinnost energetických zdrojů a přispívají ke zlepšení životního prostředí v ČR. Letošní ročník patřil projektům realizovaným na území ČR od 1. 1. 2010 do 31. 12. 2014.

*ArcelorMittal Ostrava a.s. patří do největší světové ocelářské a těžařské skupiny ArcelorMittal. Ročně vyrábí 2 miliony tun oceli, která se uplatňuje zejména ve stavebnictví a strojírenství. Je jediným výrobcem silničních svodidel a elektrotechnické oceli v Česku. Kromě tuzemského trhu prodává své výrobky do více než 40 zemí světa. ArcelorMittal Ostrava a její dceřiné společnosti mají 7 500 zaměstnanců. Průměrná mzda v roce 2014 činila 35 124 Kč. Společnost vyrábí železo a ocel v souladu s veškerou ekologickou legislativou. S předstihem snížila vliv výroby na životní prostředí nad rámec požadavků EU a letos dokončí 13 dotovaných investic do nadstandardní ekologizace v hodnotě 3,1 miliardy korun. Jediným akcionářem je ArcelorMittal Holdings A.G.*

## Výzkum a vývoj přípravy a hodnocení anodické vrstvy na titanové slitině Ti6Al4V

### Research and Development of Preparation and Evaluation of Anodic Layer on Titanium Alloy Ti6Al4V

Ing. Roman Gabor, Ph.D.<sup>1</sup>; Ing. Irena Vlčková, Ph.D.<sup>2</sup>; Ing. Karel Malaník, CSc.<sup>2</sup>; Ing. Vít Michenka<sup>1</sup>; Ing. Jaroslav Marvan<sup>3</sup>; Bc. Martina Doubková<sup>4</sup>; RNDr. Martin Pařízek, Ph.D.<sup>4</sup>; doc. MUDr. Lucie Bačáková, CSc.<sup>4</sup>

<sup>1</sup> VÚHŽ a.s., 739 51 Dobrá, Česká republika

<sup>2</sup> MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Regionální materiálově technologické centrum, Pohraniční 693/31, 706 02 Ostrava-Vítkovice, Česká republika

<sup>3</sup> MEDIN, a.s. Vlachovická 619, 592 31 Nové Město na Moravě, Česká republika

<sup>4</sup> Fyziologický ústav Akademie věd České republiky, Vídeňská 1083, 142 20 Praha 4 - Krč, Česká republika

*Modifikace fyzikálně chemických vlastností povrchu dentálních, ortopedických a traumatologických implantátů je dlouhodobým předmětem výzkumu s potřebným aplikačním významem. Titan a titanové slitiny zejména především slitina Ti6Al4V patří i přes své nevyhovující tribologické vlastnosti v klinické praxi k nejčastěji využívaným biomateriálům. Aplikace elektrochemické anodizace v galvanostatickém módu umožňuje připravit v alkalickém elektrolytu oxidickou vrstvu o tloušťce 0,5 až 5 μm. K dosažení oxidické vrstvy s požadovaným chemickým složením, mechanickými vlastnostmi a biokompatibilitou během procesu anodické oxidace je vedle složení elektrolytu a elektrochemických procesních podmínek důležitá také povrchová předúprava. Připravené povrchy byly hodnoceny pomocí skenovacího elektronového mikroskopu s připojeným mikroanalytickým systémem, profilometrem, kohezivním testem (Mercedes test), nanoindentačním testem a rovněž v kulturách lidských kostních buněk linie Saos-2 a lidských mesenchymálních kmenových buněk kostní dřevě. Bylo zjištěno, že nově vyvíjené povrchové modifikace slitiny Ti6Al4V podpořily adhezi a růst uvedených buněčných typů zhruba v obdobném rozsahu jako standardní kultivační materiály, tj. polystyrénové misky či mikroskopická krycí skla. Osteogenní diferenciací buněk, měřená produkcí kolagenu I a osteokalcinu, byla však vyšší na anodizovaných vzorcích slitiny Ti6Al4V.*

**Klíčová slova:** mechanická předúprava; anodická oxidace; elektrochemický proces; elektrolyt; povrchová modifikace; Ti6Al4V slitina; oxidická vrstva

*Modification of the physico-chemical surface properties of the dental, orthopaedic and trauma implants is a long-term subject of research with the necessary application importance. Titanium and titanium alloys, especially Ti6Al4V alloy, belong despite their unsatisfactory tribological properties in clinical practice to the most frequently used biomaterials. Application of electrochemical anodizing in galvanostatic mode makes it possible to prepare oxide layer of thickness from 0.5 to 5 μm in alkaline electrolyte. Surface preliminary treatment is also important, in addition to the electrolyte composition and electrochemical process conditions, for achievement of the oxide layer with the desired chemical composition, mechanical properties and biocompatibility during the anodic oxidation process. Prepared surfaces were evaluated by using a scanning electron microscope with attached microanalytical system, profilometer, cohesive-adhesive test (Mercedes test), nano-indentation test and also in cultures of human bone cells line Saos-2 and human mesenchymic stem-cells of bone marrow. It was found that the newly developed surface modifications of Ti6Al4V alloy support the adhesion, growth and osteogenic differentiation (measured by production of collagen I and osteocalcin) of the mentioned cellular types minimally in a similar extent as the standard culture materials, i.e. polystyrene dishes or microscope cover glasses.*

**Key words:** mechanical pre-treatment; anodic oxidation; electrochemical process; electrolyte; surface modification; Ti6Al4V alloy; oxide layer

Titan a titanové slitiny v současné době patří k nejrozšířenějším titanovým slitinám ve zdravotnických aplikacích. Slitina Ti-6Al-4V, a to i přes přítomnost potencionálně cytotoxických legujících prvků hliníku a vanadu, jejichž ionty mohou být uvolněny při případných tribokorozních situacích [1], [2]. Zvolením

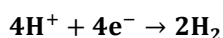
vhodné povrchové úpravy je možné dosáhnout funkčního povrchu, který umožňuje specifickou biologickou interakci mezi implantátem a okolím. Pro tyto účely, v závislosti na konečné aplikaci implantátů, je v praxi využívána řada mechanických (jemné obrábění, broušení, omílání, tryskání), chemických (moření, CVD,

anodické oxidace, sol-gel) a fyzikálních metod (PVD, termické nástříky, iontová implantace) [3].

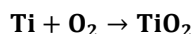
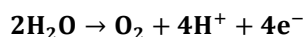
Vhodnou kombinací uvedených technik je možné dosáhnout požadovaného modifikovaného povrchu implantátu pro traumatologické, ortopedické a dentální aplikace. Nejrozšířenější metodou modifikace povrchu titanu a titanových slitin je elektrochemická anodizace s potřebnou kombinací mechanických a chemických metod, umožňující potřebnou přípravu povrchu. Cílem mechanické modifikace je získání specifického topografického povrchu a drsnosti, odstranění povrchové kontaminace a zlepšení adheze povrchu [4]. K chemickým postupům přípravy umožňující odstranění kontaminantů a tenké přirozené oxidické vrstvy (< 10 nm) se využívá postupů odmaštění a moření [5].

Příprava funkční oxidické vrstvy s využitím techniky elektrochemické anodizace může probíhat v kyselém nebo alkalickém elektrolytu při galvanostatickém nebo potenciostatickém módu [6]. K dosažení požadovaných tribologických, chemických, strukturních, bioaktivních a biokompatibilních vlastností povrchu implantátu procesem elektrochemické anodizace je nutné optimalizovat parametry času, napětí, proudové hustoty, složení elektrolytu a teploty [8]. Hlavní reakce vedoucí k oxidaci titanu a jeho slitin (anody) jsou následující [3]:

Katodická redukce:



Anodická oxidace:



Obecně lze říci, že elektrochemická anodizace je efektivní, dobře popsaný proces s nízkými provozními náklady a s minimální produkcí odpadů. Ovšem důležitým kritériem pro dosažení požadovaných vlastností anodizované oxidické vrstvy a provozování této technologie je nastavení optimálních procesních podmínek pro konečné použití zdravotnického prostředku.

### Metody a materiály

Pro účely aplikace elektrochemické anodizace a získání modifikovaného povrchu byly použity vzorky titanové slitiny Ti6Al4V ve tvaru disků o průměru 15 mm a tloušťce 2,6 mm. Vliv aplikace elektrochemické anodizace na drsnost mechanicky předupravených povrchů byla hodnocena na třech vzorcích titanové slitiny (A, B, C). Fyzikální, chemické a buněčné testy byly provedeny pouze na vzorku A, který byl elektrochemicky modifikován ve dvou typech elektrolytu o rozdílné alkalitě. Vzorky po anodizaci jsou označeny Vz1 (vyšší alkalita elektrolytu), Vz2 (nižší alkalita elektrolytu).

### Předúprava povrchu

Povrchy vzorku A byly omlety na požadovanou drsnost  $Ra = 0,15 \mu\text{m}$ . Před aplikací technologie omílání byly tryskány gumovkou o zrnitosti 120. Omílání bylo provedeno v zařízení Turbofin po dobu 2 hod. za použití omílacích tělísek PI 4 x 10 ZS a compoundu KFF 100 - 1% roztok. Následně byly povrchy doleštěny po dobu 1 hod. s využitím tělísek RP 6 x 10 ZS a compoundu KFF 100 - 1% roztok v zařízení Turbofin.

Vzorek B byl omílán v odstředivém vibračním zařízení HV 20 od firmy OTEC s výkonem motoru 1,3 kW, na požadovanou drsnost povrchu  $Ra = 0,30 \mu\text{m}$ . Omílání probíhalo po dobu 1,5 hod. s využitím plastových brusných tělísek KF 10. Následně byl vzorek 1 hod. leštěn pomocí porcelánových tělísek ZSP 3/5. Drsnost povrchu vzorku C ( $Ra = 0,65 \mu\text{m}$ ) byla dosažena pomocí jemného soustružení.

### Proces anodizace

Po mechanické úpravě povrchu byly vzorky A, B, C odmaštěny pomocí n-hexanu a mořeny ve směsi kyselin  $\text{HNO}_3/\text{HF}$ . Modifikace povrchu elektrolytickým procesem byla provedena v silně alkalických elektrolytech (Vz1, Vz2) při proudové hustotě  $40 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-2}$  po dobu 25 min.

### Měření drsnosti povrchu

Měření drsnosti bylo provedeno u všech tří hodnocených vzorků (A, B, C) a anodizovaných vzorků pomocí přístroje Taylor Hobson Form Talysurf 50. Drsnosti povrchů byly hodnoceny pomocí parametrů průměrné aritmetické úchyly profilu  $Ra$  a největší výšky profilu  $Rz$ . Vliv elektrochemické anodizace na drsnost modifikovaného povrchu byl ve srovnání s mechanicky upravenými vzorky hodnocen pouze u vzorku Vz1 (vyšší alkalita elektrolytu).

### SEM/EDX

Pro stanovení detailního rozboru topografie povrchu a jeho chemického složení byl využit rastrovací elektronový mikroskop (REM) Quanta 450 FEG (FEI Company, USA) s autoemisním zdrojem, který umožňuje generovat a snímat dostupné informace z povrchů vodičových a nevodičových materiálů. Plná integrace REM s mikroanalytickým systémem TRIDENT-APEX 4 umožňuje celý systém provozovat v jednom uživatelském rozhraní. Integrovaný systém se skládá z energeticky disperzního analyzátoru (EDX), vlnově disperzní analyzátoru (WDX) a techniky difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD) a umožňuje na povrchu studovaného vzorku stanovit lokální chemickou analýzu. Tloušťky povlaků byly hodnoceny z metalografického řezu pomocí softwaru SCANDIUM.

### **Adheze - Mercedes test**

Adheze vrstev je hodnocena vnikací metodou. Vtisky byly vytvořeny Rockwellovým indentorem při zatížení 1 500 N. Vzniklé defekty a trhliny byly vyhodnoceny pomocí optického mikroskopu Olympus GX 51 při zvětšení 50× – 200× v závislosti na charakteru adheze. Defekty ve zkušebních vzorcích se po zatížení HRC mohou projevit výskytem trhlin (hodnocení K1 – K6) nebo odloupením povlaku (hodnocení A1 – A6) po obvodu zkoušených vtisků. Vyhodnocení vnikací zkoušky adheze bylo stanoveno dle obrazové stupnice z normy EN 1071, kdy vtisky po zkoušce HRC se přiřadí do jednotlivých kategorií a stupeň porušení je hodnocen adhezním číslem HF. Za vyhovující vzorek se považuje výsledek s adhezním číslem do HF A4, HF K4.

### **Nanoindentační test**

Stanovení tvrdosti v nanoindentačním režimu bylo provedeno v souladu s ISO 14577, s použitím tvrdoměru Fisherscope HM2000. Zkouška byla řízena v režimu kontrolovaném finální hloubkou vtisku, která odpovídala cca  $\frac{1}{3}$  tloušťky zkoušeného povlaku, tj. cca 0,8  $\mu\text{m}$ . V případě zde hodnocených vzorků bylo celkové použité zkušební zatížení cca 10 mN. Rychlost zatěžování byla cca  $0,5 \text{ mN}\cdot\text{s}^{-1}$ , s výdrží na zatížení 10 sekund a následným odtižením identickou rychlostí  $0,5 \text{ mN}\cdot\text{s}^{-1}$ . Pro každý hodnocený vzorek bylo provedeno celkově 10 indentací s maticovým rozpořádkem, přičemž uvedené výsledky a zátěžový diagram představují reprezentativní hodnoty.

### **Adheze a růst buněk**

Hodnocení adheze, proliferace a diferenciace buněk probíhalo na dvou typech vzorků (Vz1, Vz2), které byly povrchově modifikovány pomocí elektrochemického procesu ve dvou odlišných typech elektrolytu.

Kovové vzorky byly umyty v 96% etanolu a v deionizované vodě, sterilizovány v autoklávu a vloženy do standardních 24jamkových polystyrenových kultivačních destiček (TPP, Trasadingen, Switzerland; průměr jamky 15 mm). Část vzorků byla osazena kulturou lidských kostních buněk linie Saos-2 (ATCC-HTB-85, Chemos), část lidskými mezenchymálními kmenovými buňkami kostní dřevě (hMSC, 2. pasáž, ScienCell Research Laboratories, kat. č. 7500) o počáteční hustotě 20 000 buněk na jamku (přibližně 11 300 buněk na  $1 \text{ cm}^2$ ). Buňky Saos-2 byly kultivovány v médiu McCoy 5A (Sigma Aldrich Co., St Louis, MO, USA), doplněném 15% fetálního bovinního séra, a hMSC v Mesenchymal Stem Cell Medium (MSCM, ScienCell Research Laboratories, kat. č. 7501). Jako referenční materiály pro porovnání sledovaného chování buněk byly použity standardní kultivační polystyrenové jamky (PS) a mikroskopická krycí sklíčka (sklo).

Adheze a proliferace buněk byla hodnocena po jednodenní a šestidenní kultivaci v termostatu (37 °C, atmosféra: 95 % vzduch, 5 %  $\text{CO}_2$ ). Buňky byly fixovány etanolem, vizualizovány fluorescenčními barvivy Texas Red  $\text{C}_2$ -maleimid (20 ng·ml; barví proteiny buněčné membrány a cytoplasmu) a Hoechst # 33258 (5  $\mu\text{g}\cdot\text{ml}$ ; barví jádra buněk) a hodnoceny ve fluorescenčním mikroskopu Olympus IX 51 (vybaveném digitální kamerou DP 70, Olympus Corp., Tokio, Japonsko). Pro každý vzorek byly zhotoveny digitální fotografie 10 náhodně vybraných zorných polí rovnoměrně rozložených po vzorku, na nichž byla hodnocena populační hustota, morfologie a plocha rozprostření buněk.

Osteogenní diferenciace buněk byla sledována pomocí koncentrace kolagenu typu I a osteokalcinu, tj. časného a pozdního markeru osteogeneze v buňkách. Buňky na vzorcích po 6 dnech kultivace ve standardních kultivačních médiích uvedených výše byly dále kultivovány po dobu 9 dnů buď ve stejných médiích, anebo v těchto médiích s přidáním osteogenních faktorů, konkrétně kyseliny askorbové ( $50 \mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ ),  $\beta$ -glycerolfosfátu (10 mM), L-glutaminu (2 mM), dihydroxyvitaminu  $\text{D}_3$  ( $10^{-6} \text{ M}$ ) a dexamethasonu ( $10^{-8} \text{ M}$ ). Po devítidenní kultivaci byly buňky fixovány etanolem a imunofluorescenčně barveny primárními protilátkami proti kolagenu I (rabbit anti type I, Cosmo Bio Co., Ltd.) a proti osteokalcinu (rabbit anti-human osteocalcin (1-49) purified antiserum IgG, Bachem Group, Peninsula Laboratories Inc., CA, USA; kat. č. T-4743.0400). Jako sekundární protilátka byl použit F(ab') fragment goat anti-rabbit IgG (H+L) konjugovaný s Alexa Fluor 488® (Molecular Probes, Cat. No. A11070). Jádra buněk byla dobarvena barvivem Hoechst # 33258 ( $5 \mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ ) pro hodnocení počtu buněk. Vzorky byly opět nasnímány fluorescenčním mikroskopem Olympus (10 náhodných polí na vzorek, ve dvou zobrazovacích filtrech). Intenzita fluorescence kolagenu I a osteokalcinu byla vyhodnocena programem Fluorescent Image Analysis Software (ALICE, verze 1.0) a normalizována na počet jader na snímek zorného pole, přičemž byly odečteny intenzity fluorescence naměřené na kontrolních vzorcích (PS, sklo) bez přidání primárních protilátek.

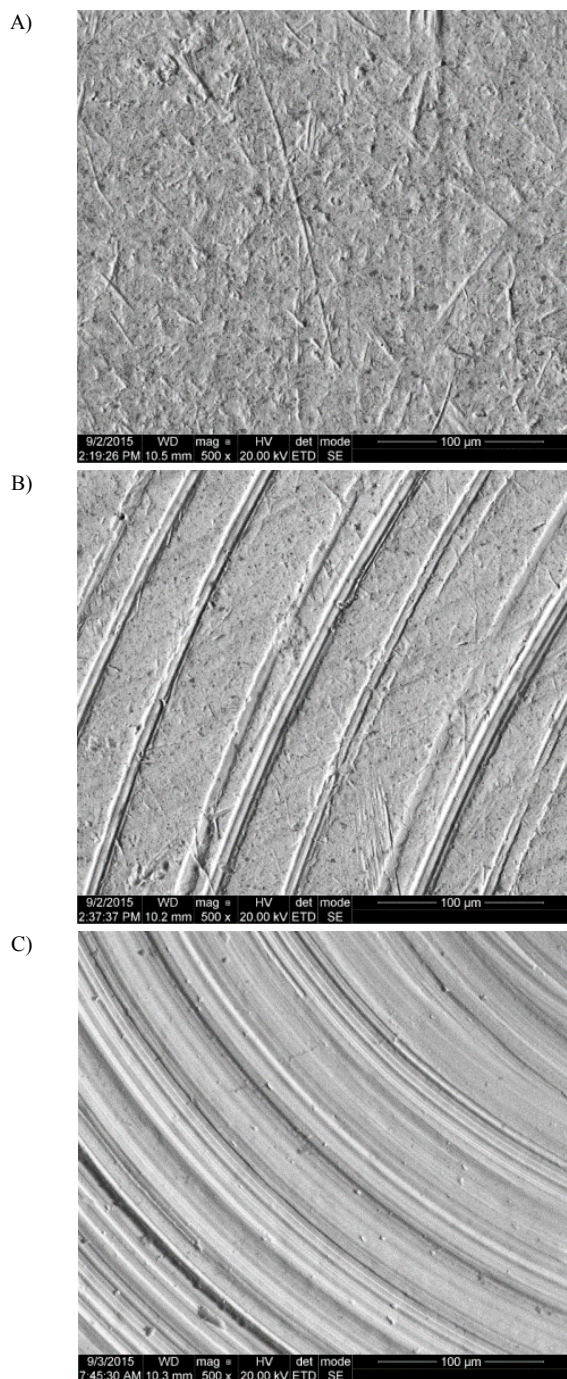
Statistická analýza kvantitativních dat byla provedena pomocí testu ANOVA, Student-Newman-Keulsovy metody. Hodnota  $p \leq 0,05$  byla považována za statisticky významnou. Data jsou prezentována jako aritmetický průměr  $\pm$  S.E.M. (Standard Error of Mean, střední chyba průměru).

### **Výsledky a diskuze**

Připravené povrchy vzorků slitiny Ti6Al4V s označení A, B, C byly hodnoceny z pohledu vývoje drsnosti ( $R_a$ ,  $R_z$ ) po elektrochemické anodizaci. U vzorků Vz1 a Vz2, jejichž povrchy byly předupraveny postupy vzorku A a následně anodicky oxidovány ve dvou různých typech elektrolytu, byly provedeny chemické, adhezni, nanoindentační a buněčné testy.

### Vliv drsnosti elektrochemické anodizace

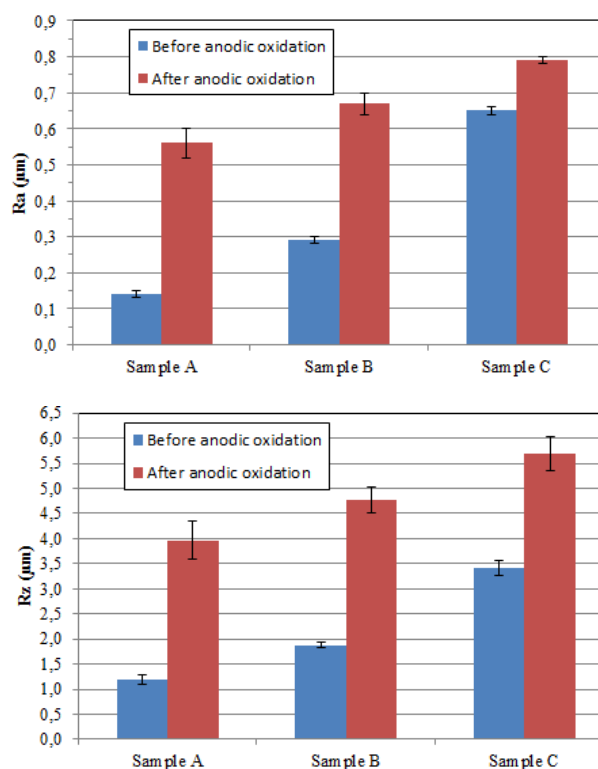
Povrchy vzorků po mechanické předúpravě jsou uvedeny na obr. 1. K odstranění stop po soustružnickém noži u vzorku C ( $Ra = 0,65 \pm 0,02 \mu\text{m}$ ,  $Rz = 3,42 \pm 0,15 \mu\text{m}$ ) bylo dosaženo s výše uvedenými procesními parametry a použitými médii pouze u vzorku A ( $Ra = 0,15 \pm 0,01 \mu\text{m}$ ,  $Rz = 1,19 \pm 0,10 \mu\text{m}$ ). Drsnost povrchu vzorku B byla stanovena pomocí parametrů  $Ra = 0,3 \pm 0,01 \mu\text{m}$  a  $Rz = 1,88 \pm 0,05 \mu\text{m}$ .



Obr. 1 Charakter povrchu dosažený mechanickou předúpravou, vzorky (A, B, C)

Fig. 1 Nature of surface achieved by the mechanical pretreatment, samples (A, B, C)

Ze stanovených závislostí parametrů drsnosti povrchu  $Ra$  a  $Rz$  na postupech mechanické předúpravy a elektrochemické anodizace (obr. 2) je patrné, že během procesu anodické oxidace dochází k nárůstu parametrů drsnosti povrchu. K nejvýznamnějšímu nárůstu parametrů drsnosti povrchu po aplikaci elektrochemického procesu došlo u vzorků A a B. Výsledná oxidická porézní vrstva dosahuje takových parametrů drsnosti, že vzhledem ke konečné zdravotnické aplikaci implantátu může významně ovlivnit tribologické vlastnosti povrchu materiálu. Z toho důvodu je nezbytné upravit drsnost anodizovaného povrchu podle požadované konečné aplikace.

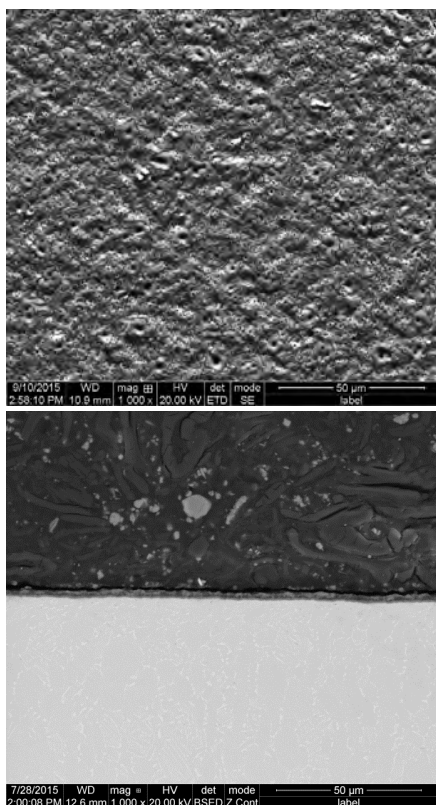


Obr. 2 Vliv elektrochemické anodizace na drsnost povrchu titanových slitin

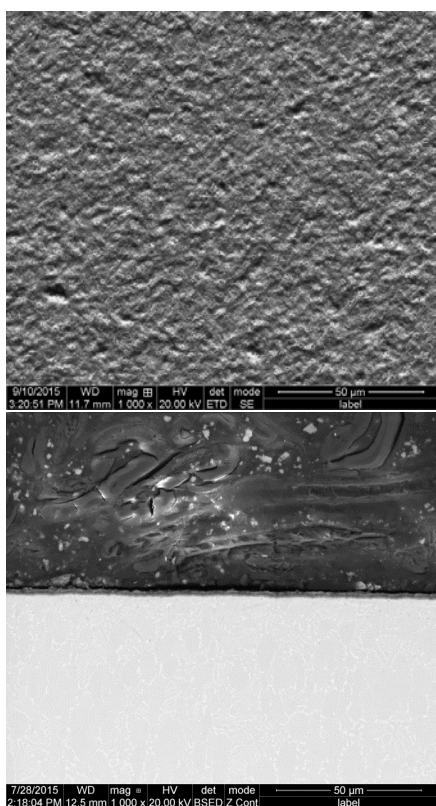
Fig. 2 Influence of electrochemical anodizing on the surface roughness of titanium alloys

### Charakter povrchu a tloušťka anodické vrstvy titanové slitiny Ti6Al4V

Topografie povrchů vzorků Vz1 a Vz2 připravených elektrochemickým procesem jsou uvedeny na obr. 3 a 4. Ze snímků pořízených s využitím SEM je patrné, že během procesu anodické oxidace (při uvedených podmínkách) dochází ke vzniku oxidické porézní vrstvy. Výsledná tloušťka oxidické vrstvy stanovená z metalografického řezu vzorku Vz1 a Vz2 byla  $2,42 \pm 0,13 \mu\text{m}$  a  $2,16 \pm 0,10 \mu\text{m}$ .

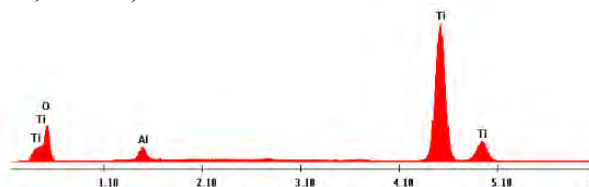


Obr. 3 Povrch a tloušťka anodické vrstvy vzorku Vz1  
Fig. 3 Surface and thickness of anodic layer - sample Vz1

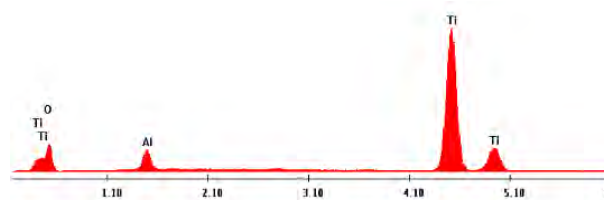


Obr. 4 Povrch a tloušťka anodické vrstvy vzorku Vz2  
Fig. 4 Surface and thickness of anodic layer - sample Vz2

oxidů prvků elektrochemicky anodizovaného substrátu. Kvantitativní analýza povrchu Vz1 ukazuje na přítomnost vyššího zastoupení oxidů v povrchové vrstvě (O 33,4 hm. %, Al 3,1 hm. %, Ti 62,6 hm. %, V 0,7 hm. %) ve srovnání s povrchem Vz2 (O 27,1 hm. %, Al 5,0 hm. %, Ti 65,9 hm. %, V 1,9 hm. %).



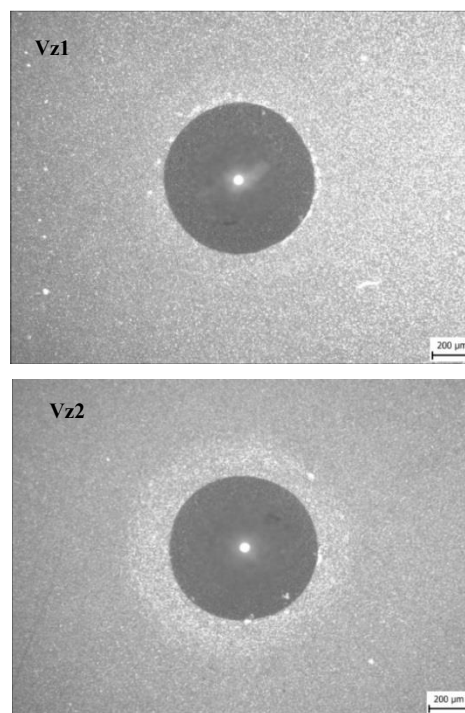
Obr. 5 Kvalitativní analýza anodizovaného povrchu vzorku Vz1  
Fig. 5 Qualitative analysis of anodized surface -sample Vz1



Obr. 6 Kvalitativní analýza anodizovaného povrchu vzorku Vz2  
Fig. 6 Qualitative analysis of anodized surface -sample Vz2

### Zkoušky adheze a nanoindentace

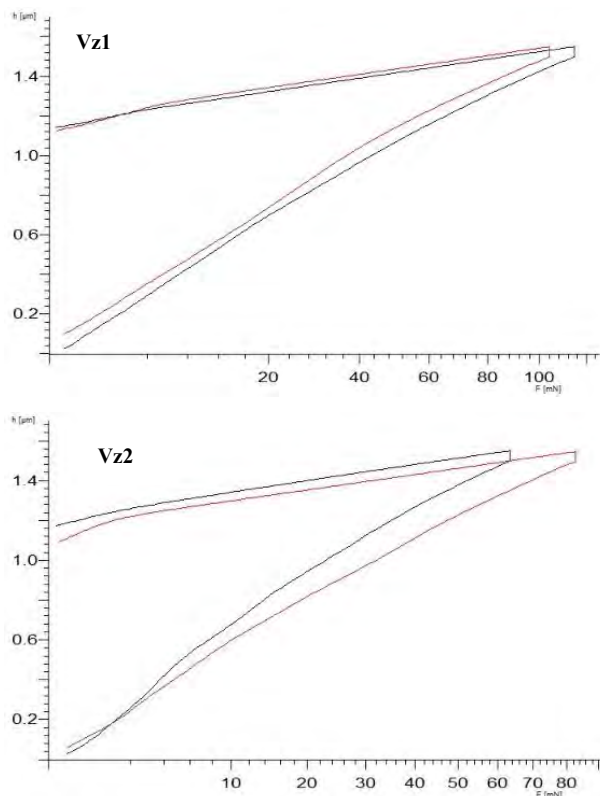
Z hodnocení porušení okolí vtisku vytvořeného Rockwellovým indentorem (obr. 7) lze zjistit, že obě připravené anodické tenké vrstvy vyhovují adhezním vlastnostem požadovaným u zdravotnických aplikací. V souladu s obrazovou stupnicí, která je uvedena v normě EN 1071, odpovídá anodický povlak Vz1 adheznímu číslu A1 a Vz2 adheznímu číslu A2.



Obr. 7 Charakter hodnocených vtisků vzorku Vz1 a Vz2  
Fig. 7 Character of evaluated indentations - samples Vz1 and Vz2

Provedená kvalitativní analýza pomocí SEM s připojeným EDX (obr. 5, 6) ukazuje na přítomnost

Z indentačních křivek na obr. 8, které byly získány metodou DSI (Depth Sensing Indentation) vyplývá, že elektrochemicky připravené oxidické vrstvy dosahují tvrdosti 193 HV (Vz1) a 154 HV (Vz2). Stanovené hodnoty pružnosti u těchto vrstev vzorku Vz1, resp. Vz2 byly 75 GPa, resp. 57 GPa. Ve srovnání tvrdosti (300 – 400 HV) a pružnosti (110 – 140 GPa) substrátu slitiny Ti6Al4V je povlak z pohledu dané aplikace zdravotnického prostředku plně vyhovující.

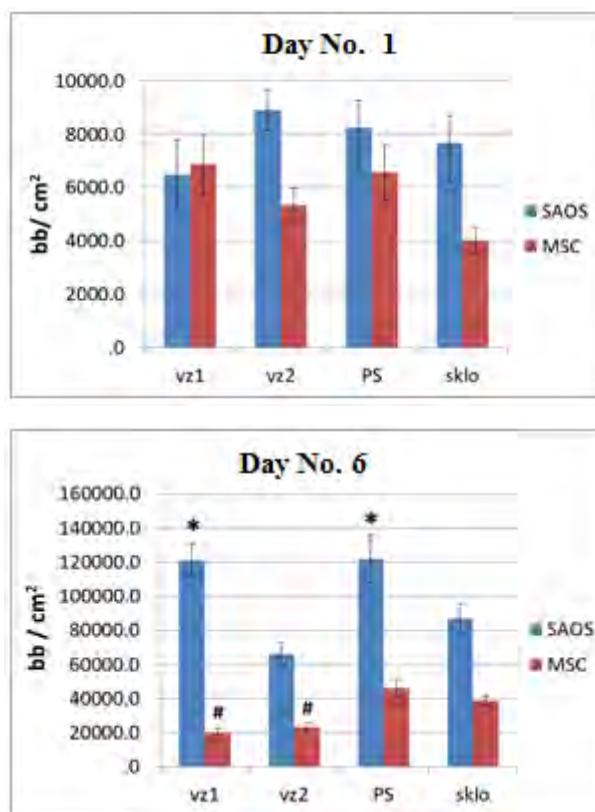


Obr. 8 Křivky zátěž-posunutí (load-displacement) anodických povlaků

Fig. 8 The load-displacement curves of anodic coatings

### Adheze, růst a osteogenní diferenciaci buněk

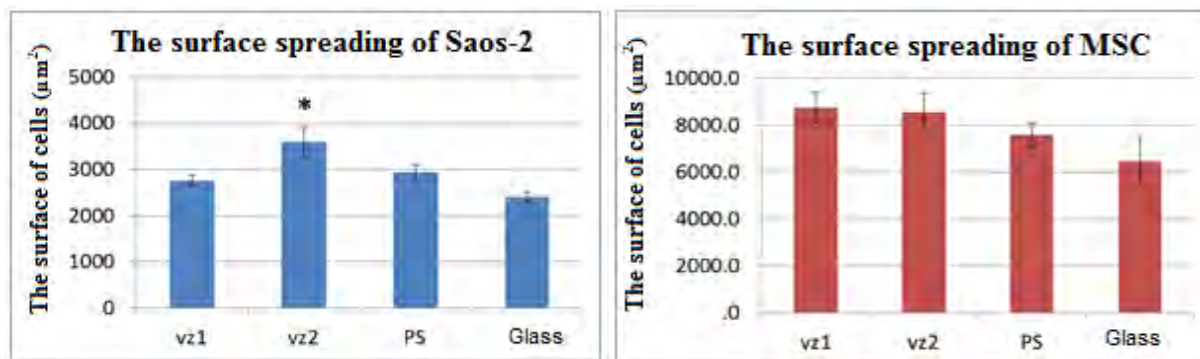
Počet iniciálně adherovaných buněk Saos-2 a hMSC za 1 den po nasazení se statisticky významně neliší na všech testovaných vzorcích, tj. na anodizovaných vzorcích Vz1 a Vz2, v kontrolních polystyrénových jamkách a na mikroskopických krycích sklech. Avšak po 6 dnech kultivace bylo nejvyšších počtů buněk Saos-2 dosaženo na vzorcích Vz1 (Ti6Al4V) a na polystyrenu. Tyto počty byly statisticky významně vyšší než na vzorcích Vz2 a na skle. Naproti tomu počty buněk hMSC byly po 6 dnech kultivace na vzorcích Ti6Al4V nižší než na kontrolních kultivačních materiálech polystyrenu a skle (obr. 9).



Obr. 9 Počty lidských kostních buněk linie Saos-2 (SAOS) a lidských mesenchymálních buněk kostní dřeni (MSC) v 1. a 6. dnu kultivace na anodizovaných vzorcích Ti6Al4V (Vz1, Vz2), polystyrenových kultivačních jamkách (PS) a na mikroskopických krycích sklech (sklo). Průměr ± S.E.M. z 10 mikrofotografií pro každou experimentální skupinu. Statistická významnost: \* ve srovnání se Vz2 a sklem, # ve srovnání s PS a sklem.

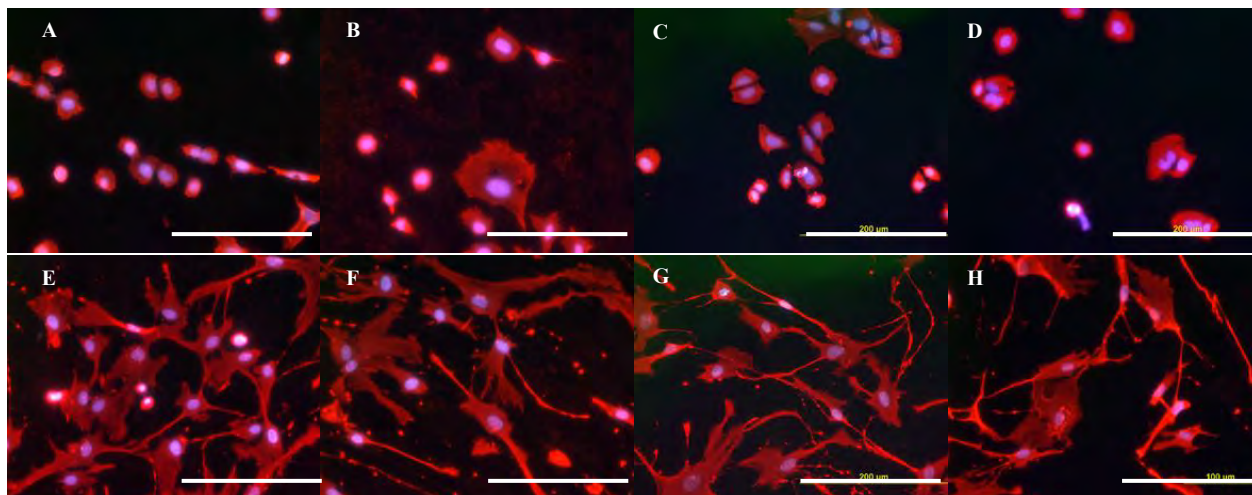
Fig. 9 The number of human bone cells of the line Saos-2 (SAOS) and human mesenchymal cells of bone marrow (MSC) on the first and sixth day of the culture on anodized Ti6Al4V samples (Vz1, Vz2), polystyrene culture wells (PS) and microscope cover glasses (glass). The average ± S.E.M. of 10 micrographs for each experimental group. Statistical significance: \* in comparison with the sample Vz2 and glass, # in comparison with PS and glass.

Plocha rozptřeni buněk, měřená 1. den po nasazení, měla však tendenci být větší u buněk na anodizovaných vzorcích Ti6Al4V než na referenčních vzorcích polystyrenu a skla. Tento rozdíl dosáhl statistické významnosti u buněk hMSC na vzorcích Vz2, kde byla plocha rozptřeni buněk statisticky významně největší ve srovnání s ostatními experimentálními skupinami (obr. 10). Buňky hMSC byly na všech vzorcích lépe rozptřeny než buňky Saos-2. Plocha rozptřeni buněk hMSC dosahovala zhruba dvakrát vyšších hodnot než plocha buněk Saos-2. Buňky hMSC byly polygonální a komunikovaly dlouhými výběžky, zatímco buňky Saos-2 byly spíše zakulacené (obr. 11).



Obr. 10 Plochy rozptření lidských kostních buněk linie Saos-2 a lidských mesenchymálních buněk kostní dřeně (MSC) za 1 den po nasazení na anodizované vzorky Ti6Al4V (Vz1, Vz2), do polystyrenových kultivačních jamek (PS) a na mikroskopická krycí skla (sklo). Průměr ± S.E.M. z 49 - 91 buněk pro každou experimentální skupinu. Statistická významnost: \* ve srovnání se všemi ostatními vzorky.

Fig. 10 The surface spreading of human bone cells of the line Saos-2 (SAOS) and human mesenchymic cells of bone marrow (MSC) after one day after setting on anodized Ti6Al4V samples (Vz1, Vz2), in polystyrene culture wells (PS) and on microscope cover glasses (glass). The average ± S.E.M. of 49 - 91 cells for each experimental group. Statistical significance: \* in comparison with all the other samples.

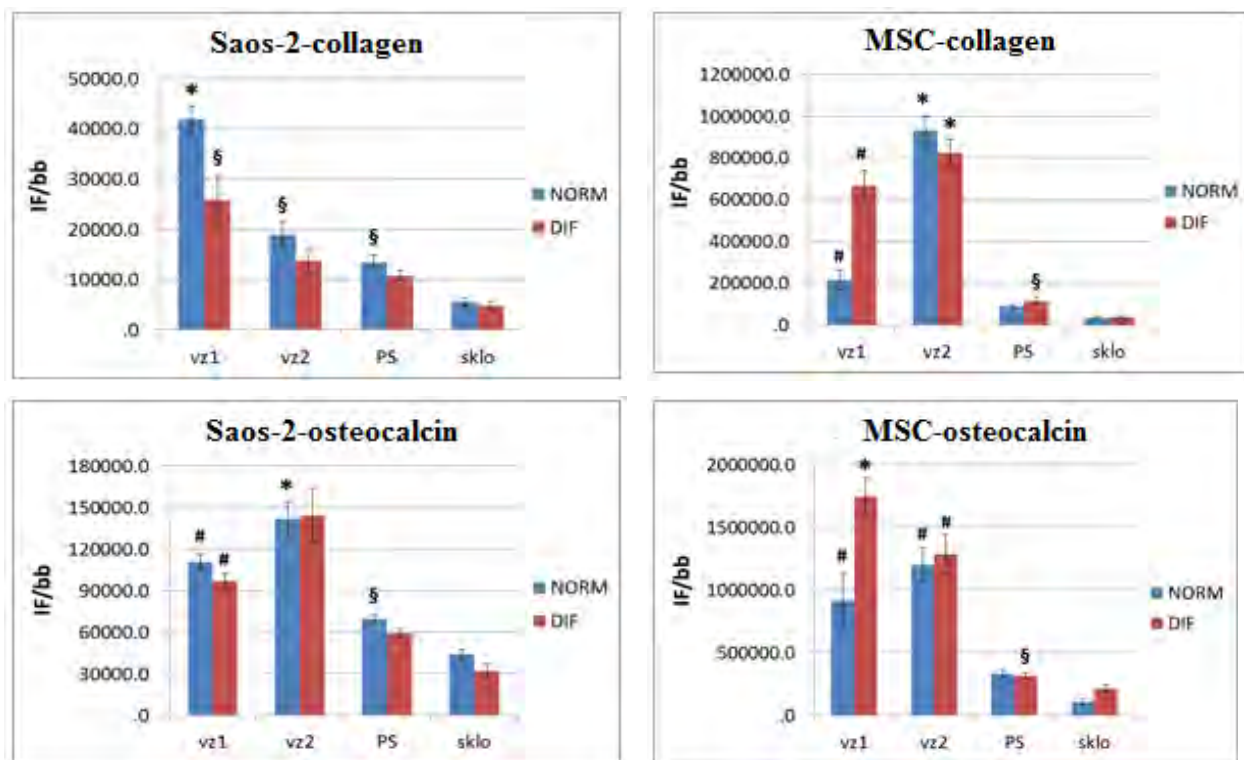


Obr. 11 Morfologie lidských kostních buněk linie Saos-2 (A - D) a lidských mesenchymálních buněk kostní dřeně (E - H) za 1 den po nasazení na anodizované vzorky Ti-6Al-4V Vz1 (A, E), Vz2 (B, F) do polystyrenových kultivačních jamek (C, G) a na mikroskopická krycí skla (D, H). Buňky barveny Texas Red C<sub>2</sub>-maleimid (červená fluorescence) a Hoechst # 33258 (modrá fluorescence). Mikroskop Olympus IX 51, digitální kamera DP 70, úsečka = 100 μm.

Fig. 11 The morphology of human bone cells of the line Saos-2 (A - D) and human mesenchymic cells of bone marrow (E - H) after one day after setting on anodized Ti6Al4V samples Vz1 (A, E), Vz2 (B, F) in polystyrene culture wells (C, G) and on microscope cover glasses (D, H). The cells were dyed by Texas Red C<sub>2</sub> maleimid (red fluorescence) and Hoechst # 33258 (blue fluorescence). Microscope Olympus IX 51, digital camera DP 70, line segment = 100 μm.

Anodizované vzorky Ti6Al4V však významně podpořily osteogenní diferenciaci buněk. Intenzita fluorescence kolagenu I a osteokalcinu byla na těchto vzorcích obvykle vyšší než na standardních kultivačních materiálech, konkrétně v polystyrenových kultivačních jamkách a na mikroskopických krycích sklech, a to jak ve standardním kultivačním médiu, tak i v médiu podporujícím osteogenní diferenciaci. Tyto rozdíly byly nápadnější u mesenchymálních kmenových buněk než u buněk linie Saos-2. Tento jev lze vysvětlit vyšší citli

vostí primokultivovaných či nízko pasážovaných buněk, mezi něž patří i hMSC, k vlastnostem kultivační podložky, než je tomu u buněk linií [8]. Pokud jde o rozdíly mezi vzorky Ti6Al4V, výsledky nebyly jednoznačné. U buněk Saos-2 podpořily vzorky č. 1 spíše časnou osteogenní diferenciaci, tj. produkci kolagenu I, a vzorky č. 2 pozdější osteogenní diferenciaci, tj. produkci osteokalcinu. U mesenchymálních kmenových buněk kostní dřeně však tomu bylo spíše naopak (obr. 12).



Obr. 12 Intenzita fluorescence kolagenu I a osteokalcinu v lidských kostních buňkách linie Saos-2 (SAOS) a lidských mesenchymálních buněk kostní dřeně (MSC) za 9 dnů kultivace na anodizovaných vzorcích Ti6Al4V (Vz1, Vz2), v polystyrenových kultivačních jamkách (PS) a na mikroskopických krycích sklech (sklo) ve standardním kultivačním médiu (NORM) či v médiu podporujícím osteogenní diferenciaci (DIF). Průměr ± S.E.M. z 10 mikrofotografií pro každou experimentální skupinu. Statistická významnost: \* ve srovnání se všemi ostatními vzorky, # ve srovnání s PS a sklem, § ve srovnání se sklem.

Fig. 12 The fluorescence intensity of collagen I and osteocalcin in human bone cells of the line Saos-2 (SAOS) and human mesenchymic cells of bone marrow (MSC) after 9 days of the cultivation on anodized Ti6Al4V samples (Vz1, Vz2), in polystyrene culture wells (PS) and on microscope cover glasses (glass) in a standard culture medium (NORM) or in the medium assisting the osteogenic differentiation (DIF). The average ± S.E.M. of 10 micrographs for each experimental group. Statistical significance: \* in comparison with all the other samples, # in comparison with PS and glass, § in comparison with PS and glass.

## Závěr

Dosažené výsledky hodnocení drsnosti povrchu titanové slitiny ukazují na nárůst parametrů drsnosti ( $R_a$ ,  $R_z$ ) po aplikaci procesu elektrochemické anodizace. Tato skutečnost může bez další aplikace metod povrchových úprav výrazně ovlivnit tribologické vlastnosti anodizovaných povrchů. Z pohledu stanoveného chemického složení, adheze povlaku a tvrdosti nevykazují hodnocené vzorky Vz1 a Vz2 významnějších rozdílů. Přesto výsledky ukazují na lepší vlastnosti anodické vrstvy u vzorku s vyšší alkalitou elektrolytu (Vz1). Toto hodnocení je ovšem nutné posuzovat z pohledu konečné aplikace zdravotnického prostředku. Z výsledků adheze a růstu buněk vyplývá, že lidské kostní buňky linie Saos-2 měly tendenci adherovat na anodizované vzorky slitiny Ti6Al4V větší plochou, což bylo patrné zejména u buněk Saos-2 na vzorcích Vz2. Další růst buněk byl podpořen na anodizovaných vzorcích v rozsahu zhruba srovnatelném se standardními kultivačními materiály, a sice polystyrenovými jamkami a mikroskopickými krycími skly. Anodizované vzorky Ti-6Al-4V však podpořily osteogenní diferenciaci buněk, měřenou intenzitou fluorescence kolagenu I a osteokalcinu, v míře

vyšší než oba zmiňované standardní kultivační materiály.

## Poděkování

*Tato práce vznikla při řešení projektu č. LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum - program udržitelnosti" financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.*

*Podporováno Technologickou agenturou České Republiky (grant č. TA04011214).*

## Literatura

- [1] OKAZAKI, Y., GOTOH, E. Comparison of metal release from various metallic biomaterials In Vitro. *Biomaterials*, 26 (2005), 11–21. ISSN 0142-9612
- [2] ZAFFE, D., BERTOLDI, C., CONSOLO, U. Accumulation of aluminium in lamellar bone after implantation of titanium plates. *Biomaterials*, 25 (2004), 3837–3844. ISSN 0142-9612
- [3] LIU, X., CHU, P. K., DING, CH. Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. *Materials Science and Engineering*, 47 (2004), 49–121. ISSN 0927-796X
- [4] LAUSMAA, J. in: BRUNETTE, D. M., TENGVALL, P., TEXTOR, M., THOMSEN, P. (Eds), *Titanium in Medicine*, Springer, Berlin, 2001, pp. 231–266. ISBN 978-3-642-56486

- [5] KASEMO, B., LAUSMAA, J. Aspect of surface physics on titanium implants. *Swedish dental journal*, 28 (1983), 19–36. ISSN 0347-9994
- [6] SERRUYS, Y., SAKOUT, T., GORSE, D. Anodic oxidation of titanium in 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, studied by Rutherford backscattering. *Surface science*, 282 (1993), 279–287. ISSN 0039-6028
- [7] WILHELMSSEN, W. Electron transfer reactions of vanadium (IV)(V) on passive titanium. *Electrochimica Acta*, 33 (1988), 1653–1660. ISSN 0013-4686
- [8] OH, H. J., LEE, J. H., JEONG, Y., KIM, Y. J., CHI, C. H. S. Microstructural characterization of biomedical titanium oxide film fabricated by electrochemical method. *Surface and Coatings Technology*, 198 (2005), 247–252. ISSN 0257-8972
- [9] SALDANA, L., BENSIAMAR, F., BORE, A., VILABOIA, N. In search of representative models of human bone-forming cells for cytocompatibility studies. *Acta Biomaterialia*, 7 (2011), 4210–4221. ISSN 1742-7061

## V ocelářském průmyslu to hřmí

*Westfalenpost*

18.08.2015

V ocelářském průmyslu to hřmí, i když pro nezasvěcené téměř neslyšně. Jde znovu o ohromné přebytečné výrobní kapacity v zahraničí, především v Číně, které tlačí na ceny. Vedle oceli od německých výrobců se na trh tlačí stále více importované oceli z Dálného východu. „Problém německých výrobců není v poptávce a odbytu, výrobní čísla v Německu jdou stále nahoru, ale ceny zůstávají dole. V Číně jsou přebytečné kapacity v objemu 300 milionů tun ročně. To je dvojnásobek toho, co se spotřebovává v Evropě,“ říká Hans Jürgen Kerkhoff, prezident Hospodářského sdružení Ocel (WV Stahl). V uplynulém roce Čína vyvezla 90 milionů tun. Z kruhů v odvětví se proslýchá, že v současnosti se prodává tuna za tepla válcované oceli v USA za 450 USD, před rokem to ale bylo o 200 USD víc. V Evropě se za tuto ocel platí jen 400 €. „Čína s naší pomocí postavila velmi moderní kapacity, stará zařízení ale nezavřela,“ vysvětluje Thomas Isajiw, mluvčí koncernu SMS, stavitele zařízení.

## HKM investuje 15 milionů do plynojemu

*Westdeutsch Allgemeine Duisburg*

20.08.2015

Vysoký zásobník bude sloužit jako regulátor v plynové síti hutního závodu. Předchůdce pochází z roku 1959 a musí být celkově renovován. Začátek stavby se plánuje na rok 2016, doba výstavby se plánuje na dva roky. Hüttenwerke Krupp-Mannesmann plánují postavit na jihu Duisburgu 68,5 m vysoký plynojem. Investováno má být 15 milionů € a nový plynojem má obsahovat až 70 000 krychlových metrů plynu (dosavadní pojme jen 50 000). Za hodinu se v obou vysokých pecích HKM vytvoří 750 000 m<sup>3</sup> vysokopecního plynu, na nedávno rozšířené koksovně 160 000 m<sup>3</sup> koksárenského plynu. Z toho je polovina využívána pro spodní topení v koksovně, pro ohřev větru pro vysoké pece, v aglomeračním zařízení a v ocelárně.

## Nové odprášení hasicí věže na koksovně ArcelorMittal Ostrava

*Moravskoslezský deník*

15.10.2015

Modernizace a ekologizace hasicí věže dvou koksárenských baterií hutě ArcelorMittal Ostrava (AMO) v hodnotě 34,5 mil. Kč sníží množství tuhých znečišťujících látek vypouštěných během hašení koksu hluboko pod limity EU. Ukončení garanční zkoušky potvrdily vysokou účinnost investiční akce: ročně se zachytí 10 t prachu, což je proti původnímu stavu o 2/3 více. Výstavba trvala 33 dní a proběhla za plného provozu koksovny. EU stanovila pro koksovny mezní hranici vypouštěného prachu na 25 g/t vyrobeného koksu. Za snížení množství pevných emisí pod 18 g/t poskytla na uvedený projekt 50% dotaci, protože naměřená hodnota emisí je s velkou rezervou pod touto hranicí.

Aby byly zajištěny potřebné tahové podmínky, byla hasicí věž zvýšena o 4 m a byla opatřena novou vodní nádrží z nerezového materiálu. Rovněž zcela nové je opláštění hasicí věže vyrobené z modřínového dřeva a sestavené do kazetového uspořádání. To zajistí snadný přístup do všech částí věže pro čištění, údržbu a případné opravy. Dodavatelem nového zařízení byla specializovaná společnost Hutní projekt Frýdek-Místek.

Napříč řadou provozů AMO se staví zařízení k omezování emisí celkem za 3 mld. Kč, která dohromady zachytí prach v množství přes 510 t/r. Po dokončení těchto staveb se AMO zařadí mezi nejčistší hutě na světě.

(bl)

## Pozorování magnetických domén s využitím magnetooptické Kerrovy mikroskopie

### Observation of Magnetic Domains Using the Magneto-optical Kerr Microscopy

Ing. Kamila Hrabovská, Ph.D.<sup>1</sup>; doc. Ing. Ondřej Životský, Ph.D.<sup>2</sup>; RNDr. Ing. Aleš Hendrych, Ph.D.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> VŠB – Technická univerzita Ostrava, Hornicko-geologická fakulta, Institut fyziky, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

<sup>2</sup> VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

*Príspevek je venovaný magnetooptickému Kerrovu mikroskopu, ktorý umožňuje zobrazit stavy magnetizace a magnetických domén na površích nebo v tenkých vrstvách fero(ferri)magnetických materiálů. Po detailním popisu optické a magnetické části aparatury, obsahujícím informace o používaných objektivěch, magnetech či softwaru, je ukázán postup pozorování magnetických domén u magneticky měkkého amorfního CoFeCrSiB pásku připraveného metodou rovinného lité. Experimentální část příspěvku zahrnuje výsledky získané na slitinách FeAl, NdFeB permanentních magnetech a dvouvrstevných páscích FeNbSiB/FeSiB. Tyto slitiny jsou v současné době široce využívány v různých aplikacích. V případě Fe<sub>82</sub>Al<sub>18</sub> a Fe<sub>67</sub>Al<sub>33</sub> slitin bylo ukázáno, že i malá změna v obsahu Fe může výrazně změnit magnetické chování zkoumaného materiálu. U NdFeB magnetů je pozorována doménová struktura s kolmou magnetickou anizotropií, která vznikla během přípravy magnetu díky působení silného magnetického pole kolmo k povrchu. Možnost kontroly magnetické anizotropie při působícím tahovém napětí a také možnost pozorování domén na příčném řezu jsou prezentovány u dvouvrstevných amorfních FeNbSiB/FeSiB pásků.*

**Klíčová slova:** magnetooptická Kerrova mikroskopie; magnetické domény; magnetická anizotropie; slitiny FeAl; NdFeB permanentní magnety; dvouvrstevné pásky FeNbSiB/FeSiB

*The paper is devoted to the magneto-optical Kerr microscope that is often used for visualization of the magnetization states and magnetic domains on the surfaces or in the thin films of ferro(ferri)magnetic materials. This method is characterized by the high sensitivity and fast response of the measurements and the measured data are often easy to be interpreted. After the detailed description of the optical and magnetic part of measuring setup containing information about the used lenses, magnets or software, the process of domain observation is shown using the case of magnetically soft amorphous CoFeCrSiB ribbon prepared by the planar flow casting procedure. Experimental part of the paper includes the results obtained for the FeAl alloys, NdFeB permanent magnets, and bi-layered FeNbSiB/FeSiB ribbons. Mentioned alloys were recently used in many applications. In the case of Fe<sub>82</sub>Al<sub>18</sub> and Fe<sub>67</sub>Al<sub>33</sub> alloys it was shown that even small change in the iron composition significantly influences magnetic behaviour of the investigated material. Fe<sub>82</sub>Al<sub>18</sub> alloy is fully ferromagnetic, while Fe<sub>67</sub>Al<sub>33</sub> shows paramagnetic behaviour in the bulk form with the thin ferromagnetic film on the surface detected by the surface-sensitive methods (magneto-optical methods, magnetic force microscopy). Finger-print-like domain patterns observed on the surface of the NdFeB magnet indicate the presence of the perpendicular magnetic anisotropy. Its origin is connected with the preparation process, when the strong magnetic field with the amplitude of 1600 kA/m was applied perpendicularly to the magnet surface. Possibility to control the magnetic anisotropy in dependence on the applied tensile stress and also possibility to find domain structure at the cross-section is presented in the case of bi-layered amorphous FeNbSiB/FeSiB ribbons. Domain patterns of sample in the as-quenched state were influenced by the stresses coming from preparation process. Big magnetic Domains with the Bloch wall along the ribbon axis are depicted after application of tensile stress in the ribbon axis.*

**Keywords:** magneto-optical Kerr microscopy; magnetic domains; magnetic anisotropy; FeAl alloys; NdFeB permanent magnets; iron-based bi-layered ribbons

Magnetické vlastnosti materiálu se odvíjejí od jeho magnetického stavu, který má atomový původ a je především určen elektrony atomů. Každý atom je charakterizován magnetickým momentem, který je vyvolán

těmito jevy: orbitální pohyb elektronů po dráze kolem jádra atomu, spin elektronů.

Výsledný magnetický moment atomu nebo molekuly je dán vektorovým součtem orbitálních a spinových mag-

netických momentů všech elektronů. Mimo to také větší magnetické pole ovlivňuje pohyb elektronů kolem jádra.

## 1. Charakteristika magnetických vlastností

Magnetické vlastnosti látek jsou charakterizovány vektorem magnetizace  $\vec{M}$  a magnetickou susceptibilitou. Vektor magnetizace je definován jako celkový magnetický moment  $\vec{m}$  objemové jednotky látky:

$$\vec{M} = \frac{\sum_{i=1}^n \vec{m}_i}{V}, \quad (1)$$

kde  $V$  je objem sledované látky.

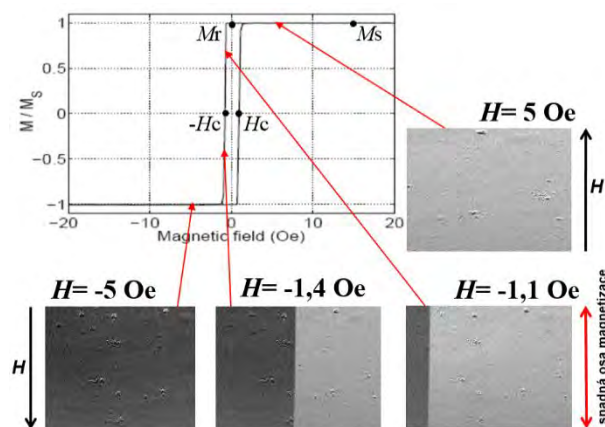
Magnetická susceptibilita je určena:

$$\vec{M} = \chi \vec{H}, \quad (2)$$

kde  $\vec{H}$  je vektor intenzity vnějšího magnetického pole. Magnetická susceptibilita je materiálovou konstantou, která závisí nejen na vlastnostech daného materiálu, ale také na přiloženém vnějším magnetickém poli a u feromagnetických látek na jejich magnetické historii.

Na základě hodnoty magnetické susceptibility  $\chi$  dělíme magnetické materiály do tří skupin:

- diamagnetické ( $-1 < \chi < 0$ ),
- paramagnetické ( $0 < \chi \ll 1$ ),
- feromagnetické ( $\chi \gg 1$ ).



Obr. 1 Hysterezní smyčka a pohyb doménové stěny u magnetické vrstvy FeCoTaN o tloušťce 304 nm připravené magnetronovým napařováním na Si substrát [3].

Fig. 1 Hysteresis loop and movement of the domain wall on the FeCoTaN magnetic film with the thickness of 304 nm prepared by the magnetron sputtering on the Si substrate.

Tento článek se zabývá feromagnetickými materiály, mezi které patří především sloučeniny železa, kobaltu a niklu. Slitiny těchto materiálů (např. Heuslerovy slitiny, Permalloy – FeNi nebo superslitiny niklu) jsou velmi často využívány v technické praxi a informačních technologiích (paměťová média, záznamové jednotky) [1,2].

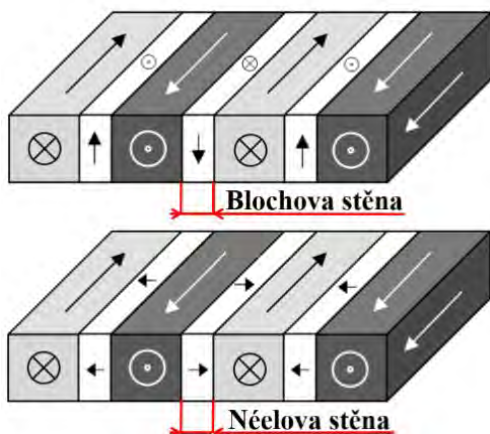
Jejich typickou vlastností je, že vykazují nenulovou magnetizaci i při absenci vnějšího magnetického pole. To znamená, že vykazují spontánní uspořádání magnetických momentů v krystalové mřížce a částice jejich struktury nesou nenulový magnetický moment. Závislost magnetizace  $M$  feromagnetického materiálu na intenzitě přiloženého vnějšího magnetického pole  $H$  je charakterizována hysterezní (magnetizační) křivkou (obr. 1). Významnými body na této křivce jsou: magnetizace v nasycení  $M_s$ , zbytková (remanentní) magnetizace  $M_r$ , a koercitivní pole  $H_c$ . Nasycený stav materiálu je takový stav, kdy všechny magnetické momenty jsou natočeny do směru vnějšího magnetického pole. Koercitivní pole odpovídá magnetickému poli, které je nutné přiložit, aby zbytková magnetizace klesla do nuly.

Podle velikosti koercitivního pole rozeznáváme magneticky tvrdá feromagnetika (vykazují vysokou hodnotu zbytkového magnetismu, tedy vysoké  $H_c$ ) a měkká feromagnetika (po odstranění vnějšího magnetického pole snadno ztrácejí magnetické vlastnosti, malé  $H_c$ ). Obě zmíněné skupiny materiálů našly široké využití v technické praxi. Měkká feromagnetika jsou využívána například pro obvody se střídavým proudem nebo jádra cívek v transformátorech elektrického napětí. Tvrdá feromagnetika jsou vhodná např. jako záznamová média a k výrobě permanentních magnetů, neboť k jejich od-magnetování je nutné silně opačně orientované vnější magnetické pole.

Feromagnetické látky jsou složeny z mikroskopicky zmagnetovaných oblastí označovaných jako magnetické domény. Uvnitř každé domény jsou magnetické momenty jednotlivých atomů souhlasně uspořádány. Po zmagnetování vzorku vnějším magnetickým polem a jeho následném poklesu na nulovou hodnotu dochází k nahodilé orientaci magnetických domén. Jak bylo již výše vysvětleno, výsledná magnetizace je nenulová a klesá na nulu až při přiložení magnetického pole odpovídajícího velikosti  $H_c$ . Při působení silnějšího magnetického pole dochází nejprve k nárůstu objemu domén a pohybu doménových stěn a poté k jejich rotaci do směru pole. Při souhlasném uspořádání všech magnetických momentů doménová struktura vymizí – látka je tvořena jednou doménou a je magneticky nasycena. Jako příklad je na obr. 1 ukázán kompletní proces reverzace magnetizace spolu s pohybem doménové stěny v případě FeCoTaN vrstvy [3]. Proces magnetování souvisí také s efektem magnetické anizotropie, neboť magnetování látky může být v určitém směru snazší než v jiných směrech. V situaci na obr. 1 je reverzace rychlá (hranatý tvar hysterezní smyčky), protože osy magnetické pole je přiloženo podél tzv. snadné osy magnetizace. Ta byla vytvořena tak, že během přípravy vzorku – magnetronového napařování vrstvy na Si substrát – bylo právě v tomto směru aplikováno vnější magnetické pole.

Změna směru magnetizace při přechodu z jedné domény do druhé nenastává skokově, ale je spojitě rozdělena na větší počet atomových rovin. Mezi sousedními spontánně zmagnetovanými oblastmi tím vzniká doménová

stěna, v níž se vektor magnetizace stáčí z jednoho snadného směru magnetizace, který zaujímal v jedné doméně, a přechází do dalšího snadného směru, v němž leží magnetizace druhé domény [4]. Rovina doménové stěny velmi často koresponduje se směrem snadné osy magnetizace zkoumaného vzorku (obr. 1). Doménové stěny lze rozlišit dle úhlu mezi dvěma sousedními doménami [5]:



Obr. 2 Schéma rotace vektoru magnetizace v Blochově a Néelově doménové stěně [6].

Fig. 2 Rotation of the magnetization vector in the Bloch and Néel domain wall.

Úhel  $180^\circ$  – doménová stěna představuje hranici mezi dvěma doménami s opačnou magnetizací. Tyto stěny mohou být dále rozděleny na Blochovy a Néelovy (obr. 2).

Úhel  $90^\circ$  – doménová stěna odděluje domény se vzájemně kolmou orientací magnetizace.

U domén, které spolu svírají úhel  $180^\circ$ , zaujímá Blochova stěna několik desítek až stovek atomových vzdáleností v krystalové mřížce. Vzhledem k tomu, že tato stěna odděluje dvě oblasti s různě orientovanou magnetizací (rotace magnetizace probíhá v rovině rovnoběžné s touto doménovou stěnou), je nositelkou energie potřebné k této změně orientace. Další typ stěny, který se vyskytuje ve feromagnetických tenkých vrstvách, je Néelova stěna. Tuto stěnu tvoří vektor magnetizace rotující v rovině rovnoběžné s magnetickou vrstvou (obr. 2). Obecně platí, že v tenkých vrstvách se obvykle vyskytují Néelovy stěny, neboť rotace magnetizace mimo rovinu vrstvy by způsobila značný nárůst magnetostatické dipolární energie. Naopak objemové vzorky obsahují převážně Blochovy stěny.

Každá doména je spontánně zmagnetovaná, přičemž velikost magnetizace závisí také na teplotě feromagnetické látky. Pro jakoukoliv feromagnetickou látku existuje určitá Curieova teplota, při jejímž překročení látka ztrácí feromagnetické vlastnosti a stává se látkou paramagnetickou. Při této teplotě se porušuje uspořádání atomů v krystalické mřížce a spontánní uspořádání magnetických momentů v důsledku tepelného pohybu atomů a molekul. Curieova teplota hlavních feromagne-

tických prvků je: Fe –  $768^\circ\text{C}$ , Co –  $1130^\circ\text{C}$  a Ni –  $358^\circ\text{C}$ .

V současné době existuje několik experimentálních metod sloužících k vizualizaci doménové struktury magnetických materiálů (např. Bitterova technika, magnetooptické metody nebo MFM – mikroskopie magnetických sil) [7 – 9]. Tato studie se zabývá popisem magnetooptické Kerrové mikroskopie (MOKM), tj. metody, která umožňuje zviditelnit magnetické domény o velikosti od stovek nanometrů až po mikrometry na povrchu magnetického materiálu.

## 2. Popis experimentální metody

Magnetooptická Kerrova mikroskopie je nedestruktivní metoda sloužící k zobrazení magnetických domén a stavů magnetizace na povrchu fero a feromagnetických materiálů (jedná se zejména o magnetické vrstvy a multivrstvy, amorfni a nanokrystalické pásy, mikro a nanodráty, objemové materiály). Základním prvkem sestavy je speciálně upravený světelný mikroskop Zeiss Axio Imager D1m doplněný optickými polarizačními komponenty a párem elektromagnetů. Domény jsou pozorovány při pokojové teplotě ve statických magnetických polích. Vylepšené experimentální sestavy jsou schopny také kvantitativně analyzovat vektor magnetizace na povrchu zkoumaného materiálu [6] a studovat dynamické procesy reverzace magnetizace (time-resolved magneto-optical microscopy) a to vše i při nízkých teplotách dosahujících až 5 K [8]. Ve všech modifikacích je tato metoda založena na vyhodnocování změn polarizace světla odraženého od zkoumaného magnetického materiálu.

Mikroskop Zeiss využívá Köhlerův osvětlovací systém, pomocí něhož je získáno rovnoměrné osvětlení zorného pole. Vysoce stabilním zdrojem světla mikroskopu je xenonová lampa XBO 75 W. Bílé světlo zdroje je pomocí kolektorové čočky zaostřeno do roviny aperturní clony, následně je lineárně polarizováno (*s* nebo *p* polarizace) a po odrazu od polopropustného zrcadla fokusováno čočkou objektivu na vzorek. Základní typy používaných polarizačních objektivů spolu s velikostí zorného pole a ideálním rozlišením jsou shrnuty v tab. 1. K výpočtu rozlišení byla použita vlnová délka světla 500 nm. V případě, že zkoumaným vzorkem je kov, proniká světlo řádově do hloubky desítek nanometrů.

Po odrazu od vzorku je světlo opět zachyceno objektivem, ze kterého vychází z každého azimutálního úhlu v paralelních svazcích a následně prochází přes analyzátor, případně analyzátor s kompenzátozem. Jde o metodu téměř zkřížených polarizátorů, kde analyzátor v závislosti na natočení roviny polarizace po odrazu od vzorku propouští jen část intenzity. Výsledný obraz může být pozorován buď v okuláru, nebo je přenesen na čip CCD kamery Hamamatsu s rozlišením 1,37 milionů pixelů ( $1344 \times 1024$ ).

Během experimentu jsou sledovány změny polarizace odraženého světla v závislosti na přiloženém magnetickém poli. Pro magnetování vzorku v rovině je využíván vodou chlazený pár elektromagnetů (otočný o 360°), který je vybaven nastavitelnými pólovými nastavci. Pro vzorky s kolmou anizotropií byl vyvinut a navržen magnet generující magnetické pole kolmé k povrchu vzorku [10]. Hodnoty generovaných magnetických polí jsou ukázány v tab. 2. Plynulé ovládní magnetického pole je provedeno pomocí programovatelného bipolárního napájecího zdroje firmy Kepco a řízeno softwarem KerrLab na bázi Labview [11].

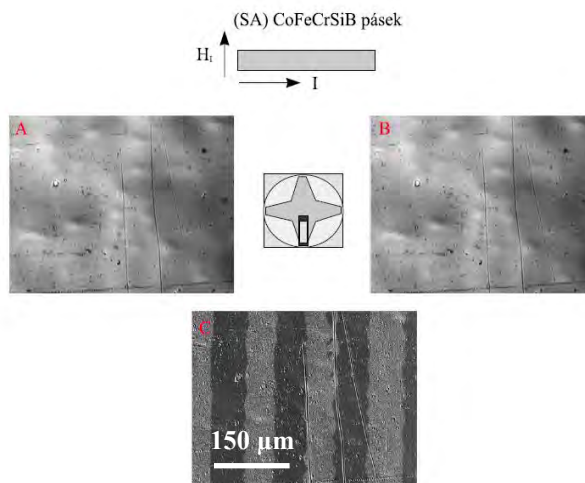
Tab. 1 Objektivy EC Epiplan-Neofluar Pol a jejich parametry  
Tab. 1 Lenses EC Epiplan-Neofluar Pol and their parameters

Objektiv zvětšení x/numerická apertura	Velikost zorného pole (mm)	Ideální rozlišení (nm)
2,5×/0,06	3,600 × 2,720	6100
10×/0,25	0,900 × 0,680	1464
20×/0,50	0,450 × 0,340	732
50×/0,80	0,180 × 0,136	457
100×/0,90	0,090 × 0,068	406

Tab. 2 Typy magnetů a generované intenzity magnetického pole  
Tab. 2 Magnet types and generated intensities of magnetic field

Magnetické pole generované rovnoběžně s povrchem vzorku		
Vzduchová cívka Velikost mezery 38 mm	$H_{\max} = 32 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$	$I = 4 \text{ A}$
Pólové nastavce na menší pole Vzdálenost mezi póly 25 mm	$H_{\max} = 280 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$	
Pólové nastavce na větší pole Vzdálenost mezi póly 12,5 mm	$H_{\max} = 480 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$	
Magnetické pole generované kolmo na povrch vzorku		
Válcově symetrický magnet	$H_{\max} = 288 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$	$I = 4 \text{ A}$

Velmi důležitou roli hraje v této sestavě aperturní clona, jejímž otevíráním a zavíráním je možné kontrolovat intenzitu světla dopadajícího na vzorek a také jeho úhel dopadu, přičemž maximální úhel je omezen numerickou aperturou objektivu. Rovina aperturní clony je spojena se zpětnou ohniskovou rovinou objektivu, někdy označovanou jako difrakční rovina, která je pak zobrazována pomocí tzv. konoskopického obrazu. Tento obraz ukazuje tmavou oblast „Maltézského“ (extinkčního) kříže, ve kterém jsou polarizátor a analyzátor optimálně zkříženy, čímž se ohraničují světlé oblasti ve čtyřech kvadrantech [12]. Pokud je aperturní clonou vybrán střed kříže, světlo dopadá kolmo na vzorek a je získána citlivost k tzv. polární komponentě magnetizace, která je kolmá na rovinu vzorku. Nastavením světla do okrajových částí kříže (šikmý dopad) jsou detekovány komponenty magnetizace v rovině vzorku, ke kterým se navíc přimíchává již zmíněná polární složka magnetizace.



Obr. 3 A) Snímek povrchu pásku v nasycení. B) Snímek povrchu pásku v remanenci. C) Kontrast získaný odečtením snímků A a B [13]

Fig. 3 A) Ribbon surface in saturation. B) Ribbon surface in remanence. C) Contrast obtained by subtracting of images A and B

Postup pozorování magnetických domén je naznačen na obr. 3 pro případ magneticky měkkého amorfního CoFeCrSiB pásku připraveného metodou rovinného lití. Pásek byl žíhán 10 minut při teplotě 390 °C a zároveň namáhan tahovým napětím o velikosti 100 MPa (SA – stress annealed). Páskem protéká elektrický proud  $I$ , který generuje vnitřní magnetické pole  $H_i$  kolmé na osu pásku. Nejprve je pořízen snímek povrchu vzorku A, kdy je pásek vnitřním magnetickým polem  $H_i$  zcela nasycen. Tento snímek je uložen do paměti počítače. Následně je snižována velikost magnetického pole, přičemž snímek povrchu při aktuálním poli je odečítán od snímku A získaného v prvním kroku. V reálném čase se tak pozoruje magnetický kontrast odpovídající hledaným magnetickým doménám. Snímek B na obr. 3 byl pořízen v remanenci, tedy při nulovém vnitřním magnetickém poli. Pásové magnetické domény na obr. 3c vznikly odečtením snímků A a B a potvrzují vznik příčné magnetické anizotropie v důsledku tahového namáhání pásku během žíhání.

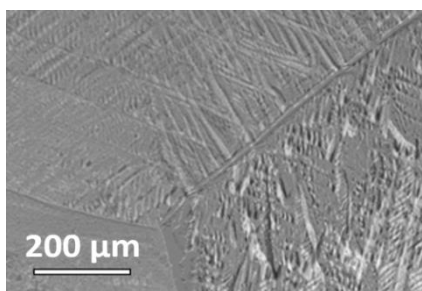
Celý experiment měření magnetických domén je řízen počítačem a softwarem KerrLab. Tento software umožňuje vytvářet jak záznam jednotlivých snímků doménových struktur, tak i tvorbu videosekvencí procesů reverzace magnetizace. Pro pozorování magnetických domén pomocí Kerrova mikroskopu je limitujícím faktorem kvalita povrchu (drsnost do cca 0,5  $\mu\text{m}$ ) pozorovaného vzorku.

### 3. Výsledky a diskuze

#### 3.1 Slitiny $\text{Fe}_{82}\text{Al}_{18}$ a $\text{Fe}_{67}\text{Al}_{33}$

Aluminidy železa (intermetalické sloučeniny) představují perspektivní konstrukční materiály, které jsou předmětem intenzivního výzkumu z hlediska jejich strukturních a funkčních aplikací. Tyto materiály vykazují odolnost proti korozi a oxidaci, mají vyhovující

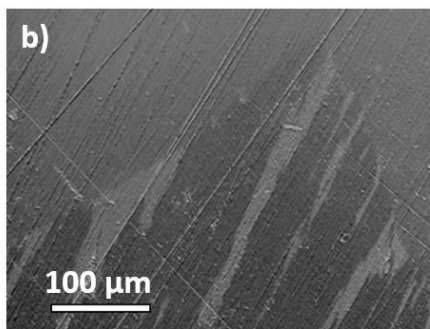
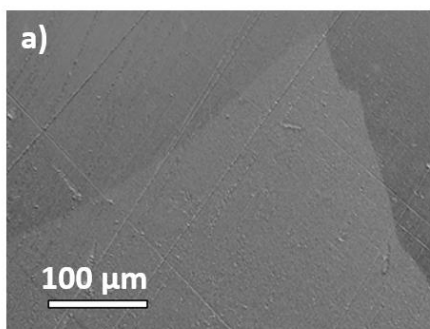
mechanické vlastností, nižší měrnou hmotnost a nízké pořizovací náklady na výrobní suroviny (Fe, Al). Nevýhodou těchto materiálů je nízká tažnost při pokojové teplotě a pokles pevnosti při teplotě nad 600 °C. Vývoj těchto materiálů se řídí jejich uplatněním v leteckém i automobilového průmyslu. V posledních letech je také vyvíjeno enormní úsilí ve výzkumu magnetických vlastností těchto materiálů, kdy malou změnou obsahu Fe (méně než 1 at. %) lze vyvolat velké změny v magnetickém chování této slitiny [14].



Obr. 4 Magnetické domény vzorku Fe<sub>82</sub>Al<sub>18</sub> při magnetickém poli 7 mT se zviditelněním zrn a jejich hranic

Fig. 4 Magnetic domain patterns of the Fe<sub>82</sub>Al<sub>18</sub> sample at magnetic field 7 mT with visualization of grains and grain boundaries

Slitiny Fe<sub>82</sub>Al<sub>18</sub> a Fe<sub>67</sub>Al<sub>33</sub> byly vyrobeny z vysoce čistého Fe (99,99 %) a Al (99,99 %) obloukovým tavením v ochranné atmosféře argonu. Nařezáním ingotů byly získány experimentální vzorky ve tvaru disků o průměru 20 mm a tloušťce 500 μm. Jejich povrch byl leštěn a leptán v 30% roztoku Nitalu pro zviditelnění zrn a jejich hranic. Vzorky slitiny Fe<sub>82</sub>Al<sub>18</sub> byly dále uzavřeny ve vakuované křemenné ampuli, žhánány při teplotě 1 000 °C po dobu 1 hodiny a nakonec vloženy do vody při pokojové teplotě [14].



Obr. 5 Magnetické domény vzorku Fe<sub>67</sub>Al<sub>33</sub> při magnetických polích (a) 7 mT a (b) 4,7 mT

Fig. 5 Magnetic domains of the sample Fe<sub>67</sub>Al<sub>33</sub> at magnetic fields (a) 7 mT and (b) 4.7 mT

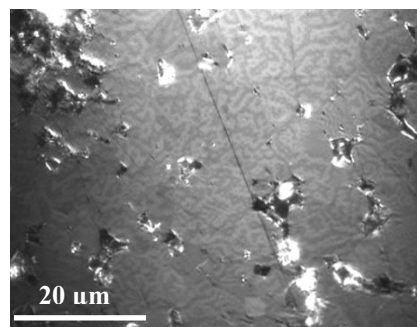
Obr. 4 a 5 ukazují magnetické domény pozorované pomocí magnetooptické Kerrovy mikroskopie na površích Fe<sub>82</sub>Al<sub>18</sub> a Fe<sub>67</sub>Al<sub>33</sub> slitin. Podle fázového diagramu Fe-Al [15] by slitina Fe<sub>82</sub>Al<sub>18</sub> měla vykazovat feromagnetické chování při pokojové teplotě, zatímco slitina Fe<sub>67</sub>Al<sub>33</sub> by měla být při této teplotě paramagnetická.

Feromagnetismus slitiny Fe<sub>82</sub>Al<sub>18</sub> byl zcela potvrzen naměřenými Mössbauerovými spektry a magneto-optickými hysterezními smyčkami [14]. Ukázka doménové struktury na obr. 4 poukazuje na fakt, že zrna nelze považovat za jednu magnetickou doménu, nýbrž že existuje velmi jemná a komplikovaná doménová struktura uvnitř zrna. Její původ je zřejmě spojen s nahodilým namáháním vzorku během jeho přípravy, kdy v průběhu žhánání při teplotě 1 000 °C nedošlo k úplné relaxaci napěťového pole.

Předpokládané paramagnetické chování slitiny Fe<sub>67</sub>Al<sub>33</sub> se potvrdilo pouze při objemových magnetických měřeních. Povrchově citlivé metody (magnetooptická Kerrova mikroskopie a mikroskopie magnetických sil) odhalily na povrchu této slitiny tenkou feromagnetickou vrstvu, jejíž původ zřejmě souvisí s mechanickým opracováním vzorku ovlivňujícím povrchové vlastnosti, jako povrchová morfologie, oxidace, defekty apod. [9]. Proto bylo možné pozorovat doménovou strukturu i u tohoto vzorku (obr. 5). V tomto případě jemná struktura domén uvnitř zrn není pozorována. Různé barvy zrn, které se na obr. 5 jeví jako různé odstíny šedi, naznačují odlišné orientace magnetických domén. Orientace magnetizace v sousedních zrnech je dána jednak anizotropií krystalu a jednak vzájemnou magnetickou interakcí dvou sousedních zrn. Teprve při magnetickém poli 4,7 mT vzniká následná doménová struktura s rychlou reverzací magnetizace uvnitř zrna.

### 3.2 Slitiny na bázi NdFeB

NdFeB slitiny jsou často využívány k výrobě silných permanentních magnetů. Tento materiál vykazuje vysoké hodnoty koercitivního pole, zbytkové magnetizace a maximálního energetického součinu ( $BH$ )<sub>max</sub>, což se projevuje dobrou odolností proti působení vnějšího demagnetizačního pole. V současné době jsou tyto magnety využívány v počítačové technice, v záznamových médiích a elektrotechnických aplikacích.



Obr. 6 Magnetické domény Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B magnetu pozorované v remanenci

Fig. 6 Magnetic domains of Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B magnet observed in the remnant state

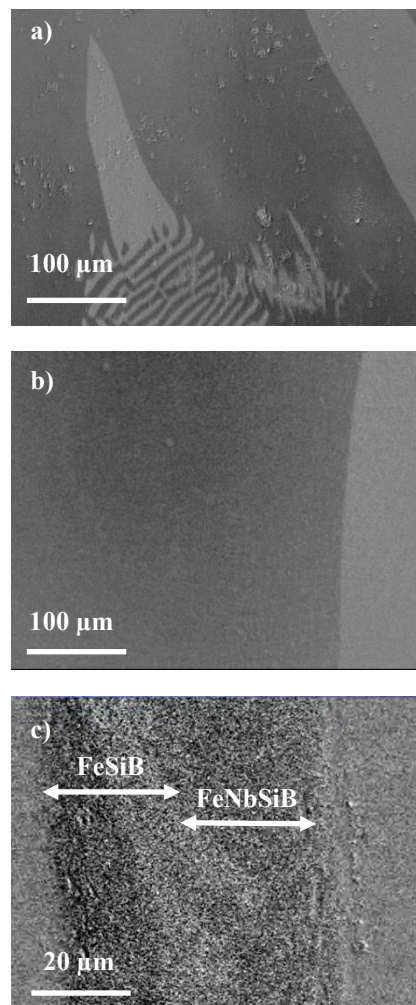
Bloky neodymových magnetů jsou obvykle vyráběny procesem práškové metalurgie a sintrováním. Silné magnetické pole, které je používáno během procesu výroby magnetického materiálu, určuje orientaci magnetických domén. Na obr. 6 jsou ukázány magnetické domény, které byly pozorovány na povrchu  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  magnetu. Při jeho přípravě byly do původní slitiny přidány kovy vzácných zemin (Dy nebo Tb), které pozitivně ovlivňují teplotní stabilitu magnetu a zvyšují jeho koercitivní a anizotropní pole. Základní parametry magnetu jsou:  $H_c = 1470 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ ,  $B_r = 1,1 \text{ T}$  a  $(BH)_{\text{max}} = 231 \text{ kJ}\cdot\text{m}^{-3}$  [16]. Díky působení silného magnetického pole  $1600 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$  kolmo k povrchu magnetu jsou na obr. 6 vidět typické doménové vzory označované jako finger-print (otisk prstu), které potvrzují přítomnost snadné osy magnetizace kolmé k rovině povrchu. Průměrná šířka magnetických domén  $0,5 - 0,9 \mu\text{m}$  je typická pro tyto slitiny. Doménová struktura byla pozorována při vypnutí vnějšího magnetického pole (v remanenci). Existence této doménové struktury naznačuje vhodnou texturu zkoumaného permanentního magnetu. Vizualizace povrchových doménových struktur tedy přispívá k optimalizaci výrobních podmínek a výsledných magnetických parametrů NdFeB slitin.

### 3.3 Dvouvrstvé amorfní pásy FeNbSiB/FeSiB

Amorfní a nanokrystalické materiály na bázi Fe a Co mají již dlouhou dobu široké uplatnění v technické praxi (měkké magnetické materiály, sensorika, magnetokalorický jev). Obvykle mají tvar pásků nebo drátů a jsou připravovány metodou rovinného lití (planar flow casting – PFC), kdy tavenina příslušného složení je prudce ochlazena na rotujícím měděném válci. Před několika lety se tato technologie začala inovativně využívat také k přípravě dvouvrstvých materiálů. Spojením dvou materiálů s různými magnetostrikcemi lze získat slitinu s dvojnásobnou tloušťkou (cca  $36 \mu\text{m}$ ) v porovnání s jednovrstvými slitinami. Spojují se tak vlastnosti obou prekurzorů [17]. Tyto materiály se využívají ke konstrukci magnetických senzorů, u nichž lze vhodnou volbou prekurzorů ladit jejich citlivost.

Na obr. 7 jsou ukázány magnetické domény pozorované na dvouvrstvém amorfním pásku se složením  $\text{Fe}_{74,5}\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9/\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ . Obr. 7a ukazuje domény z hladší a lesklejší FeSiB strany pásku, která byla během přípravy v kontaktu se vzduchem. Typické velké pásové a jemné finger-print domény naznačují existenci náhodných lokálních napětí se směry v rovině a kolmo na rovinu povrchu vzorku. Domény z matné strany válce (FeNbSiB) zde nejsou prezentovány z důvodu vyšší drsnosti této strany, k čemuž přispívá zejména kvalita povrchu měděného válce a vznik vzduchových kapes mezi válcem a roztaveným materiálem. Možnost snadné kontroly anizotropie a doménové struktury je naznačena na obr. 7b, kdy je dvouvrstvý pásek ohnut do tvaru toroidu o průměru  $20 \text{ mm}$  s lesklou (FeSiB) stranou orientovanou vně. To vyvolává tahové napětí ve

vnější FeSiB vrstvě a zároveň tlakové napětí ve spodní FeNbSiB vrstvě. Magnetooptickými měřeními však vidíme odezvu pouze vnější FeSiB strany, kde jsou přiložená tahová napětí spolu s kladnou magnetostrikcí zodpovědná za indukování snadné osy magnetizace v ose pásku, kterou kopíruje také Blochova doménová stěna. Obr. 7c pak ukazuje možnost fokusovat dopadající světlo na příčný řez dvouvrstvého pásku a pozorovat chování doménových struktur uvnitř obou vrstev. Bylo zjištěno, že pohyb domén uvnitř vrstev je úzce svázán s hodnotami magnetostrikcí jednotlivých vrstev a tloušťkou rozhraní [18].



Obr. 7 Magnetické domény FeNbSiB/FeSiB pásku pozorované a) na lesklé FeSiB straně, b) na lesklé FeSiB straně po ohnutí pásku do tvaru toroidu lesklou stranou ven, c) na příčném řezu pásku.

Fig. 7 Magnetic domains of the FeNbSiB/FeSiB ribbon observed a) on the air FeSiB surface, b) on the air FeSiB surface after the coiling with the air side out, c) on the ribbon cross-section.

### Závěr

Článek pojednává o magneto-optické Kerrově mikroskopii, která je v současné době často používána ke studiu uspořádání magnetických domén na površích

různých typů materiálů. Úzká vazba mezi přípravou materiálů, magnetickou anizotropií a pozorovanou doménovou strukturou je ukázána u  $\text{Fe}_{82}\text{Al}_{18}$  a  $\text{Fe}_{67}\text{Al}_{33}$  slitin,  $\text{NdFeB}$  permanentních magnetů a dvouvrstevých amorfních  $\text{FeNbSiB}/\text{FeSiB}$  pásků. Získané výsledky výrazně přispívají k prohloubení znalostí o magnetickém chování těchto slitin a k hledání jejich nových aplikačních možností.

### Poděkování

*Tato práce vznikla při řešení projektu č. LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum - program udržitelnosti" financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.*

### Literatura

- [1] RAI, D. P., SHANKAR, A., SANDEEP, GHIMIRE, M. P., THAPA, R. K. Electronic and magnetic properties of a full-Heusler alloy  $\text{Co}_2\text{CrGe}$ : a first-principles study. *Journal of Theoretical and Applied Physics*, 7, 3, 2013
- [2] HIROHATA, A., YAO, C. C., LEUNG, H. T., XU, Y. B., GUERTLER, C. M., BLAND, J. A. C. Magnetic domain studies of permalloy wire-based structures with junctions. *IEEE Transactions on Magnetics*, 36, 3068, 2000
- [3] KLIMŠA, L. *Magnetooptická měření měkkých magnetických materiálů*. Bakalářská práce, VŠB-TU Ostrava, p. 1-41, 2010.
- [4] TUČEK, J. Úvod do magnetismu, magnetické vlastnosti materiálů a magnetické jevy v nanosvětě, *Katedra experimentální fyziky*, UP v Olomouci, <http://nanosystemy.upol.cz/upload/10/tucek-uvod.pdf>, 2015
- [5] GETZLAFF, M. *Fundamentals of Magnetism*. Springer Berlin Heidelberg, 2008, pp. 1-387
- [6] HUBERT, A., SHÄFER, R. *Magnetic Domains, The Analysis of Magnetic Microstructures*. Spinger Berlin Heidelberg New York, 1998, pp. 1-565
- [7] XU, X. T., MOSES, A. J., HALL, J. P., WILLIAMS, P. I., JENKINS, K. A Comparison of Magnetic Domain Images Using a Modified Bitter Pattern and the Kerr Method on Grain-Oriented Electrical Steel. *IEEE Transactions on Magnetics*, 47, 3531, 2011
- [8] McCORD, J. Progress in magnetic domain observation by advanced magneto-optical microscopy. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 48, 333001, 2015
- [9] HENDRYCH, A., ŽIVOTSKÝ, O., JIRÁSKOVÁ, Y., MAŤKO, I., The surface and bulk magnetic properties of Fe-Al alloys. *Acta Physica Polonica A*, 126, 58, 2014
- [10] LUKÁŠ, D., POSTAVA, K., ŽIVOTSKÝ, O., PIŠTORA, J., Optimization of electromagnet for high-field polar magneto-optical microscopy. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 322, 1471, 2010
- [11] Evico Magnetics [online]. [cit. 18.12.2015]. Dostupné z: <http://www.evico-magnetics.de/Combined.html#Measurement> Computer and Software
- [12] ŽIVOTSKÝ O., KLIMŠA, L., HRABOVSKÁ, K., HENDRYCH, A., POSTAVA, K. Povrchové magnetické vlastnosti nežáhaných a žáhaných  $\text{FeNb}$  pásků. *Jemná Mechanika a Optika*, 55, 84, 2010
- [13] HENDRYCH, A., *Magnetické vlastnosti nanokompozitních materiálů*. Dizertační práce, Univerzita Palackého v Olomouci, p. 1-62, 2010
- [14] JIRÁSKOVÁ, Y., HENDRYCH, A., ŽIVOTSKÝ, O., BURŠÍK, J., ŽÁK, T., PROCHÁZKA, I., JANIČKOVIČ, D. Surface magneto-optical and Mössbauer observations of Fe-Al, *Applied Surface Science*, 276, 68, 2013
- [15] BENNETT, L. H., MASSALSKI, T.B., MURRAY, J.L., BAKER, H. Binary Alloy Phase Diagram, American Society for Metals, Metals Park (OH), 1986
- [16] KOSHKID'KO, YU.S., SKOTNICOVÁ, K., ČEGAN, T., LESNÁK, M., ŽIVOTSKÝ, O., HRABOVSKÁ, K., MAMULOVÁ KUTLÁKOVÁ, K., LUKIN, A.A., DORMIDONTOV, A.G., V.V. SITNOV, V.V., MENUSHENKOV, V.P., KOLCHUGINA, N.B., CWIK, J., SNÁŠELOVÁ, L. Optimization of heat treatment of Nd-Fe-B-based alloys for preparation of high coercivity permanent magnets. In *METAL 2015:24<sup>th</sup> International Conference on Metallurgy and Materials*, 2015, Brno, Czech Republic, 2015,
- [17] ŽIVOTSKÝ, O., TITOV, A., JIRÁSKOVÁ, Y., BURŠÍK, J., KALBÁČOVÁ, J., JANIČKOVIČ, D., ŠVEC, P. Full-scale magnetic, microstructural, and physical properties of bilayered  $\text{CoSiB}/\text{FeSiB}$  ribbons. *Journal of Alloys and Compounds*, 581, 685, 2013
- [18] TITOV, A., ŽIVOTSKÝ, O., JIRÁSKOVÁ, Y., HENDRYCH, A., BURŠÍK, J., ŠVEC, P. Influence of magnetostriction on cross-sectional magnetic properties in bilayered ribbons. *IEEE Transactions on Magnetics*, 50, 6500804, 2014

## Dobře míněno, špatně provedeno

*Süddeutsche Zeitung*

28.08.2015

Evropské výrobce chrání cla na některé druhy oceli. Oči pro pláč zůstanou jiným. Příklad ukazuje, co se může přihodit, když se začne do tržních podmínek vměšovat stát. Když se jedná o transformátory, myslí někteří lidé napřed na svoje modely vláček. Evropským výrobcům trafostanic ale poslední dobou hrozí ztráta významu. Ještě více: některé z asi 500 podniků s celkem 25.000 zaměstnanci se bojí o svoji další existenci a to od té doby, co EU zavedla antidumpingová cla na materiál, který výrobci transformátorů nutně potřebují. Jde o pás z elektrooceli s orientovaným zrnem, speciální druh oceli. Případ je učebnicovým příkladem pro to, jak trestná cla, která by vlastně měla odstraňovat chybný vývoj na trhu, vytvářejí nové nerovnováhy. Zhruba před rokem si stěžoval Eurofer, že pásy z elektrooceli s orientovanými zrnem z Číny, Ruska, Jižní Koreje, Japonska a USA jsou v Evropě příliš levné. Japonské firmy zde podle Euroferu prodávaly tento pás dokonce až o 40% levněji, než jsou výrobní náklady. EU uvalila na tento materiál antidumpingová cla a pás se okamžitě stal výrazně dražší. Výrobci oceli jako ThyssenKrupp a ArcelorMittal se tak staly zdánlivě znovu konkurenceschopnými. Mezitím se ale nabídka tak zmenšila, že u některých druhů se objevil nedostatek materiálu na trhu a zaměstnanci transformátorové branže se musí začít obávat o svá pracovní místa.

## Possibilities of Determination of Heavy Metals in Soils

### Možnosti stanovení těžkých kovů v půdách

Ing. Jitka Malcharcziková, Ph.D.; prof. Ing. Miroslav Kursá, CSc.

VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Metallurgy and Materials Engineering, Department of Non-ferrous Metals, Refining Processes and Materials Recycling, RMSTC, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Czech Republic

*V běžných půdách je převažujícím zdrojem přítomnosti těžkých kovů přirozené zvětvávání hornin včetně rud kovů. Většina těžkých kovů v atmosféře pochází z antropogenních činností a vyskytují se ve formě aerosolu či popílku. Těžké kovy pocházejí převážně z metalurgického průmyslu, energetiky, spalování fosilních paliv, dopravy a dalších průmyslových procesů. Těžké kovy jsou toxické pro člověka a nebezpečné pro různé složky životního prostředí. Z hlediska negativního vlivu na životní prostředí je nejvíce nebezpečné kadmium, rtuť, olovo, arsen, chrom a další prvky. Cílem práce bylo ověřit, do jaké míry mohou antropogenní zdroje znečišťování ovlivnit výskyt vybraných prvků oproti běžným hodnotám v nezasazeném prostředí. Dalším cílem pak bylo zjistit, zda je možno použít typ analyzátoru, se kterým pracoval autorský kolektiv, pro provedení orientačních měření obsahu vybraných kovů/prvků v půdách. Vzorky půd a sedimentů byly odebrány v blízkosti Ostravy, Orlové a Frýdku-Místku. Jednalo se o lokality, u kterých byl předpoklad, že půdy mohou obsahovat vyšší obsahy sledovaných kovů vlivem určitého typu antropogenních činností. Měření bylo provedeno metodou rentgenové fluorescenční spektrometrie (ED-XRF) mobilním spektrometrem Delta Professional. Výsledky analýz jsou pouze srovnávací. Ze získaných hodnot je zřejmé, že koncentrace vybraných kovů v okolí dopravní komunikace a kovozapracujícího podniku vykazují zvýšené hodnoty v těsné blízkosti zdroje, přičemž tyto hodnoty se vzrůstající vzdáleností odběrného místa pro vzorkování od předpokládaného zdroje postupně klesají. Lze tedy usuzovat, že doprava významně ovlivňuje kontaminaci půdy těžkými kovy, a to zejména v její bezprostřední blízkosti. Přímé porovnání změřených koncentrací těžkých kovů s celkovým obsahem rizikových prvků v půdách dle vyhlášky č. 13/1994 Sb. ukazuje, že tyto hodnoty nepřekračují státem povolené limity, pouze hodnoty naměřené v bezprostřední blízkosti kovozapracujícího podniku se blíží hranici určené touto vyhláškou.*

**Klíčová slova:** těžké kovy; ED-XRF; spektrometrie; obsah kovů; půdy

*In ordinary soils the predominant source of heavy metals in the soil is the natural weathering of rocks, including metal ores. Most of the heavy metals in the atmosphere originate from anthropogenic activities and they are in the form of an aerosol or ash. Their source comes predominantly from metallurgical industry, power engineering, fossil fuel combustion, transportation and other industrial processes. Heavy metals are toxic to humans and harmful to various components of the environment. From the viewpoint of negative influence on the environment the most dangerous metals are cadmium, mercury, lead, arsenic and chromium and other elements. The objective of this work was to ascertain the extent, to which anthropogenic sources of pollution may affect the occurrence of selected elements in comparison with normal values. Another goal was to find out, whether it was possible to use this type of analyser for indicative measurements of selected metals/elements in soils. Samples of soil and sediments were taken in the vicinity of Ostrava, Orlová and Frýdek-Místek. It is possible to assume that soil in these localities may contain higher contents of the monitored metals due to certain type of anthropogenic activities. The measurement was performed by X-ray fluorescence spectrometry (ED-XRF) with use of mobile spectrometer Delta Professional. Results of analyses are of indicative character only. It is evident from the obtained values, that the values of selected metals in the case of roads and metal processing company exhibit elevated concentrations of heavy metals in close proximity to the source, and that the values gradually declined. It can therefore be assumed that the transport supports soil contamination with heavy metals, especially in the immediate vicinity. In the case of a direct comparison with the "total contents of hazardous elements in soils" in the decree No. 13/1994 Coll., the determined values of heavy metals do not exceed the limits allowed by the state, only the values measured in the vicinity of the metal processing enterprise are approaching the limit specified in this decree.*

**Keywords:** heavy metals, ED-XRF; spectrometry; content of metals; soils

In the Czech Republic the content of heavy metals in the soil is limited by decree of the Ministry of the Environment No. 13/1994 Coll. [1]. Heavy metals are

defined as chemical trace elements with certain negative properties. In this context, this concerns the metals, which according to their density are really very "heavy"

(mercury, copper, lead, thallium), but also metals, which have a lower density and belong thus to light metals (beryllium, aluminium, barium). They comprise then also metalloids (arsenic, boron, selenium, tellurium), and non-metals (chlorine, sulphur). In ordinary soils the predominant source of heavy metals in the soil is the natural weathering of rocks, including metal ores. Most of the heavy metals in the atmosphere originate from anthropogenic activities and they are in the form of an aerosol or ash. Their source comes predominantly from metallurgical industry, power engineering, fossil fuel combustion, transportation and other industrial processes, which use their compounds (production of cement and glass) or products containing heavy metals (exhaust fumes of motor vehicles), incinerate waste and perform other activities [2]. Heavy metals are toxic to humans and harmful to various components of the environment. The actual toxicity of a heavy metal will be affected by soil texture, organic matter, and pH. The health effects of exposure to heavy metals depend on the amount and duration of exposure [3]. From the viewpoint of negative influence on the environment the most dangerous metals are cadmium, mercury, lead, arsenic and chromium. Manganese, nickel, vanadium and radon are considered as risky elements. Thallium can also be considered as element of high toxicity. Its concentrations in Europe are, in comparison with elements of similar dangerousness, very low. According to the existing laws on air protection against pollutants we classify also cobalt and copper among these chemical elements. For certain technologies it is necessary to monitor also other chemical elements, such as selenium, antimony, vanadium, tin, bismuth, beryllium and others. More recently high concentrations of heavy metals/metalloids, such as As, Cd, Cu, Pb, and Zn in soils have often been reported in number of countries [4].

## 1. Experimental part

It is possible to analyse in taken samples a whole series of elements—Pb, Ni, Cu, Fe, Zn, Cr, Cd, Hg, As, Pb and others. For purposes of measurements suitable sites were selected for sampling in the vicinity of Ostrava, Orlová and Frýdek-Místek. It is possible to assume that soil in these localities may contain higher contents of the monitored metals due to certain type of anthropogenic activities.

Samples were collected near busy road (sample A), pond (B), a small stream (C), and metal-working company (D). The samples were taken from the surface to the depth of max. 10-20 mm. The samples near the roads were taken directly next to the roadside, and then at the distances of 1, 2, 3, 4, 5, 7, 10, 15 and 20 m (Tab. 1, samples 1 to 10). The samples taken near the metal processing company were taken at the distances of 0, 50, 100, 300, 600, 800 and 1000 m). The measurement was performed by X-ray fluorescence spectrometry (ED-XRF) with use of mobile

spectrometer Delta Professional. This device can be used for exact non-destructive analysis of chemical composition of metallic materials, for determination of metals in solid, granular and liquid samples. The instrument can also be used for analysis of soil and thus for determination of the contents of selected elements in soils. Fig. 1 presents an example of the output from the measurement.



PRVEK	PPM	+/-
Cr	102	17.17
Mn	639	23.56
Fe	2.60%	0.0146%
Ni	30	3.55
Cu	36	4.18
Zn	104	3.97
As	10	1.61
Rb	105	1.63

Fig. 1 Output of the measurement of the heavy metals in the sample  
Obr. 1 Výstup z měření obsahu těžkých kovů ve vzorku

## 2. Evaluation of the results

Samples of soil and sediments were taken into clean containers and they were marked. After drying, the samples were subjected to measurements by mobile spectrometer Delta Professional (Fig. 2). The measured contents of selected metals are shown in Tab. 1 in units of ppm for lower contents, or in wt. % for higher contents of elements.



Fig. 2 Analysis of samples  
Obr. 2 Analýza vzorků

Results of analyses are of indicative character only. It is evident from the values in Table 1 (A, D), that the values of selected metals in the case of road and metal-working company exhibit elevated concentrations of

heavy metals in close proximity to the source, and that the values gradually declined. It can therefore be assumed that the transport supports soil contamination with heavy metals, especially in the immediate vicinity (Fig. 3, A1-3). The values A8-10 showed another increase in concentrations of elements in the soil. The reason was a change in the nature of soil, as this was agricultural soil. It is probable that elevated levels of heavy metals are caused by the use of fertilisers (Fig. 3). No elevated values of heavy metals were found in the samples taken from sediments extracted from the pond and from the small stream (B, C). In the pond a concentration of cadmium of 20 ppm was detected.

It is not possible to compare the obtained results of heavy metal concentrations directly with the decree of the Ministry of the Environment No. 13/1994 Coll. [1], since this decree specifies only two valid methods for determination of concentrations of heavy metals in soils. Analytical methods are used with dissolution in acids. In the case of a direct comparison with the "total contents of hazardous elements in soils" in the decree No. 13/1994 Coll., the determined values of heavy metals do not exceed the limits allowed by the state, only the values measured in the vicinity of the metal processing enterprise are approaching the limit specified in this decree.

Tab. 1 Content of elements in the samples

Tab. 1 Obsah prvků ve vzorcích

Sample	Content of elements							(wt. %)
	(ppm)							
	Pb	Zn	Cr	Cu	As	Ni	Fe	
A	1	48	388	185	67	9	42	3.33
	2	82	253	143	61	9	24	2.45
	3	66	150	112	31	6	17	2.03
	4	54	135	92	34	9	19	1.94
	5	52	128	77	33	9	17	1.96
	6	39	90	72	23	6	17	1.47
	7	28	65	66	18	6	13	1.37
	8	34	71	67	32	8	21	1.50
	9	40	99	95	36	12	19	1.87
	10	32	87	95	30	10	18	1.71
B	11	9	33	51		4		0.78
C	12	13	121	87	19	3	15	1.28
	13	13	114	81	27	4	11	1.01
D	14	298	689	354	105	18	117	4.62
	15	43	171	96	33	10	26	1.84
	16	79	321	127	60	7	37	2.34
	17	48	142	68	39	17	20	2.64
	18	131	258	112	78	8	31	2.74
	19	28	86	65	23	9	15	1.72
	20	34	104	102	36	10	30	2.60

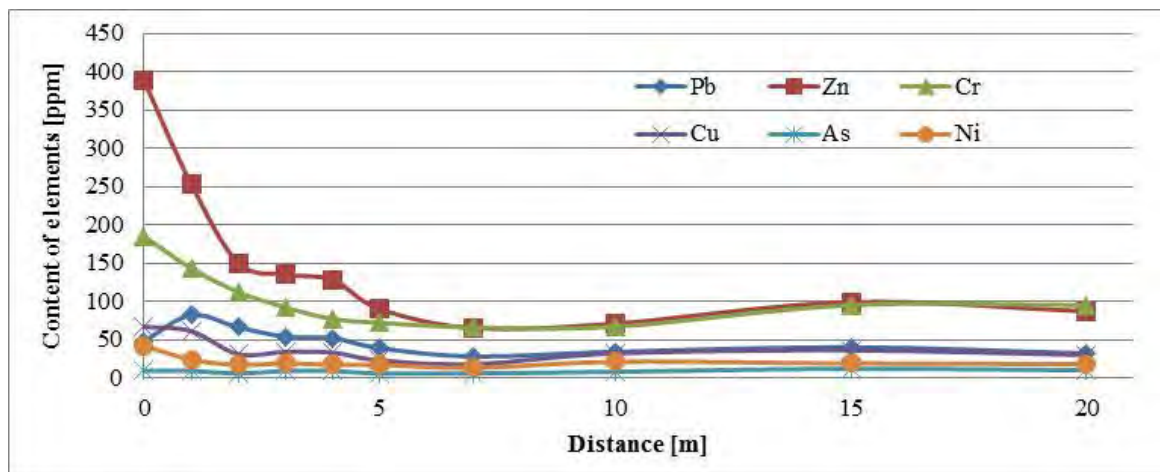


Fig. 3 Dependence of content of the elements on the measuring point distance – Sample A

Obr. 3 Závislost koncentrace prvků na vzdálenosti místa měření od zdroje – vzorek A

### 3. Results of measuring

Various procedures and methods for determination and evaluation of the contents of hazardous elements in soils exist in the Czech Republic and abroad [3, 5, 6].

Every soil has certain content of heavy metals, which corresponds to their natural content. As a result of anthropogenic activities heavy metals penetrate into the soil environment and increase their concentrations above the normal values. This is mainly due to

industrial activities, transport and power engineering. Pollutants are considered to be the most serious source of contamination of soils by heavy metals as they affect the entire biosphere, and have a long-term negative impact on the quality of agricultural soils [6]. The objective of this work was to ascertain the extent, to which anthropogenic sources of pollution may affect the occurrence of selected elements in comparison with normal values. Another goal was to find out, whether it was possible to use this type of analyser for indicative

measurements of selected metals/elements in soils. Appropriate procedure of taking samples is essential for obtaining valuable results.

This instrument can be used also for screening assessment of heavy metals in soils in the defined area. The results obtained can use for creation of maps of contamination by individual heavy metals in a given particular area. Comparison of this map with the map the given area makes it then possible to determine specific expected sources, contributing to pollution.

## Conclusions

The objective of this work was to ascertain the extent, to which anthropogenic sources of pollution may affect the occurrence of selected elements in comparison with normal values. Another goal was to find out, whether it was possible to use this type of analyser for indicative measurements of selected metals/ elements in soils. Samples of soil and sediments were taken in the vicinity of Ostrava, Orlová and Frýdek-Místek. It is possible to assume that soil in these localities may contain higher contents of the monitored metals due to certain type of anthropogenic activities. The measurement was performed by X-ray fluorescence spectrometry (ED-XRF) with use of mobile spectrometer Delta Professional. Results of analyses are of indicative character only. In the case of a direct comparison with the "total contents of hazardous elements in soils" in the decree No. 13/1994 Coll., the determined values of heavy metals do not exceed the limits allowed by the state, only the values measured in the vicinity of the

metal processing enterprise are approaching the limit specified in this decree.

## Acknowledgements

*This paper was created at the Faculty of Metallurgy and Materials Engineering within the Project No. LO1203 "Regional Materials Science and Technology Centre - Feasibility Program" funded by Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic and the project SP 2015/70 "Specific Research in the Metallurgical, Materials and Process Engineering".*

## Literature

- [1] Decree of the Ministry of environment No. 13/1994 Coll. (Vyhláška Ministerstva životního prostředí č. 13/1994 Sb.), [on-line] Available at <https://portal.gov.cz/app/zakony/zakon.jsp?page=0&nr=13~2F1994&rpp=15#seznam>, [cit. 10. 10. 2015]
- [2] GEBREYESUS, S. T. Heavy Metals in Contaminated Soil: Sources & Washing through Chemical Extractants. *American Scientific Research Journal for Engineering, Technology, and Sciences*, 10 (2014) 1, 54–60
- [3] GRUBINGER., V., ROSS, D. Interpreting the results of soil tests for heavy metals [on-line]. 2011. Available at [https://www.uvm.edu/vtvegandberry/factsheets/interpreting\\_heavy\\_metals\\_soil\\_tests.pdf](https://www.uvm.edu/vtvegandberry/factsheets/interpreting_heavy_metals_soil_tests.pdf), [cit. 10. 10. 2015]
- [4] NANTHI, B. Remediation of heavy metal(loid)s contaminated soils – To mobilize or to immobilize? *Journal of Hazardous Materials*, 266 (2014) 1, 141–166
- [5] SUCIU, I., et al. Analysis of Soil Heavy Metal Pollution and Pattern in Central Transylvania. *International Journal of Molecular Science*, 9 (2008), 434–453
- [6] RICHTER, R. Heavy metals in soil (Těžké kovy v půdě), [on-line]. Available at [http://web2.mendelu.cz/af\\_221\\_multitext/vyziva\\_rostlin/html/agrochemie\\_pudy/puda\\_tk.htm](http://web2.mendelu.cz/af_221_multitext/vyziva_rostlin/html/agrochemie_pudy/puda_tk.htm), [cit. 10. 10. 2015]

---

## Ocelářský koncern Schmolz+Bickenbach pod tlakem

*Börsen-Zeitung*

26.08.2015

Koncern speciálních ocelí Schmolz+Bickenbach (S+B) potvrdil svoji ziskovou prognózu pro rok 2015, vidí ale v současné ocelářské konjunkturu „podstatné nejistoty pro další vývoj výsledků“. Očekávání jsou proto „skromná“. Mimo prognózu poptávky, které se v uplynulých měsících, zejména v Asii, významně zhoršily, trápí S+B také nejistoty v oblasti olejářského a plynářského průmyslu, jakož i výzvy podmíněné vývojem měny. Zejména silné zhodnocení švýcarského franku v lednu oproti euru velmi zatíží letošní výsledek. Měnové ztráty se v prvním pololetí vyšplhaly na 7,6 milionu €. V roce 2015 počítá S+B i nadále s výsledkem před zdaněním, úroky a odpisy (Ebitda) mezi 190 a 230 miliony €, přičemž je očekáván výsledek spíše v dolní polovině tohoto rozmezí. Při stabilním obratu 1,49 miliard € trčí ovšem S+B dále hluboko v červených číslech.

## Na importy nerezů z Číny a Tchaj-wanu uvaleno definitivní clo

*Stahl Aktuell*

31.08.2015

S účinností od 28. srpna je v EU na dovozy za studena válcovaných plochých výrobků z nerezové oceli z Číny a z Tchaj-wanu uvaleno definitivní antidumpingové clo. Tímto opatřením je na dovozy z Číny uvaleno clo až ve výši 25,3 %. Na dovozy z Tchaj-wanu je uvaleno trestné clo ve výši 6,8 %. Evropský ocelářský svaz Eurofer toto opatření přivítal jako „důležitý krok“ kvůli dlouhodobým účinkům, které dumping způsobuje na evropském trhu.

# Zprávy z HŽ, a.s.

## Hutní výroba v ČR a SR

### Meziroční porovnání měsíčních a postupných hutních výrob roku 2014 a 2013

	Výroba *)			Výroba		Index		Výroba		Index	
	srpen	září	leden-září	srpen		září		leden-září			
	2015	2015	2015	2014	2015/14	2014	2015/14	2014	2015/14		
	tis.t			tis.t	%	tis.t	%	tis.t	%		
<b>KOKS</b>											
<b>CELKEM</b>	282,40	264,16	2 584,95	291,82	96,77	273,48	96,59	2 557,02	101,09		
<b>z toho (HŽ) ČR</b>	139,41	130,56	1 346,04	159,04	87,66	149,02	87,62	1 382,18	97,38		
<b>(HŽ) SR</b>	142,99	133,60	1 238,92	132,78	107,68	124,46	107,34	1 174,84	105,45		
<b>AGLOMERÁT</b>											
<b>CELKEM</b>	789,64	725,73	7 054,45	806,28	97,94	737,94	98,35	7 224,40	97,65		
<b>z toho ČR</b>	480,37	409,73	4 206,28	519,38	92,49	424,04	96,63	4 354,50	96,60		
<b>SR</b>	309,27	316,00	2 848,17	286,90	107,80	313,90	100,67	2 869,90	99,24		
<b>SUROVÉ ŽELEZO</b>											
<b>CELKEM</b>	593,97	604,06	5 987,02	643,02	92,37	580,21	104,11	5 910,00	101,30		
<b>z toho ČR</b>	345,67	279,20	3 078,45	357,94	96,57	295,51	94,48	3 121,75	98,61		
<b>SR</b>	248,30	324,86	2 908,56	285,08	87,10	284,71	114,10	2 788,24	104,32		
<b>SUROVÁ OCEL</b>											
<b>CELKEM</b>	754,48	758,86	7 583,93	795,76	94,81	747,80	101,48	7 441,65	101,91		
<b>z toho ČR</b>	447,29	363,22	4 045,45	449,50	99,51	390,29	93,06	4 014,78	100,76		
<b>SR</b>	307,19	395,65	3 538,48	346,26	88,72	357,51	110,67	3 426,87	103,26		
<b>KONTISLITKY</b>											
<b>CELKEM</b>	719,67	718,75	7 220,19	764,08	94,19	709,70	101,28	7 095,08	101,76		
<b>z toho ČR</b>	413,38	324,00	3 689,81	418,75	98,72	353,12	91,75	3 676,58	100,36		
<b>SR</b>	306,29	394,75	3 530,38	345,33	88,70	356,58	110,71	3 418,50	103,27		
<b>BLOKOVNY</b>											
<b>CELKEM</b>	54,43	46,55	438,67	49,77	109,37	47,62	97,74	440,67	99,55		
<b>z toho ČR</b>	54,43	46,55	438,67	49,77	109,37	47,62	97,74	440,67	99,55		
<b>SR</b>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		
<b>VÁLCOVANÝ MATERIÁL</b>											
<b>CELKEM</b>	732,48	752,71	6 930,78	702,87	104,21	738,06	101,98	6 741,67	102,81		
<b>z toho ČR</b>	391,60	398,94	3 758,31	401,64	97,50	368,75	108,19	3 685,93	101,96		
<b>SR</b>	340,88	353,77	3 172,47	301,24	113,16	369,31	95,79	3 055,75	103,82		
<b>TRUBKY</b>											
<b>CELKEM</b>	47,33	57,49	559,27	56,04	84,45	64,58	89,03	584,29	95,72		
<b>z toho ČR</b>	28,73	41,53	391,85	35,48	80,99	44,50	93,33	402,03	97,47		
<b>SR</b>	18,60	15,96	167,42	20,57	90,42	20,08	79,50	182,26	91,86		
<b>TAŽENÁ, LOUPANÁ, BROUŠENÁ OCEL</b>											
<b>CELKEM = (HŽ) ČR</b>	15,63	13,61	153,37	12,04	129,76	17,13	79,44	147,88	103,71		
<b>STUDENÁ PÁSKA KLASICKÁ</b>											
<b>CELKEM = (HŽ) ČR</b>	0,82	1,28	11,31	2,11	38,86	2,74	46,52	23,60	47,93		

POZNÁMKA: \*) Za poslední měsíc jsou údaje předběžné.

Zpracoval: Hutnictví železa, a.s. - Ing. Vala

# Z hospodářské činnosti podniků, institucí a řešitelských pracovišť

## Predikce vývoje ocelářského průmyslu ČR v letech 2015 – 2020, s výhledem do roku 2030

(Dokončení)

### Ekonomické ukazatele

Ekonomika ocelářského průmyslu v ČR se vyvíjí v souladu se souběžně i protichůdně působícími vlivy, mezi nimiž významnou roli hrají výše uvedené výrobní a obchodní ukazatele, cenový vývoj, tržní ukazatele (spotřeba oceli), využití výrobních kapacit a recyklace kovu. Očekává se, že přes růst od r. 2014 ani do konce sledovaného období (v r. 2017) nedojde k obnově

výše tržeb ve srovnání se začátkem sledovaného období v r. 2008. Úroveň přidané hodnoty bude na konci tohoto období dosažena. Totéž platí o zisku před zdaněním. Uspokojivější výsledky budou dosaženy v produktivitě, kdy dojde k trvalému rostoucímu trendu, což bude podmíněno trvalým snižováním počtu pracovníků v oboru ze zhruba 22 tis. zaměstnanců na 16 tis. zaměstnanců. Ekonomické výsledky, kromě jiných sociálně-politických faktorů, pak dovolí trvalý a kontrolovaný nárůst výdělků v oboru (tab. 6).

Tab 6 Vývoj vybraných ekonomických ukazatelů v období let 2008 – 2014 a predikce do r. 2017

Výsledky ocelářských podniků v letech 2008-2013 a výhled do r.2017 (mil.Kč)										
Ukazatel/rok	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014E	2015P	2016P	2017P
Tržby celkem (mil.Kč)	131 168	80 307	93 756	106 701	92 704	86 108	100 000	105 000	107 000	110 000
Přidaná hodnota (mil.Kč)	27 432	8 755	8 664	13 322	11 098	11 415	15 000	22 000	26 000	28 000
Zisk před zdaněním	12 020	-3 690	1 060	2 687	377	2 135	3 000	7 000	11 000	12 000
Počet pracovníků (osoby)	22 157	19 441	18 183	17 399	16 223	14 851	15 000	15 500	15 500	15 000
Průměrný výdělek (Kč/měsíc)	27 287	25 626	26 699	28 617	29 180	29 781	32 000	33 000	34 000	35 000
Produktivita tržeb (mil.Kč/pracovník)*10	5 920	4 131	5 156	6 133	5 714	5 798	6 667	6 774	6 903	7 333

Ze všech tzv. ukazatelů životaschopnosti je zde představen vývoj dvou vybraných ukazatelů, a to hrubých marží (výnosů z prodeje) a EBIT (Earnings

before Interest and Taxes – zisku očištěného od úrokových nákladů a daní), resp. EBIT vztažený k obratu. Jejich vývoj v letech 2006 – 2017 ukazuje tab. 7.

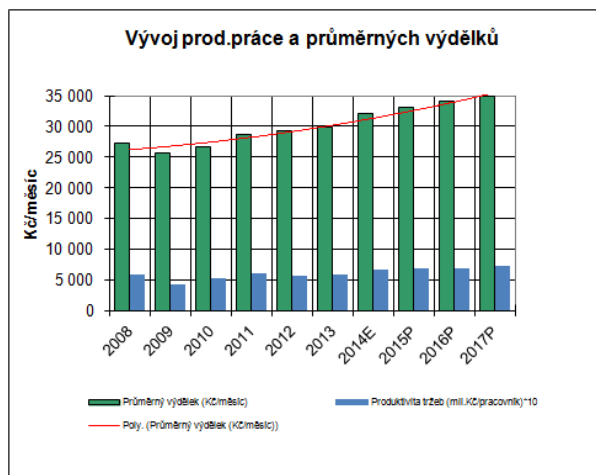
Tab. 7 Ukazatele životaschopnosti v ocelářském průmyslu ČR v letech 2006 – 2014 a predikce do r. 2017

Ukazatel/rok	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017	Standard
hrubá marže	12,7	18,3	10,8	-3	-2,2	2,1	0,5	5,7	7,0	8,5	10,0	12,0	>10,0
EBIT/obrat	7,8	14	4,5	-7,9	-4,0	-3,6	-4,7	-2,4	1,0	4,0	5,5	7,5	>1,5

Z tab. 7 je zřejmé, že až na konci sledovaného období hutě dosáhnou úrovně vybraných ukazatelů životaschopnosti v počátečním stavu. V poměrných hodnotách (%) se tyto ekonomické parametry dostaly do kladných hodnot v letech 2011 (hrubá marže), resp. 2014 (EBIT).

Významným parametrem pro hodnocení situace v oboru výroby oceli je produktivita práce. Za cenu restriktivních opatření řízených státní politikou v inflaci

a v omezování rozpočtové sféry, vč. omezování mzdových nákladů, se počínaje r. 2012 daří postupně zvyšovat produktivitu práce a tento vývoj je predikován do budoucna (obr. 6). Uvedený trend je však výsledkem současně působící nezaměstnanosti a výše zmíněné spotřeby oceli. Hutní podniky však vyslovují názor, že tento trend není ani tak výsledkem státní politiky v těchto letech, jako spíše výsledkem opatření, jejichž realizace byla v hutích zahájena již v předešlé době.



Obr. 6 Vývoj produktivity práce v ocelářském průmyslu v letech 2008 – 2014 a predikce do r. 2017

## Ekologie

Od r. 1993 bylo z vlastních zdrojů hutních podniků v ČR investováno 103 mld. Kč do snížení dopadů výroby na životní prostředí. Byly to investice do modernizace výrobní základny (64 mld. Kč) a do projektů na ochranu životního prostředí v okolí výrobních podniků nebo jinak souvisejících s ochranou životního prostředí (39 mld. Kč). Úspěšnou realizací těchto projektů se podařilo v rámci ocelářského oboru snížit emise tuhých znečišťujících látek o 92 %, emise SO<sub>2</sub> o 68,7 %, emise NO<sub>x</sub> o 64 % a produkci odpadů o 57 %.

Samostatné vyčlenění péče o životní a pracovní prostředí jako kategorie vládní (nikoliv hospodářské) politiky ze strany Komise EU hodnotí zahraniční průmysl z pohledu obsahu i formy jako katastrofický scénář vedoucí ke kolapsu průmyslu. Nejinak má ekologická politika Komise EU vliv i na ocelářský průmysl v ČR. Souhrnný přehled a analýza limitů rozvoje hutnictví ČR uvádí článek „Bariéry dalšího rozvoje v odvětví hutnictví železa“ autora Ing. Vladimíra Tomana, uveřejněný v Hutnických listech, roč. LXVII, č. 6, s. 86 – 90. Zde se tedy připomíná jen heslovitě několik rizikových bodů, které si заслужují spravedlivé rozpracování vůči průmyslu vč. ocelářství a realizaci:

- obchodování se skleníkovými plyny,
- klimaticko-energetický balíček do r. 2030,
- implementace směrnice 2010/75/EU o průmyslových emisích,
- řešení kvality ovzduší v Moravskoslezském kraji (dotace),
- novela zákona o odpadech,
- EIA (posuzování vlivů na životní prostředí).

Práce probíhající ve výše uvedených oblastech jsou velmi intenzivní. Zástupci odvětví přímo spolupracují s ministerstvem životního prostředí, ministerstvem průmyslu a dopravy, dotčenými svazy a asociacemi jiných odvětví a také se Svazem průmyslu a dopravy tak, aby

konkrétní problémy byly v daném časovém úseku vyřešeny bez negativního dopadu na odvětví hutnictví železa.

## Rovnocenné podmínky pro ocelářství

Ocelářský průmysl v celé Evropské unii bojuje o udržení životaschopnosti. Dosažené parametry hutního průmyslu od r. 1970 do současnosti svědčí o tom, že se produkce v ocelářství již neobnoví ve srovnání s předkrizovou úrovní, tj. na úroveň před r. 2007. Dále je z nich patrné, že je v odvětví stále 15 % nadbytečných kapacit a že strukturální směr restrukturalizace v Evropské unii i ČR vedoucí k vyšší finalizaci a sofistikovaným výrobám musí pokračovat. Ocelářství je také zatěžováno vlivy ekologické legislativy a růstem nákladů z vývoje cen energií. Konkurence dovozu hutních materiálů (Rusko, Ukrajina, Turecko, Čína, Jižní Korea) je faktorem, který prokazuje, že jiná pravidla v oblasti ekologie a energetiky dávají spolu s obtížností přístupu k surovinám šanci získat silnou pozici na trhu právě dříve saturovaným evropským ocelářským podnikům.

Steel Action Plan (SAP), přijatý v červnu 2013 jako dokument pro udržení konkurenční schopnosti ocelářského průmyslu v Evropské unii, má nastartovat řadu impulzů ke zlepšení situace. Hlavní kapitoly tohoto akčního plánu jsou:

- vysoké ceny energií,
- dostupnost surovin,
- cesta recyklace a zhodnocení šrotu,
- atraktivnost průmyslu pro kvalifikované pracovníky,
- investice pro inovace a technologie šetrné k životnímu prostředí.

Ekologie – v celém svém rozsahu norem, legislativy, limitů a rozhodování – je bezesporu nejvážnějším ohrožením ocelářství. Právě v této oblasti je smysl rovnocenných podmínek podstatný. Je proto nezbytné:

- nepřipustit do legislativy zvyšování daní a poplatků, zavádění nových poplatků pro oblast ekologie a energetiky,
- nepřipustit přijetí legislativy, která nepostihuje všechny zdroje znečišťování (ovzduší, odpady, vody) a je diskriminující k průmyslovým odvětvím.

Ocelářský průmysl je zatížen obchodováním emisemi. Jakékoliv mimořádné daně se mohou stát existenční podmínkou pro těžký průmysl (a jeho přesun mimo Evropskou unii) a pak jsou relevantní pravidla pomoci státu nezbytná.

Druhou oblastí jsou tzv. ekologické poplatky. Představují přežitý a neefektivní nástroj. Jde o to, že finanční zdroje z těchto poplatků nemusí skončit využitím pro financování akcí pro zlepšování ovzduší do nejlepších technologií.

Struktura pracovních míst nyní je a do budoucna bude odlišná ve srovnání s r. 2007 (nové profese, přesun

tradičních povolání i mimo Evropskou unii, v průmyslu nebude potřeba dosavadní počet pracovních míst).

Řešení spočívá v:

- spolupráci vzdělávacích institucí a průmyslu (podniků),
- podpoře a motivaci k zájmu o technické a řemeslné obory,
- optimalizaci sítě a struktury škol, včetně regionálního uspořádání,
- provázanosti vzdělávání na trh práce.

Souhrnně lze konstatovat, že odvětví ocelářství zná své nynější výchozí podmínky, zná cíle, kterých by mělo dosáhnout, a zná i doprovodné podmínky, které je do oněch cílů dovede. Vyžaduje však efektivní a objektivní podporu státní politiky a politiky Komise EU.

red. [podle zdroje: Raab, J.: *Predikce vývoje ocelářského průmyslu ČR pro roky 2015 – 2020*. Praha: Hutnictví železa, a.s. a Odvětvový svaz hutnictví železa, duben 2015]

---

## Představenstvo BHP Billiton se zasazuje o obchodní dohodu místo politiky ochranných cel

*Stahl Aktuell*

18.09.2015

Poslední výroky šéfa představenstva největšího těžařského koncernu na světě BHP Billiton Andrewa Mackenzie jsou nekonvenční. Hlava největšího těžařského koncernu na světě se vyslovila proti zavádění nových bariér, jako jsou importní cla na ocel, pro ochranu domácího průmyslu. Při snahách nepotopit se pod neutuchajícím přílivem levných surovin z Číny tak zastává ostře odlišné stanovisko od mnoha odvětvových svazů a podniků. Mackenzie varuje před tím, že omezování obchodu překáží světové výměně zboží a zpomaluje hospodářský rozvoj. Jen omezeně se tím vytvářejí nová pracovní místa a dusí se tím inovace. „Protekcionalismus je jako písek v převodovce a snižuje efektivitu“, říká Mackenzie.

## Ocelářský průmysl mezi politikou a hlavním proudem

*Stahl und Eisen*

19.09.2015

Zamyšlení prezidenta světového ocelářského svazu Wolfganga Edera nad perspektivami ocelářského průmyslu. Převraty a změna paradigmat, které probíhají v současné době prakticky ve všech oblastech našeho života, jsou jak ve svých rozměrech, tak rychlosti a také důsledcích jedinečné. Přitom nejde jen o změny z hlediska technologií nebo trhů nebo způsobů jak se mění komunikace – tyto výzvy jsou odjakživa součástí modernizujícího se světa a představují pro účastníky trhu spíše šance než rizika.

## Změnu trendu na trhu se šrotem lze očekávat v roce 2017

*Börsen-Zeitung*

19.09.2015

Řada těžařských podniků potřebuje ceny železné rudy kolem 70 dolarů za tunu, aby mohla pracovat rentabilně. V průběhu roku 2015 ceny železné rudy a rovněž ceny pro nejdůležitější druhy železného šrotu dále klesaly. Jde o dlouhodobější trend nebo se vývoj cen zase v dohledné době obrátí směrem nahoru? Podíváme-li se dále do minulosti, jsou dnešní ceny železné rudy stále ještě výrazně nad úrovní začátku nového tisíciletí. V prvních letech po roce 2000 se notace ceny železné rudy pohybovaly kolem 20 dolarů za tunu. Silný vzestup cen započal až v roce 2004 a dosáhl svého vrcholu v roce 2008. I ceny železného šrotu leží výrazně nad úrovní, která byla běžná v devadesátých letech. Za cenu, kterou je nutno platit za tunu nejlevnějšího šrotu, bychom dostali v letech 1996/1997 tunu válcovaného drátu. Nově vytvořené kapacity pro těžbu železné rudy přesahují dnes významně potřebu pro výrobu surové oceli. Uvolnění u těžařů nelze očekávat před koncem roku 2016, takže s poněkud vyššími cenami bude možné počítat až od roku 2017. Propad cen železné rudy s sebou stáhl i ceny železného šrotu. Sice je zde cenový pokles mnohem mírnější než u železné rudy, v každém případě ale citelně postihuje celé odvětví recyklace šrotu.

## TRANSFORMACE CWA 15627 SMALL PUNCH TEST METHOD FOR METALLIC MATERIALS NA NORMU EU

### TRANSFORMATION OF THE CWA 15627 SMALL PUNCH TEST METHOD FOR METALLIC MATERIALS TO THE EU STANDARD

prof. Ing. Karel Matocha, CSc.

MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Pohraniční 693/31, 703 00 Ostrava-Vítkovice, Česká republika

*Rozvoj a praktické využívání metody penetračních testů pro hodnocení aktuálních mechanických vlastností kovových materiálů v Evropě vyústilo v roce 2007 ve vydání dokumentu CWA 15627 Small Punch Test Method for Metallic Materials. Výsledky získané při hodnocení aktuálních mechanických vlastností kovových materiálů z výsledků penetračních testů dle CWA 15627 byly prezentovány na třech mezinárodních konferencích SSTT „Determination of Mechanical Properties by Small Punch and other Miniature Testing Techniques“, které se konaly v Ostravě (2010, 2012) a na zámku Seggau v Rakousku (2014). V předloženém příspěvku jsou uvedeny důvody a kroky, které vedly k zahájení transformace CWA 15627 Small Punch Test Method for Metallic Materials na EN normu.*

**Klíčová slova:** penetrační testy; aktuální mechanické vlastnosti; kruhový test; tranzitní teplota TSP stanovená z výsledků penetračních testů; empirické korelace

*Development and practical use of penetration test technique for evaluation of actual mechanical properties of metallic materials also in Europe resulted in 2007 in edition of the document CWA 15627 Small Punch Test Method for Metallic Materials. The results obtained at evaluation of the actual mechanical properties of metallic materials from the results of penetration tests according to the CWA 15627 were presented at three International conferences SSTT "Determination of Mechanical Properties by Small Punch and other Miniature Testing Techniques" held in Ostrava (2010, 2012) and at the castle Seggau in Austria (2014). In the present paper the reasons and the steps that led to the initiation of transformation of the CWA 15627 Small Punch Test Method for Metallic Materials to the EN standard are summarized.*

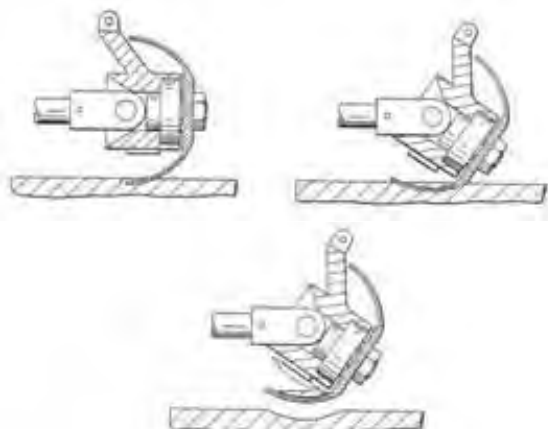
**Key words:** penetration test; actual mechanical properties; round robin test; transition temperature determined from the results of penetration tests; empirical correlations

Kvalifikované posuzování integrity a zbytkové životnosti dlouhodobě provozovaných zařízení energetického a/nebo petrochemického průmyslu, či snaha o racionální prodlužování jejich projektované životnosti na jedné straně přináší vysoké finanční úspory, na druhé straně však vyžadují znalost aktuální úrovně celé řady mechanických charakteristik použitých materiálů [1 – 5]. Tento požadavek vedl k [6]:

1. vývoji technologických postupů a zařízení, která umožňují odběr malého množství zkušebního materiálu z vnějšího a/nebo vnitřního povrchu kritických míst zařízení na principu mechanického odbrušování (viz obr. 1), příp. na principu elektrojiskrového řezání při zachování jejich integrity a tedy nutnosti následných oprav [7];
2. vývoji a zavedení zkušební metody využívající ke stanovení aktuálních pevnostních, křehkolomových a creepových charakteristik materiálů výsledky penetračních testů. Tento vývoj spolu se zavedením zkušební metody v Evropě vyústil v roce 2007 ve vydání dokumentu CWA 15627 Small Punch

Test Method for Metallic Materials [8]. Je to technická dohoda v rámci CEN (Evropský výbor pro normalizaci) a vlastněná CEN jako publikace, která odráží konsenzus konkrétních expertů a organizací odpovědných za její obsah. CWA (CEN Workshop Agreement) proto reprezentuje nižší úroveň konsenzu, než jakou představuje evropská norma. Tento dokument je rozdělen do dvou samostatných částí. Část A (Part A: A Code of Practice for Small Punch Creep Testing) popisuje postup doporučený pro provádění časově závislých penetračních testů za zvýšených teplot. Část B (Part B: A Code of Practice for Small Punch Testing for Tensile and Fracture Behaviour) popisuje postup pro provádění časově nezávislých penetračních testů při okolní, zvýšené a nízké teplotě. Tato část je věnována postupům pro stanovení meze kluzu, meze pevnosti, tranzitní teploty stanovené zkouškou rázem v ohybu Charpy V (tranzitní teplota FATT odpovídající 50% podílu houževnatého lomu na lomové ploše a/nebo tranzitní teplota odpovídající nárazové práci  $KV = 41J$ )

a lomové houževnatosti z výsledků penetračních testů.



Obr. 1 Způsob odběru vzorku materiálu na principu založený na mechanickém odbrušování.

Fig. 1 Method of materials sampling based on the principle of mechanical grinding

Metoda hodnocení pevnostních, křehkolomových a creepových charakteristik materiálů z výsledků penetračních testů je zahrnuta v programech řízení životnosti

a navazujících programech řízeného stárnutí parovodů a částí tlakového systému kotlů společnosti ČEZ, a.s. Výsledky získané při hodnocení aktuálních mechanických vlastností kovových materiálů z výsledků penetračních testů dle CWA 15627 byly prezentovány na třech mezinárodních konferencích SSTT „Determination of Mechanical Properties by Small Punch and other Miniature Testing Techniques“, které se konaly v Ostravě (2010, 2012) a na zámku Seggau v Rakousku (2014). V úvodní přednášce plenární sekce poslední konference [9] a v práci [10] jsou shrnuty zkušenosti s používáním CWA 15627 pro stanovení aktuálních pevnostních, křehkolomových a creepových charakteristik kovových materiálů. V jejich závěru bylo doporučeno zahájit revizi tohoto dokumentu a jeho transformaci na EN normu, a to především z důvodu stoupajícího zájmu vlastníků a provozovatelů zařízení energetického a petrochemického průmyslu o využití této metody pro hodnocení aktuálních mechanických vlastností především u materiálů pracujících v zařízeních dlouhodobě provozovaných za zvýšených teplot. V tab. 1 je uveden počet příspěvků na konferencích SSTT zaměřených na hodnocení aktuálních pevnostních a křehkolomových charakteristik z výsledků penetračních testů.

Tab. 1 Počet příspěvků na konferencích SSTT zaměřených na časově nezávislé penetrační testy

Tab.1 Number of papers at the conferences SSTT focused on time independent penetration tests (SP tests)

Konference SSTT zaměřené na penetrační testy	Počet příspěvků zaměřených na časově nezávislé penetrační testy	Počet příspěvků zaměřených na průmyslové aplikace
Ostrava 2010	15 z 38	2
Ostrava 2012	13 ze 46	7
Seggau 2014	23 ze 42	11

## 2. Transformace CWA 15627 na EN normu

Transformace CWA 15627 na EN normu byla zahájena na „Ad hoc meeting“ Small Punch EN standard v Amsterdamu 16. – 18. 3. 2015. Evropská norma „Small Punch Test Method for Metallic Materials“ bude vypracována technickou komisí ECISS (European Committee for iron and Steel Standardization)/TC101(Test methods for steel). Tohoto jednání se zúčastnilo 29 účastníků ze 12 zemí Evropy. Zkušenosti s použitím CWA 15627 PART A pro stanovení creepových charakteristik materiálů z výsledků časově závislých penetračních testů byly předneseny prof. Rogerem Hurstem [11]. Zkušenosti s použitím CWA 15627 Part B pro hodnocení pevnostních a lomových charakteristik z výsledků časově nezávislých penetračních testů byly prezentovány prof. Ing. Karlem Matochou, CSc. [12]. Byly definovány dva základní úkoly pro přípravu transformace CWA 15627 na EN normu:

1. příprava kruhových testů (Round robin tests) na materiálu trubky z oceli P92
2. návrh pracovních skupin pro transformaci PART A i PART B CWA 15627 na EN normu.

## 3. Transformace CWA 15627 PART B na EN normu

### 3.1 Příprava kruhového testu

Kruhový test je organizován společností MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. Jako zkušební materiál byla zvolena neprovozovaná trubka ø 219,1 × 22,2 mm z oceli P92. Cílem kruhového testu je:

1. Porovnání empirických korelací pro stanovení meze kluzu a meze pevnosti při laboratorní teplotě z výsledků penetračních testů. Pro tento účel byly polotovary odebrané z trubky tepelně zpracovány pro dosažení celkem 5 úrovní pevnostních vlastností. V průběhu penetračních testů bude snímána závislost síla – průhyb disku.
2. Stanovení tranzitní teploty  $T_{SP}$  z výsledků penetračních testů v rozmezí teplot -193 až +20 °C.

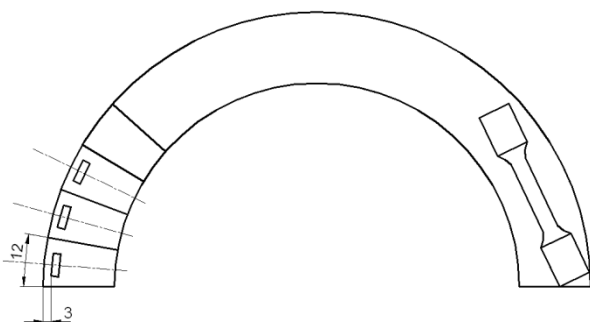
Kruhového testu se účastní následující organizace:

- MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o.
- VUJE, a.s., Slovensko

- JRS Petten, Holandsko
- Swansea University, Velká Británie
- Inesco Ingenieros, Španělsko
- CIEMAT, Španělsko
- HZDR, Německo
- Bay Zoltan Nonprofit, Maďarsko

Každý z účastníků kruhového testu obdržel ze společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o.:

1. Výsledky zkoušek tahem (3 zkoušky pro každý stav) při pokojové teplotě. Válcová zkušební tělesa o průměru měrné části 8 mm byla orientována v tangenciálním směru (viz obr. 2).
2. 5 zkušebních těles tvaru disku (orientace R-L dle obr. 2) o průměru 8 mm a tloušťce  $0,5 \pm 0,005$  mm pro každý stav ke stanovení empirických korelačních závislostí.
3. 25 zkušebních těles tvaru disku (orientace R-L dle obr. 2) o průměru 8 mm a tloušťce  $0,5 \pm 0,005$  mm z materiálu trubky v dodaném stavu pro stanovení tranzitní teploty  $T_{SP}$ .



Obr. 2 Schematické znázornění orientace zkušebních těles pro zkoušky tahem a penetrační zkoušky.

Fig. 2 Schematic drawing of orientation of the test specimens for tensile and SP tests.

#### 4. Pracovní skupiny pro přípravu revize CWA 15627 PART B a její transformaci na EN normu

1. Pracovní skupina pro penetrační zkoušky; garant: prof. Ing. Karel Matocha, CSc.:
  - MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o.
  - VUJE, a.s., Slovensko
  - JRS Petten, Holandsko
  - Swansea University, Velká Británie
  - Inesco Ingenieros, Španělsko
  - CIEMAT, Španělsko
  - HZDR, Německo

- Bay Zoltan Nonprofit, Maďarsko

2. Pracovní skupina pro modelování penetračních zkoušek; garant: Roberto Calderon:
  - JRS Petten, Holandsko
  - Swansea University, Velká Británie
  - Inesco Ingenieros, Španělsko
  - DEKRA Solutions B.V., Holandsko
  - HZDR, Německo
  - Bay Zoltan Nonprofit, Maďarsko
  - TU BA Freiberg, Německo
3. Pracovní skupina pro zpracování dat; garant: Timothy Austin:
  - JRS Petten, Holandsko
  - TU BA Freiberg, Německo
  - MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o.

#### Poděkování

Tato práce vznikla při řešení projektu č. LO 1203 „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum – program udržitelnosti“ financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.

#### Literatura

- [1] LUCON, E.: Material damage evaluation and residual life assessment of primary power plant components for long-term operation using specimens of non-standard dimensions. *La Revue de Métallurgie*, 2001, Décembre 2001, p. 1079
- [2] LUCAS, G.E.: Review of Small Specimen Test techniques for Irradiation Testing. *Metallurgical Transactions A*, Vol. 21A, May 1990, p. 1105
- [3] CORWIN, W.R., HAGGAG, F.M., SERVER, W.L.: *Small Specimen Test Techniques Applied to Nuclear Reactor Vessel Thermal Annealing and Plant Life Extension*. ASTM STP 1204, October 1993, ISBN 0-8031-1869-4.
- [4] CHOUDHARY, B.K., KUMAR, A.: *Pressure Vessels and Piping: Inspection and Life Management*, Vol. IV, Eds: Baldev Raj, Copyright ©2009, Narosa Publishing House, New Delhi, India.
- [5] TAKAHASHI, H., SHOJI, T., JEONG, H.D.: Residual Life Assessment and Non-destructive Evaluation of Material Degradation in Fossil Power Plant Components by Means of Small Punch Tests. Proceedings. In: *International Conference on Life Assessment and Extension*, Paper 2.7.2, Hague, June 1988, Nederlands Instituut voor Lacstechniek, The Netherlands.
- [6] MATOCHA, K.: Hodnocení mechanických vlastností konstrukčních ocelí pomocí penetračních testů. Monografie. VŠB-TU Ostrava & materiálový a metalurgický výzkum s.r.o., 2010, ISBN 978-80-248-2223-5.
- [7] ROBERTS, P. R., BORRADAILE, B. J., MITCHELL, R. J.: Material Sampling from Components within the Nuclear Industry and the Extraction of Useful Materials Information. *Metallurgical Journal*, Vol. LXIII, 2010. Conference proceedings of the 1<sup>st</sup> International Conference SSTT „Determination of Mechanical Properties of Materials by Small Punch and other Miniature Testing Techniques“, August 31 to September 2, 2010, pp. 19-24, ISSN 0018-8069, ISBN 978-80-254-7994-0.
- [8] CEN WORKSHOP AGREEMENT “Small Punch Test method for Metallic Materials” CWA 15627:2007 D/E/F, December 2007.

- [9] HURST, R., MATOCHA, K.: Experiences with the European Code of Practice for Small Punch Testing for Creep, Tensile and Fracture Behaviour. Proceedings of the 3<sup>rd</sup> International Conference SSTT 2014 „*Determination of Mechanical Properties of Materials by Small Punch and other Miniature Testing Techniques*“. September 23 to 25, 2014, Castle Seggau near Graz, Austria, pp. 1-26, ISBN 978-80-260-6722-2.
- [10] HURST, R. C., MATOCHA, K.: A Renaissance in the Use of the Small Punch Testing Technique. Proceedings of the ASME 2015 Pressure Vessels and Piping Conference PVP, 2015, July 19-23, 2015, Boston, Massachusetts, USA.
- [11] HURST, R.: Experiences with the European Code of Practice PART A for Small Punch Creep Testing. „*Ad hoc meeting*“ *Small Punch EN standard*, AITANA Hotel, Amsterdam, March 16-18.
- [12] MATOCHA, K.: Proposals for Improvement of the CWA 15627 Part B for Small Punch Testing for Tensile and Fracture Behaviour. „*Ad hoc meeting*“ *Small Punch EN standard*, AITANA Hotel, Amsterdam, March 16-18.

---

## Podpora hospodářství informuje – nová teplárna sníží náklady na energii u firmy Hille&Müller na polovinu

*Landeshauptstadt Düsseldorf*

5.9. 2015

Se zahájením provozu nové teplárny (BHKW) v Düsseldorfu může druhý největší výrobce oceli Tata Steel v budoucnu snížit emise CO<sub>2</sub> až o polovinu a ušetřit náklady na energii ve výši kolem milionu €. Teplárna je první vlastní koncernovou teplárnou tohoto druhu a nachází se na provozním území Hille&Müller GmbH, která patří ke koncernu. Hille&Müller má 275 zaměstnanců a počítá se k předním evropským výrobcům povrchově zušlechtěné oceli. „V budoucnu jsme schopni sami vyrábět zhruba polovinu naší spotřeby elektřiny – zhruba 13 milionů kWh za rok,“ říká Friedmar Schittko, jednatel firmy.

## Čínské exporty oceli stále zůstávají na vysoké úrovni

*Stahl Aktuell*

16.09.2015

Čínské netto vývozy oceli zůstávají dále na zvýšené úrovni. Podle údajů švýcarské banky UBS dosáhly letos na annualizované úrovni již 102 milionů tun. V reakci na příliv importů z Číny jsou celosvětově přijímána antidumpingová opatření. Protože ale nějaký čas trvá, než tato cla začnou působit, trvá příliv čínské oceli dál. Ceny čínské oceli leží na celosvětově nejnižší úrovni. Tím jsou globální ceny oceli dále pod výrazným tlakem. Banka UBS vychází z toho, že se čínské vývozy oceli budou i nadále pohybovat na velmi vysoké úrovni. Na odběratelských trzích se ale začíná ukazovat nový vývoj. Exporty oceli do Evropy a USA vzhledem k protekcionistickým státním zásahům začínají klesat. Zato stoupají vývozy do asijských zemí, Blízkého východu a Afriky.

## VoestAlpine s milionovou zakázkou v Abu Dhabi

*derstandard.at*

14.09.2015

VoestAlpine si může zaznamenat nový úspěch na dnes ostře konkurenčním energetickém sektoru v oblasti plynovodů. Pro projekt zemního plynu v Abu Dhabi bude VoestAlpine Grobblech GmbH dodávat 95.000 tun nejvýše kvalitních plechů pro roury. Tento obchod se postará o velmi dobré výtížení lineckého podniku až do jara 2016. Vysokopevné plechy, odolné proti kyselému plynu budou dodávány dlouholetému partnerovi, indickému výrobcí trub Jindal SAW. Materiál bude partnerským podnikem na místě zpracováván na roury s ca metrovým průměrem (42 coulů). Grobblech GmbH zaměstnává 700 spolupracovníků a v minulém roce měl obrát ve výši 676 milionů €. V současné době dodává také pro brazilský projekt „Rota 3“ v jednom z největších ropných polí na světě poblíž Rio de Janeiro 117.000 tun rourových plechů.

## K otázce selhávání numerické simulace tažení drátu

### Issue of the Failures of Numerical Simulation of Wire Drawing

Ing. Tomáš Perna

MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Pohraniční 693/31, 703 00 Ostrava-Vítkovice, Česká republika

*Při numerických simulacích procesů tváření kovů dochází k jevům, jež jsou závislé na volbě hustoty sítě konečných prvků. Tuto hustotu lze částečně optimalizovat na základě matematického modelu daného procesu. U matematického modelu procesu tažení drátu za studena se objevuje problém tzv. centrálního vlákna tažení a jeho nulových vibračních modů. Tyto módy sice odstraňují závislost výsledků numerické simulace na volbě hustoty sítě, ale zato mohou vyřadit celou jednu oblast numerické simulace. Tak je tomu také při tažení drátu za studena v řadě 1 kónicko-cylindrických průvleků při cca trojnásobné redukci průměru taženého drátu. Matematický model tohoto procesu nejprve ukáže nuly vibračních modů vlákna v oblasti přechodu mezi kónickou a cylindrickou částí průvleku a poté této kritické oblasti přiřadí hodnoty fází procesu. Chaotické rozdělení těchto hodnot ukazuje, že tato kritická část nemá žádnou geometrii, která by se dala interpretovat na společné kružnici přechodu mezi kuželem a válcem průvleku. Neexistence takové geometricko-dynamické kružnice pak znemožní aplikaci von Misesovy napěťové analýzy v numerické simulaci procesu pomocí konečně-prvkového systému FORGE. Dochází tak k jevu, který je bez matematického modelu nezdůvodnitelný a technologicky iracionální.*

**Klíčová slova:** tažení drátu, geometrie průvleku, napěťově-deformační chování, matematický model, numerická simulace.

*At the numerical simulations of metal forming processes some phenomena occur, which depend on a choice of the FE-mesh density. This density can be partially optimized on the basis of a mathematical model of the given process. In the mathematical model of the cold wire drawing process, a problem of the so called "central fibre of drawing" and its zero-modes exists. These modes namely remove the dependence of the results of numerical simulation on a choice of the FE-mesh density, however, they can completely let vanish one whole region of the simulation. This is also the case at the cold wire drawing in a series of 11 conic-cylindrical dies at approximately threefold decrease of the drawn wire diameter. A mathematical model of this process shows at first the zeros of fibre-vibrational states in the transition region between conical and cylindrical parts of dies and then it assigns values of the phases of process to this critical region. A chaotic distribution of these values indicates that this critical part possesses no geometry, which could be interpreted on a common circle of a transition between a cone and cylinder of the die. A non-existence of such a geometrical-dynamical circle then completely deletes the field of the von Mises stress analysis in the numerical simulation of the process by means of the FEM-system FORGE. In this way a numerical phenomenon occurs, which is without a mathematical model quite unjustifiable and technologically irrational.*

**Key words:** wire drawing; geometry of drawing die; stress-strain behaviour; mathematical model; numerical simulation

### Matematický model tažení drátu za studena

Matematický model tažení drátu byl proveden v rámci komplexního hierarchického matematického modelu TP-Complex, jehož prostředků využívá pracoviště autora – laboratoř matematického modelování a numerických simulací.

Řešením tohoto speciálního modelu je trojice parametrů  $(N, \alpha, \nu)$ , kde  $N$  značí počet průvleků,  $\alpha$  pracovní úhel průvleku a  $\nu$  Poissonovu konstantu taženého drátu, jejíž hodnota zohledňuje kontaktní podmínky mezi

průvlekem a taženým drátem. Problém centrálního vlákna tažení v kónicko-cylindrickém průvleku je přitom dán rovnicí

$$\partial_i L \partial_j (d\Gamma/dt) = 0 \text{ v oblasti } C \cap C^* \subset R^n, \quad (1)$$

kde  $\Gamma$  je funkce gama,  $C$  značí kónickou a  $C^*$  cylindrickou oblast průvleku,  $R^n$  je  $n$ -dimenzionální korelační prostor,  $L$  je tzv. Lagrangian procesu a indexy  $i, j = 1, 2, \dots, n$ . V Lagrangianu jsou obsaženy nulové módy vlákna. Tyto módy jsou spojeny s  $\alpha$ -stavy  $\langle \psi \rangle$  průvleků vzhledem k jejich počtu  $N$ , takže dle variačního počtu plyne

$$\delta^l \langle \psi \rangle = 0 \text{ pro } l = 0, 1, 2, 3, 4 \text{ v oblasti } C \cup \partial C \quad (2)$$

a vymazává průběh každé napěťově-deformační *analýzy* korelující matematicky funkci gama.

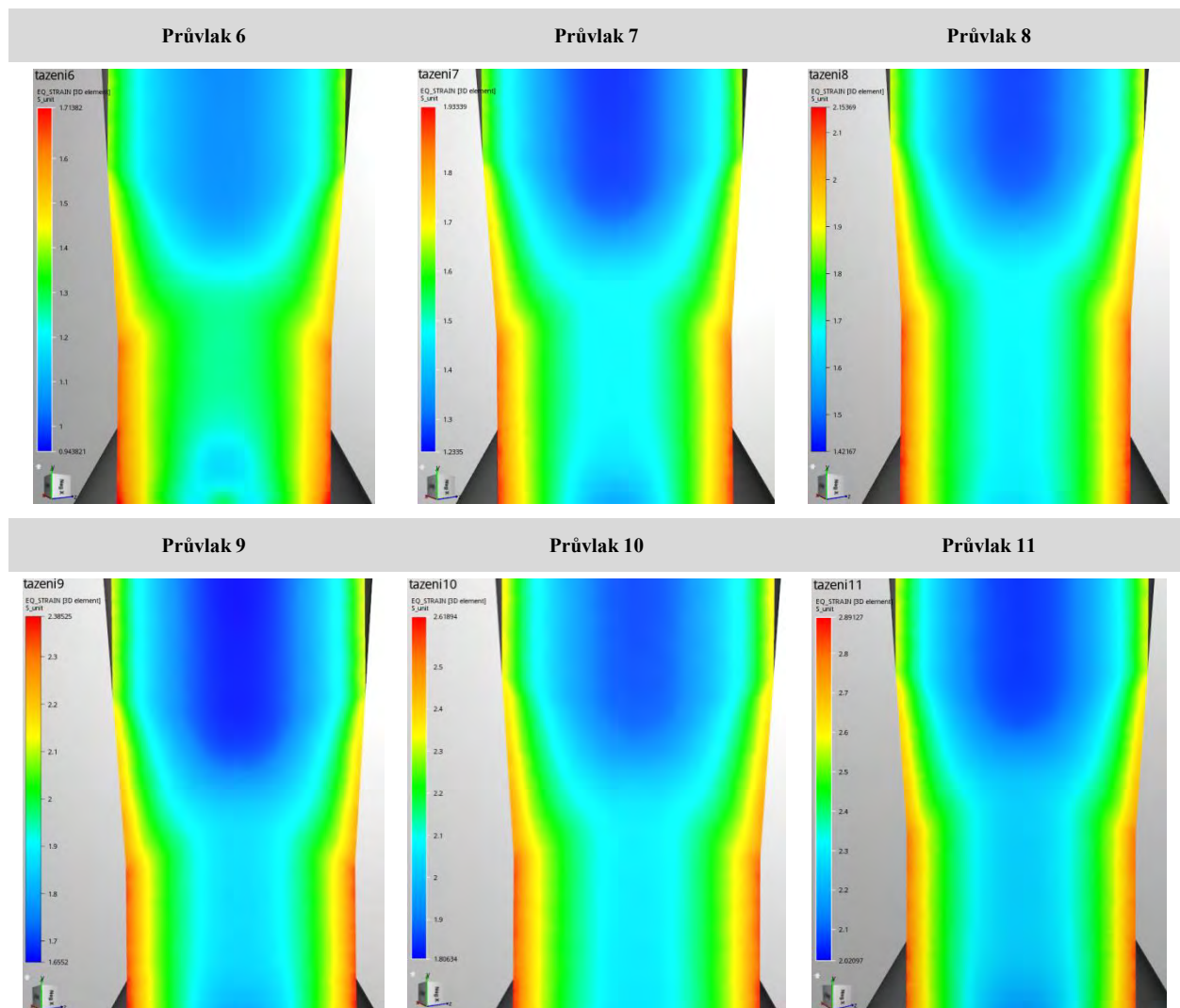
a alternativně

$$M_N \wedge \langle \psi \rangle = 0 \text{ pro } \langle \psi \rangle \supset \langle \psi \rangle_T = 0 \text{ na } \partial C. \quad (3)$$

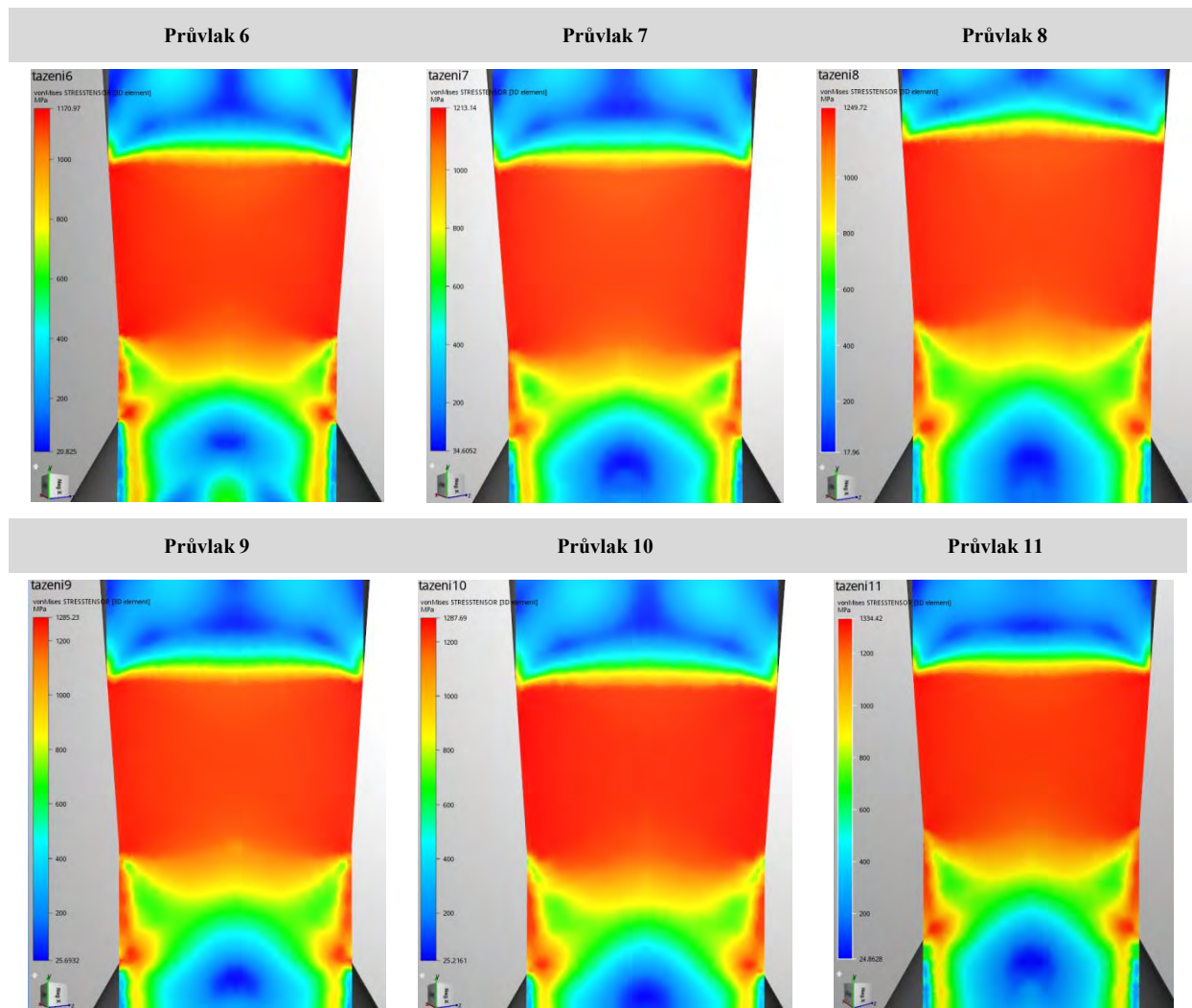
### Numerická simulace pomocí softwaru FORGE

V rov. (3) je  $\langle \psi \rangle_T$  tranzitivní nulový stav na hranici  $\partial C$  (Dirichletova okrajová podmínka) pro akci tzv. sporadické Mathieovy grupy  $M_{11}$  na  $C \cup \partial C$ . Pro počet  $N = 11$  je tato grupa ostře čtyřtranzitivní, takže funkce  $\langle \psi \rangle_T$  je čtyřkomponentní. Chaoticky rozdělené hodnoty fází funkce  $\langle \psi \rangle_T$  na  $\partial C$  vymazávají zde každou geometrii interpretovatelnou na kružnici, takže napěťově-deformační chování taženého drátu je singulární

Numerická simulace tažení drátu byla provedena v programu FORGE verze NxT 1.02 francouzské firmy Transvalor používající metodu konečných prvků. Brutální dopad existence hranice  $\partial C$  fixující nulové tranzitivní stavy  $\langle \psi \rangle_T$  průvlaků na napěťově-deformační analýzu taženého drátu, resp. na numerickou simulaci tažení obecně ukazuje obr. 1 a 2.



Obr. 1 Rozložení efektivní deformace v průvodech 6 až 11  
Fig. 1 Distribution of reduction in the passes 6 to 11



Obr. 2 Rozložení efektivního napětí v průvledech 6 až 11  
 Fig. 2 Distribution of effective stress in the passes 6 to 11

Zatímco tedy rozdělení efektivní deformace v průvlecích vykazuje jistou strukturu pole, efektivní napětí je zcela bez struktury, a tedy bez přirozených čísel ve vztahu k funkci gama. Interpretace tohoto stavu jako "steady state" není vůbec možná, jelikož  $d\Gamma/dt \neq \text{konst.}$

## Závěr

Výsledky numerických simulací procesu tažení drátu za studena byly získány nezávisle, tj. až po vytvoření matematického modelu, takže model, v němž se selhávání procesu na přechodu  $\partial C$  mezi kónickou a cylindrickou částí průvleku projevuje, nebyl sestaven ad hoc, s předběžnou znalostí selhání (vymazání) rozložení efektivního napětí v průvleku. Autor tohoto článku si v minulosti kladl otázku, proč někteří technicko-vývojoví pracovníci firmy Bekaert považují metodu konečných prvků za nepříliš vhodný nástroj při

navrhování geometrického tvaru průvleku. Jedná se přece o ne příliš složitý deformační děj. Nyní, pomocí matematického modelu, odpověď našel a výše se o ni krátce podělil se čtenářem.

## Poděkování

*Tato práce vznikla při řešení projektu č. LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum - program udržitelnosti" financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.*

## Literatura

- [1] SZABÓ B: Why Is Finite Element Modeling Not Numerical Simulation? ESRD Technical Brief 2/1/2014. [http://www.esrd.com/%5CPortals%5C0%5CDownloads%5Cdocs%5CTechnical%20Briefs%5CNoFEM\\_TechBrief.pdf](http://www.esrd.com/%5CPortals%5C0%5CDownloads%5Cdocs%5CTechnical%20Briefs%5CNoFEM_TechBrief.pdf)

## Ocenění putovalo do společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o.

Do letošního ročníku soutěže Inovační firma Moravskoslezského kraje 2015 se přihlásilo celkem 20 projektů, 19 z kategorie malý a střední podnik. Zvláštní ocenění putovalo do společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., která je vedle VŠB – Technické univerzity Ostrava jediným pracovištěm v Moravskoslezském kraji, provádějícím experimentální a komplexní materiálový výzkum v oblasti metalurgie a materiálového inženýrství.

Cenu získala společnost MMV za kontinuální rozvoj výzkumných aktivit v oblasti technologií vývoje nových materiálů a jejich zpracování, který umožňuje optimalizaci děrování polotovarů pro výrobu bezešvých trub na děrovací stolicí Mannesmannova typu aplikací nového opěrného válce.

Slavnostní vyhlášení soutěže se uskutečnilo 11. listopadu v podvečerních hodinách v prostorách Nová Karolina Park a ocenění vítězům předávali náměstek hejtmana Moravskoslezského kraje Martin Sikora a ředitelka pořádající Agentury pro regionální rozvoj, a.s. Petra Chovanioková.

**Letošního inovačního Oskara v kategorii malý a střední podnik získala společnost LumiTRIX s.r.o. s ojedinělým video-mappingovým projektorem pro venkovní použití, který je díky svému technickému, softwarovému i designovému řešení unikátem na světě.**

Firma LumiTRIX s.r.o. vznikla v roce 2012 původně v garáži rodinného domku. Nyní tým mladých odborníků sbírá jedno ocenění za druhým, a to nejen v rámci Moravskoslezského kraje, ale i celé České republiky. Rok 2015 je pro mladou kopřivnickou firmu velice úspěšný, o čemž svědčí i nedáno získané ocenění v rámci soutěže Vodafone Nápad roku nebo 1. místo v soutěži Best Business Kopřivnice, v kategorii Firma 1 – 100 zaměstnanců.

V soutěži Inovační firma Moravskoslezského kraje získala společnost LumiTRIX s.r.o. to nejvyšší ocenění. Druhé místo v kategorii malý a střední podnik získala společnost Borcad cz s. r. o., a to za unikátní konstrukci sedadla „GENIO“, které nabízí daleko vyšší komfort i pro cestující v regionální dopravě. Na třetí příčce se v kategorii malý a střední podnik umístila společnost ELVAC a.s., a to za inovativní kartu, která zastává spoustu nezbytných funkcí v energetice včetně řízení a ochrany. Díky této inovativní kartě se dají změřit proudy napětí a vyhodnocovat veškeré poruchy na vysokonapěťových vedeních. I letos se do losování mohla zapojit veřejnost a zvolit si tak „svou“ inovační firmu.

Vítězem v této kategorii se stala společnost Borcad cz s.r.o.



*Cenu za kontinuální rozvoj výzkumných aktivit v oblasti technologií vývoje nových materiálů a jejich zpracování přebíral z rukou Ing. Andrey Šimonikové z Centra podpory inovací prof. Ing. Karel Matocha, CSc. jednatel společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o.*

Díky této soutěži poznáváme stále nové firmy, a i přesto, že se do třetího ročníku soutěže přihlásilo „jen“ 20 projektů, kvalita projektů rozhodně neklesá. Pořád zjišťujeme, že v našem kraji je řada inovačních firem s originálními a světovými produkty,“ dodala k soutěži ředitelka ARR Petra Chovanioková.

„Třetí ročník soutěže přinesl další změnu, a tou byla možnost nominace firem. Obchodní partneři, přátelé či známí mohli sami nominovat firmu, kterou dobře znají a považují ji za inovativní. Již teď mohu potvrdit, že i čtvrtý ročník soutěže bude něčím ojedinělý“, dodal náměstek hejtmana Moravskoslezského kraje Martin Sikora.



*Prof. Ing. Karel Matocha, CSc. informuje o kontinuálním rozvoji výzkumných aktivit v oblasti technologií vývoje nových materiálů a jejich zpracování.*

*Foto: Jiří Zerzoň*

## Hodnocení vysokých škol

V měsíci říjnu 2015 proběhla v různých českých periodikách (zásadní informace však podávaly Lidové noviny) informace o hodnocení vysokých škol univerzitního typu v mezinárodním měřítku. Autoři článků i komentátoři, kteří na prvotní informace reagovali svými vlastními rozborů a úvahami, nešetřili zaslouženou chválou, byť někde v podtextu oněch článků poněkud vyznívalo jisté překvapení nad poměrně úspěšným umístěním českých vysokých škol.

O co šlo? Přední britský časopis v oboru vzdělávání Times Higher Education (THE), jenž je spolu s tzv. šanghajským žebříčkem nebo QS Rankings jeden ze světově nejuznávanějších zdrojů pro hodnocení vysokých škol, zveřejnil dne 1.10.2015 posloupnost úspěšnosti vysokých škol ve světě. Jako kritérium úspěšnosti si THE zvolil systém (kvalitu) výuky, mezinárodní povahu instituce, spolupráci s praxí, úroveň výzkumu a citovanost publikací.

Po hodnocení podle uvedených kritérií se v první dvacíce vysokých škol umístili tradiční matadoři:

1. California Institute of Technology (USA)
2. University of Oxford (Velká Británie)
3. Stanford University (USA)
4. University of Cambridge (Velká Británie)
5. Massachusetts Institute of Technology (USA)
6. Harvard University (USA)
7. Princeton University (USA)
8. Imperial College London (Velká Británie)
9. ETH Curych (Švýcarsko)
10. University of Chicago (USA)
11. Johns Hopkins University (USA)
12. Yale University (USA)
13. University of California, Berkeley (USA)
14. University College London (Velká Británie)
15. Columbia University (USA)
16. University of California, Los Angeles (USA)
17. University of Pennsylvania (USA)
18. Cornell University (USA)
19. University of Toronto (Kanada)
20. Duke University (USA)

České vysoké školy se umístily ve 4. až 8. stovce, kde již nebylo prováděno individuální pořadí vysokých škol, protože jednotlivá pořadí žebříček uvádí jen do

200. místa. Jen ještě 4. stovka byla rozdělena na pořadí 301 až 350 a 351 až 400. Pořadí českých vysokých škol v hodnocení THE vychází takto:

301. – 350. Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava
401. – 500. Univerzita Karlova  
Vysoké učení technické v Brně
501. – 600. České vysoké učení technické v Praze  
Masarykova univerzita v Brně  
Univerzita Palackého v Olomouci
601. – 800. Vysoká škola chemicko-technologická v Praze  
Univerzita Pardubice  
Západočeská univerzita v Plzni

V případě českých univerzit hodnocení THE přesvědčivě ukázalo na přednosti vysokých škol s plně nebo částečně technickým zaměřením, které se v počtu 9 škol dostaly mezi prvních 800 hodnocených institucí. Vysoké školy báňské – Technické univerzity Ostrava navíc pomohlo vybudování a zprovoznění střediska superpočítače IT4 Innovations. Svou pozitivní úlohu sehrálo výzkumně-vývojové a inovační propojení na průmysl, což ostatně beze zbytku platí i o ostatních technických vysokých školách hodnocených v prvních 800 místech žebříčku.

Přes úspěch, kdy se v hodnocených vysokých školách objevuje 9 českých univerzit, nelze pominout to, že řada evropských vysokých škol se dostala na přednější místa před české vysoké školy. Přitom se některé z nich nemohou svou historií a tradicí rovnat nejstarším českým vysokým školám. Ale hodnocení THE se provádí podle výsledků, nikoliv podle minulosti. V reakcích rektorů vysokých škol a úvahách autorů o výsledcích hodnocení, jak je publikovaly Lidové noviny, je potěšitelné, že vysoké školy si uvědomují svůj úspěch i své rezervy.

A ještě jeden postřeh z novinových článků: vesměs hovoří o překvapení v příznivém hodnocení českých vysokých škol. Nedá se však říci, že by to pro akademickou sféru bylo překvapení – leda pro politiky a lidi mimo dosah praxe. Autor tohoto článku se domnívá, že vysoké školy vědí, jak aktualizovat svou výukovou náplň včetně zaměření řešených výzkumných projektů tak, aby ve spojení s podněty z průmyslové praxe obojí sledovalo praktické trendy a vytvářelo podmínky pro výukový i výzkumný předstih před implementací technických novinek ve stěžejních oborech. Vysoké školy tedy vědí, co potřebuje praxe a jak zaměřit své aktivity. Lze si jen povzdechnout a vyjádřit naději, že si tohoto úspěchu všimne také Rada vlády ČR pro výzkum, vývoj a inovace, která určuje kritéria pro zařazení odborných časopisů mezi bodovaná periodika. Dosud jsou totiž publikace v technických, inženýrských a jiných

dotčených časopisech ze seznamu neimpaktovaných recenzovaných periodik hodnoceny nulovým počtem bodů, což má negativní vliv na zakládání a financování dalších vývojových a výzkumných programů v řešitelských pracovištích. Tento stav trvá i poté, co odborná periodika, mezi nimi i Hutnické listy, žádaly předsedu Rady vlády ČR pro výzkum, vývoj a inovace a místopředsedu vlády ČR MVDr. Pavla Bělobrádka, Ph.D., MPA o revizi bodového hodnocení výsledků řešení ve výzkumných projektech, tj. o revizi tohoto seznamu periodik s cílem zařadit do bodového hodnocení publikace v odborných časopisech s technickým

zaměřením. (Zpráva o tom uvedena v Hutnických listech, roč. 67, 2014, č. 3, s. 133-134.) I přes vyjádření předsedy Pavla Bělobrádka, který si uvědomuje popsanou situaci (rozhovor publikovaný v Moravskoslezském deníku, 7.7.2014, s. 11-12) se v bodovém hodnocení publikací v technických, inženýrských a dalších dotčených odborných časopisech, čili i postavení a možnosti využívání těchto časopisů pro bodované publikace výsledků řešení ve výzkumných projektech, dosud nezměnila.

red.

---

## Ocelářský byznys v Austrálii a na Novém Zélandu vystaven zkoušce

*Stahl Aktuell*

25.08.2015

Výrazně klesající ceny oceli nutí australského výrobce oceli BlueScope Steel Ltd k tomu, vystavit svůj ocelářský byznys v Austrálii a na Novém Zélandu zkoušce. Přitom není vyloučeno, že se v obou těchto zemích ocelárny natrvalo uzavřou. BlueScope Steel Ltd je největší výrobce oceli v Austrálii. Investorům bude nejspíše v listopadu sděleno, k jakému výsledku se dospělo. Významné přebytkové kapacity na světovém trhu vedly k tomu, že cena čínské oceli, válcované za tepla, na spotovém trhu klesla za poslední rok o téměř 40 %. Příliv čínských vývozu významně ztěžuje život producentům oceli v Austrálii, na Novém Zélandu a v Japonsku. BlueScope Steel chce roční náklady v Austrálii snížit do roku 2017 o více než 200 milionů australských dolarů. U přijímaných opatření bude zkoumáno všechno, od obstarávání železné rudy až po vlastnictví pozemků.

## Těžařské koncerny zoufale hledají nové obrátivé zdroje

*Stahl Aktuell*

28.08.2015

Ve světle klesajících cen surovin sázejí těžařské koncerny ve své snaze najít nové obrátivé zdroje nově i na aktivity, které doposud platily jako ukázka malých marží. Tak například Rio Tinto poprvé zpracovává měděnou rudu jiných těžařů. Největší světový producent železné rudy Vale nejnověji míchá minerály podle přání zákazníka. A producent uhlí v USA Murray Energy založil v červnu vlastní obchodní divizi. Dá se říci, že dnes každý bojuje o přežití. Je to také znamení toho, že ceny surovin zřejmě zůstanou ještě dlouho velmi nízko. Nejhorší jsou na tom ty podniky, které v dobách vysokých cen surovin koupily nové doly na dluh. Cena železné rudy v tomto roce klesla o 22 %, nikl klesl o 31 % a uhlí (podle druhu) minimálně o 10 %. Po celé roky přenechávaly těžařské koncerny další zpracování a obchod s rudami mezinárodním obchodníkům, jako je Glencore a Trafigura Beheer. To se právě mění. Tato strategie ale přináší mnohá rizika a ziskový potenciál je zde poměrně malý. Minulý rok na podzim otevřel koncern Vale za 1,4 miliardy dolarů mísicí zařízení v Malajsii, aby mohl lépe obsloužit své asijské zákazníky. Ti platí za míchanou rudu příplatek 3 dolary za tunu k referenční ceně.

## Nová studie RWI – „Německý ocelářský průmysl zajišťuje konkurenční schopnost ekonomiky“

*Stahl Aktuell*

18.09.2015

Ocelářský průmysl je významný faktor celkového úspěchu německého hospodářství. Žádný jiný sektor průmyslu není tak úzce spojen s klíčovými odvětvími jako automobilní nebo strojírenský průmysl, jak tvrdí nová studie Rýnsko-Vestfálského institutu pro výzkum hospodářství (RWI). Vedoucí exportní sektory, jako je automobilní průmysl, strojírenství a elektrotechnický průmysl používají v podstatné míře ocel jako výchozí polotovary. Německé vývozy sestávají z 16,5 % přímo nebo nepřímo z oceli a z ní vyrobených kovových výrobků. Jedno pracovní místo v ocelářském průmyslu zajišťuje z hlediska celého německého hospodářství dalších 6,5 zaměstnanců. O jedno euro zvýšená hodnota výrobku ocelářského průmyslu zvyšuje hodnotu výroby z hlediska celého hospodářství o 3,1 €.

# Ze spolkového života a odborných akcí

## Oceláři v pérovně

Mezi důležité a rovněž i vyhledávané aktivity členů České hutnické společnosti (ČHS), ve všech jejích odborných skupinách, patří tématické zájezdy. Dne 17. 9. 2015 členové odborné skupiny Výroba oceli ČHS navštívili výrobní provozy Hanáckých železáren a péroven, a.s. v Prostějově (HŽP). Pro oceláře je zajímavé a taky velmi důležité vědět, k jakému výrobku se používá třinecká ocel a jak se tato ocel dále zpracovává. Na úvod nás uvítal generální ředitel a předseda představenstva Petr Vaněk, který představil nejdůležitější údaje závodu z historie i současnosti. HŽP jsou výrobcem tlačných šroubových (vinutých) ocelových pružin, které se vyrábějí tvářením za tepla. Pružiny jsou zušlechťeny a dále zpracovány tak, aby bylo dosaženo optimálního poměru pevnosti a houževnatosti materiálu, zaručujícího vysokou provozní tvarovou stálost a životnost. Při výrobě je použito nejmodernějších technologií zpracování povrchu k zajištění vysoké únavové životnosti. Technologie tvářením za tepla umožňuje vyrábět a dodávat pružiny v širokém rozmezí rozměrů, mechanických vlastností, přesností a konstrukčního provedení.

Kromě vinutých pružin HŽP vyrábějí tzv. parabolické pružiny vyráběné z páskové oceli a skládáním

jednotlivých listů do svazku. Charakteristickým znakem těchto pružin je variabilní tloušťka jednotlivých listů po délce. Jejich přednostní vlastností je dosažení konstantní tuhosti po délce pružiny, tj. od středu směrem k oběma okrajům. Dále HŽP vyrábějí mezi jinými produkty torzní tyče pro automobily nebo vinuté páskové pružiny pro železniční vagony.

Během návštěvy provozu jsme mohli na vlastní oči vidět celý výrobní proces, výrobu trapézových listových pružin, šroubových pružin a parabolických pružin, tepelné zpracování, zkoušení a povrchovou úpravu. Výrobky HŽP jsou určeny hlavně pro automobilový a železniční průmysl. Po návštěvě provozu jsme se v doprovodu rodinných příslušníků přesunuli na relaxační pobyt v maďarských lázních.

Chci touto cestou poděkovat panu řediteli Petru Vaňkovi, paní Jarmile Svobodníkové z personálního oddělení a průvodcům provozem za vřelé přivítání, věnovaný čas, odborný výklad i za občerstvení, které bylo vzorně připraveno.

*Ing. Jiří Cupek  
předseda OS Výroba oceli ČHS*



## Aluminium a neželezné kovy 2015

V dňoch 20. – 23.10.2015 sa konala 9. medzinárodná konferencia „Aluminium a neželezné kovy 2015“ v hotelu Skalský dvůr, Bystřice nad Pernštejnem.

Hlavným organizátorom konferencie bola Fakulta výrobných technológií a managementu UJEP v Ústí nad Labem. Spoluorganizátori boli: Constellium Extrusions Děčín, s.r.o., Olympus Czech Group, s.r.o. člen koncernu, Ústav kovových materiálov a korozného inžinýrství VŠCHT, Praha, Fakulta strojná, TU v Liberci.

Konferencia sa konala v krásnom prostredí a účastníkom konferencie prišlo i počasie, čo mnohí využili na krátke prechádzky do blízkeho okolia.



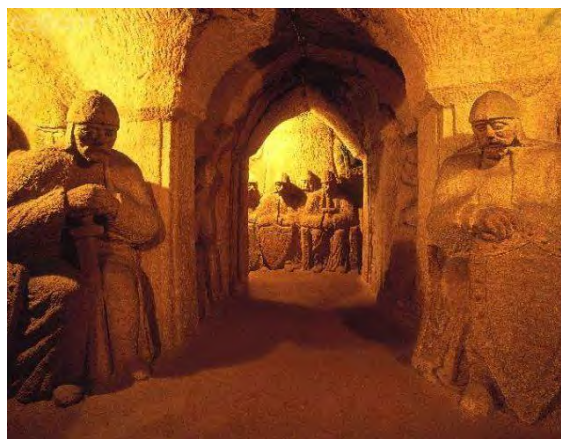
*Hotel Skalský dvůr – miesto usporiadania konferencie*

Konferenciu otvoril príhovorom k 114 účastníkom dekan fakulty Výrobných technológií a managementu UJEP v Ústí nad Labem doc. Ing. Štefan Michna, PhD.

Prvý deň bolo prezentovaných 22 prednášok. Medzi prednášateľmi boli i zástupcovia firiem so zaujímavými príspevkami. Pán Mack zástupca firmy Carl Zeiss, s.r.o. mal prednášku na tému „Novinky od Carl Zeiss pro průmyslovou mikroskopii“ a pán Jiřikovský, zástupca firmy Olympus Czech Group s.r.o., prednášal o „Nové možnosti v 3D mikroskopii“. Po obede bol naplánovaný výlet na Státní zámek Kunštát a do Jeskyně Blanických rytířů, čo takmer všetci prítomní s radosťou absolvovali a záverom konštatovali, že Blanický rytíři sa ešte neprebudili.



*Státní zámek Kunštát – miesto spoločenskej časti konferencie*



*Jeskyně Blanických rytířů – ďalší miesto spoločenskej časti konferencie*

Druhý deň bolo prezentovaných 34 prednášok. Zaujímavý príspevok zo sekcie firemných prednášok bola prednáška pána Ševčíka „Nové trendy ve spektrometrii“ BAS Roudnice s.r.o. Pripravnou komisiou konferencie boli hodnotení prednášatelia, ktorí sú v doktorandskom štúdiu. Komisia určila nasledovné poradie na prvých troch miestach.

1. Ing. Ivo Marek, VŠCHT, Praha.
2. Ing. Martin Švec, VŠCHT, Praha.
3. Ing. Mária Pápežova, TU Žilina.

Záver konferencie bol ukončený spoločným večerom s rautom spojeným s odovzdávaním cien za:

- najlepšiu prezentáciu prednášky poslucháčmi v doktorandskom štúdiu,
- najlepšiu fotografiu štruktúr kovových materiálov.

Ceny odovzdal dekan fakulty Výrobných technológií a managementu UJEP v Ústí nad Labem doc. Ing. Štefan Michna, PhD. Súčasne poďakoval všetkým účastníkom za ich aktívny prístup ku konferencii. Poďakoval všetkým organizátorom konferencie, pričom zvlášť vyzdvihol prácu a ocenil: doc. Ing. Natašu Náprstkovú, PhD. a Ing. Jaroslavu Svobodovú, PhD.

Počas trvania celej konferencie bola veľmi dobrá spoločenská atmosféra na diskusie a nadviazanie nových kontaktov, k čomu prispel i záverečný raut s kultúrnou vložkou v podobe klasickej komornej hudby a bohaté občerstvenie formou švédskych stolov.

*prof. Ing. Ivan Lukáč, PhD.*

# Historie hutnictví

## Konec výroby oceli v ocelárně Vítkovice Steel, a.s., Ostrava

*Ing. František Hromek, Ostrava*

Dne 28. září tohoto roku jsem se zúčastnil poslední tavby na konvertoru OXYVIT společnosti Vítkovice Steel. Bylo to na den přesně po 36 letech od zahájení provozu prvního konvertoru a po 40 letech od zahájení výzkumného úkolu této technologie v roce 1975. Byl jsem jediným pamětníkem těchto událostí. S ocelárnou jsem spojil převážnou část svého technického života. V letech 1962 – 1968 jsem byl jejím vedoucím, potom 21 let oborovým inženýrem pro stroje a zařízení oceláren, od roku 1990 generálním ředitelem státního podniku VÍTKOVICE a od roku 1992 do roku 1993 předsedou představenstva akciové společnosti VÍTKOVICE. Cítím proto povinnost připomenout hlavně mladé generaci inženýrů a techniků některé události, které se osudově zapsaly do stoleté historie této ocelárny.

### Výstavba Nové ocelárny

Rozhodnutím Vítkovického horního a hutního těžiřstva (VHHT), který byl ve vlastnictví Rothschildů a Gutmannů, byla přenesena výroba oceli a její válcování z dnešní Dolní oblasti podniku do nového závodu v katastru obce Hulváky. První odpich oceli na martinšské peci proběhl v roce 1913. Nezvykle rychle probíhala výstavba ocelárny a válcoven. Velmi široký sortiment válcoven vyžadoval odpovídající kvalitu vyráběné oceli. Majitelé železáren se rozhodli zavést kombinaci výroby oceli na stacionárních martinšských pecích s vysokým podílem ocelového šrotu a zpracováním tekutého fosforatého surového železa na dvou sklopných pecích 140 t typu Welmann a čtyřech pecích 250 t typu Talbot, které pracovaly se 100tunovým zbytkem po odpichu oceli. Ocel se odlévala do dvou 70tunových pánví. Tato technologie výroby umožňovala významné odfosfoření želez vyráběných z levných švédských fosforatých rud na vysokých pecích Žofínské huti. Vedlejším výrobním produktem byla kalciumfosfátová struska mletá na Thomasovu moučku, velmi požadovanou jako hnojivo v zemědělství a lesnictví. Ocelárna v té době patřila k největším a nejmodernějším ve střední Evropě.

Rozrůstající se město Ostrava bylo provozem železáren zatěžováno nadměrnými emisemi plynů a prachu. Představenstvo města se proto dohodlo v roce 1936 s vedením společnosti na přenesení hutní výroby a koksoven do oblasti Kunčic – tzv. projekt Südbau. Výstavba některých provozů (strojírna, válcovna trubek) byla zahájena těsně před dramatickými událostmi let

1938 a 1939, kdy došlo k vyhlášení samostatnosti Slovenska, odtržení Sudet a vzniku Protektorátu Čechy a Morava. Majitelé VHHT převedli akcie na britskou pojišťovnu v Londýně, čímž zabránili propadnutí židovského majetku Velkoněmecké říši. Německá správa majetku byla provázána jeho drancováním až do roku 1945 a výroba byla orientována výhradně na vojenský program.

### Poválečné období

Poválečné období vyžadovalo obnovu zničené infrastruktury, a proto nebylo možné uvažovat o rušení hutní výroby v Ostravě-Vítkovicích. Navíc po změně politického režimu v roce 1948 se rozvoj hutnictví v celé Československé republice podřídil heslu „dohnat a předejít“, kdy parametr vyrobené tuny oceli na hlavu se stal hlavním kritériem možného vítězství socialismu nad kapitalismem. Byli jsme svědky šílených rozhodnutí ÚV KSČ. Bylo rozhodnuto o výstavbě Hutního kombinátu Košice. Jeho výstavba byla situována na nejméně příhodnější půdě východoslovenské nížiny. Na rozestavení objektů jednotlivých provozů byly vynaloženy značné investiční prostředky, které v rámci přerozdělování byly odebrány ostatním hutním podnikům – a poté celý projekt zkrachoval. Pokračovala dostavba NHKG, n.p. Při výstavbě obou hutních podniků došlo k řadě projekčních pochybení, což si pak v realizaci dalších etap vyžádalo nadměrné náklady. V rámci centrálního přerozdělování finančních prostředků na investice to znamenalo fatální krach ekonomické samostatnosti národních podniků, a to nejen v hutním průmyslu, ale v celém národním hospodářství. Vznikem RVHP byla centralizace dokončena a o dalším rozvoji odvětví se rozhodovalo bez zásadního vlivu výkonných pracovníků jednotlivých podniků.

V roce 1962 byla zastavena výstavba kyslíkové konvertorové ocelárny ve VŽKG, n.p. Tvzení, že obyvatelé přilehlých sídlišť mají strach ze zvýšené prašnosti bylo licoměrné a lživé, neboť účinnost venturiho plynočistření zajišťuje obsah prachu ve spalínách pod  $50 \mu\text{g}\cdot\text{Nm}^{-3}$ , což je stonásobně méně než při provozu nístějových pecí. Šrotovací protokol na více než 350 mil. Kč jsem podepsal při nástupu do Nové ocelárny jako její vedoucí. Do VSŽ Košice, jejíž výstavba probíhala na nově zabrané zemědělské půdě,

byla převezena zařízení kyslíkárny a plynočistiřny určené původně pro výstavbu v Nové ocelárně.

Dalším příkladem nehospodárnosti je výstavba elektroocelárny Poldi-Dříň, která byla vynucena rozhodnutím Varšavské smlouvy o výrobě ložiskových ocelí pro zbrojní průmysl. Byly vybudovány dvě prototypové EOP podle projektu Sovětského Svazu, vertikální blokové kontilít v licenci fy Demag, vyrobené ve VŽKG a vakuovací zařízení DH. V roce 1980 vyrobeno 323 tis. t elektrooceli. Po r. 1990 byla ocelárna zrušena a hrubá válcovací trať pronajata TŽ.

## Výstavba tandemových pecí

V r. 1964 bylo rozhodnuto nahradit staré plechotratě novou válcovnou tlustých plechů kvarto 3,5 s kapacitou 500 kt/r. Podmínkou bylo zvýšení výroby v ocelárně na cca 1,5 mil.t/r bez nároků na investiční prostředky. Od počátku tohoto řešení bylo jasné, že bez intenzifikace ocelářského pochodu kyslíkem není úkol splnitelný. Byly prostudovány varianty kyslíkových pochodů a vybrána technologie výroby oceli ve dvounístějových – tandemových pecích, která byla s úspěchem provozována v ocelárně ISCOR Pretorie (Jihoafrická republika). Pro ověření technologických principů jsme při rekonstrukci pece Welmann 140 t provedli její přestavbu na dvounístějovou, tandemovou pec (TM pec). Zkušební tavba bez plynočistiřny dopadla katastrofálně a před dalšími zkušebními tavbami musela být vybudována mokrá venturiho čistička plynů. Jakost vyrobených ingotů ze zkušebních taveb byla vyhovující, a proto bylo rozhodnuto o zakoupení dokumentace prostřednictvím švýcarské společnosti MAERZ OFFENBAU Zürich, neboť přímý kontakt s firmou ISCOR nebyl možný kvůli zákazu hospodářských styků dle rezoluce OSN. Ke zkušebním tavbám jsem pozval kolegy z ocelárny NHKG, kteří se poté rozhodli přistoupit k přestavbě svých sklopných pecí 400 t na tandemové pece 2 × 200 t.

První TM pec 2 × 70 t byla vybudována na místě zrušené talbotovy pece č. 6 v roce 1966. Uvádění do provozu bylo provázeno řadou potíží konstrukčního charakteru. To se podařilo vyřešit. Nedostatkem byl však značný únik hnědočervených dýmů při sázení šrotu do jedné z nístějí při současném dmýchání kyslíku do lázně surového železa v druhé nístěji. Zavedení velkoobjemového sázecího koryta nebylo vzhledem k dispozičnímu řešení přísunu šrotu možné. Znečišťování nejbližšího okolí ocelárny červeným dýmem vyvolalo negativní odezvu u obyvatel přilehlého sídliště. Požádal jsem dopisem technického náměstka podniku, aby proto byla zvážena nutnost rozšíření výroby budováním dalších dvou TM pecí. Probíhající výstavba válcovny kvarto 3,5 a striktní požadavek na zajištění vlastní oceli byl pro vedení podniku prioritní. Srpnové události r. 1968 a mé odmítnutí vstupu vojsk Varšavské smlouvy do Československé republiky vedlo k mému odvolání z funkce vedoucího ocelárny. V rychlém sledu byly pak vybu-

vány další dvě TM pece a výrobní kapacita ocelárny vzrostla na 1,6 mil.t/r. To pokrývalo požadavky válcoven včetně nové válcovny kvarto 3,5.

Tato výrobní skladba pokračovala až do roku 1981, a to bez ohledu na opakující se protesty obyvatel na znečišťování životního prostředí. Mlčení zodpovědných orgánů hygieny, městského a krajského úřadu bylo charakteristické pro toto normalizační období.

## Vývoj technologie výroby oceli OXYVIT

Vedení podniku si bylo vědomo, že takový stav překračování hygienických norem při výrobě TM oceli není trvale udržitelný. Výstavba ocelárny s kyslíkovými konvertory z investičních prostředků byla nereálná. Podnikový ředitel Ing. Rudolf Peška při vzniku VHI VÍTKOVICE dal příslib, že o takovou investici nepožádá.

Společně s prof. Ing. Theodorem Myslivcem, DrSc., vedoucím metalurgického výzkumu VÚM Vítkovice jsme vedení podniku doporučili ověřit možnost výroby oceli v kyslíkovém konvertoru s dmýcháním kyslíku speciálními tryskami s obalovým plynem na uhlovodíkové bázi (zemní plyn, propan, butan ap.), kdy vnitřním trubkou trysky se do lázně dmýchá čistý kyslík s prachovým vápnem a vnějším mezikružím, vytvořeném vnější trubkou trysky, proudil do lázně pod tlakem obalový plyn. Na styčné ploše kyslíku s obalovým plynem za ústím trysky docházelo k jeho disociaci na radikály  $CH_2^-$  a přitom se okolní vyzdívka dostatečně ochlazovala. Tento proces výroby byl již realizován v ocelárně Maxmilianshütte GmbH, Sulzbach-Rosenberg pod názvem OBM a v USA v Pensylvánii pod názvem Q-BOP. Ve výzkumném ústavu byl proveden pokus na malém konvertoru o hmotnosti tavby 800 kg, upraveném ze staré slévárenské pánve. Od roku 1974 pak v několika etapách pokračoval podnikový, oborový a nakonec státní výzkumný úkol, jehož dobré výsledky vedly k rozhodnutí vybudovat provozní pokusný konvertor OXYVIT 70 t v mísičové hale ocelárny, a prokázat tak oprávněnost přestavby této ocelárny na výlučně konvertorový proces. Podrobný popis průběhu tohoto náročného výzkumu přesahuje možnosti tohoto příspěvku a byl popsán v mém příspěvku ke stému výročí Nové ocelárny [1]. Řešení tak rozsáhlého výzkumného úkolu s realizačním výstupem provozuschopného konvertoru bylo důkazem výtečných schopností řady inženýrsko-technických pracovníků a provozních zaměstnanců, což se prokázalo i při realizaci výstavby dalšího konvertoru, zařízení pro plynulé odlévání bram nebo integrovaného pracoviště pánevní metalurgie ISSM. Výsledkem úsilí celého týmu bylo vybudování moderní ocelárny na evropské úrovni. Špičková kvalita vyráběné oceli a ekologicky přijatelná úroveň podkračující limity emisí pod ČSN, platné v době řešení úkolu, byla hodnocena v oponentních posudcích zástupců NHKG a VSŽ Košice na závěrečném oponentním řízení státního výzkumného úkolu. Čekání s výstavbou druhého kon-

vertoru OXYVIT téměř deset let svědčí o neschopnosti státních orgánů a nedostatečném tlaku i ze strany vedení podniku a vedení města při prosazení změny výrobní technologie náhradou za dosavadní výrobní proces s nedostatečnou ochranou životního prostředí.

## Vývoj po roce 1990

Polistopadové politické změny se promítaly postupně do celé společnosti. Noví prominenti na ministerstvech, krajských i městských úřadech najednou nacházeli krkolomná řešení i na ty nejsložitější problémy. Postihlo to i hutnictví. Již v polovině roku 1990 čelilo vedení podniku návrhu federálního ministra Ing. Stračára na zrušení hutní výroby, což by znamenalo de facto bankrot podniku, neboť 65 % finančních zdrojů realizoval prodej hutní produkce. Rozhodnutí o změně státních podniků na akciové společnosti formou kuponové privatizace bylo ukvapené, provedené pod nátlakem ministra financí Ing. Klause a za podpory OF. Nemohla být provedena řádná inventura majetku a jeho odborné ocenění a nebylo možné vyčlenit nepotřebné zásoby, objekty a především ztráty ze zahraničních zakázek (například zrušená dodávka širokopásové válcovny pro Novolipeck v hodnotě kolem 1 mld. Kč, která byla již ve značně rozpracované fázi) do zbytkového státního podniku (lze doložit v dokumentech z té doby). Tyto nedostatky od samého počátku vytvářely neřešitelné problémy ve financování investiční akce – dostavba konvertorové ocelárny. Rozkolísaný bankovní sektor, především Investiční banka, nebyl ochoten poskytnout úvěry za přijatelných podmínek. Po rozpadu státu se podmínky ještě zhoršovaly. Místo řádného financování se vžil pojem vzájemných zápočtů závazků a pohledávek. To už byl kocourkov, který neměl s chodem akciových společností co dělat. Dalším dobrodružstvím byla manažerská privatizace. Nad převedením kompetencí za chod akciové společnosti na osoby, které nemohou poskytnout žádné finanční záruky, respektive být

zodpovědné za svá špatná rozhodnutí, již zůstává rozum stát a dodnes se za to nikdo ani neomluvil, ba dokonce lze sledovat zjevnou absenci hledat viníky. Nastalá situace také vedla během několika let ke stavu srovnatelnému s bankrotem. Vláda poté rozhodla o prodeji Nové huti a hutní části VÍTKOVIC zahraničním společností. Ocelárna již nemohla nebýt postižena těmito událostmi hůře. Závislost na cizích dodávkách tekutého surového železa byla počátkem konce, který nastal v září roku 2015.

## Závěr

Zastavení výroby ocelárny je zřejmě nevratným krokem společnosti VÍTKOVICE STEEL. Při nadbytečných výrobních kapacitách v Evropě v odhadované výši 150 – 200 mil.t/r a pokračujícím čínským šilenstvím v touze dosáhnout roční produkce oceli 1 mld. t/r, je nepravděpodobné nalezení přijatelného řešení. Dle mého názoru čeká podobný osud v několika příštích letech i další ocelárny. Pokud protlačí EU emisní povolenky na CO<sub>2</sub> v uvažované výši na kterou upozorňuje [2], může to znamenat exodus ocelárenství mimo Evropu. Zahraniční majitelé českých oceláren budou určitě mezi prvními. Prognózuje se, že ocelárny obstojí pouze u velkých řek a poblíže velkých mořských přístavů. To zřejmě platí i pro ocelárny na našem území. Berme proto konec výroby ve vítkovické Nové ocelárně po 102 letech jako přirozený důsledek chybných rozhodnutí v uplynulých letech a jako podnět k transformaci celého českého hutnictví.

## Literatura

- [1] HROMEK, F. Sto let výroby v Nové ocelárně ve Vítkovicích (EVRAZ VÍTKOVICE STEEL). *Hutnické listy*, 66 (2013). 73-78. ISSN 0018-8069.
- [2] TOMAN, Z. Seminář Predikce ocelářského průmyslu do roku 2020. *Hutnické listy*, 68 (2015) 3, 39-40. ISSN 0018-8069.

## Starost o ocelářský průmysl: Severní Porýní-Vestfálsko plánuje vrcholovou schůzku

*Westdeutsche Allgemeine*

17.09.2015

Kvůli starostem o budoucnost ocelářského průmyslu na Rýně a v Porúří svolala zemská vláda Severního Porýní-Vestfálska vrcholnou schůzku. Důvodem jsou evropské plány na obchod s certifikáty na kysličník uhličitý. Zemský ministr hospodářství Garrelt Duin prohlásil, že návrhy EK na budoucí uspořádání obchodu s emisními právy vzal na vědomí s obavami. Vrcholná ocelářská schůzka by se měla konat už příští týden v Düsseldorfu. Hans Jürgen Kerkhoff, prezident Hospodářského sdružení Ocel (WV Stahl) bije kvůli těmto plánům na poplach: „Plánované zpřísnění evropského emisního obchodu je pro ocelářský průmysl existenční problém“. Porúří bude při uskutečnění plánů EK obzvláště silně postiženo. Duisburg je největší evropský ocelářský region. Celkově znamená ocelářský průmysl v SRN 87 000 pracovních míst, 47 600 z toho v Severním Porýní-Vestfálsku. Podle studie institutu RWI v Essenu závisí v Německu přímo nebo nepřímo na oceli dokonce 3,5 milionu pracovních míst.

# Společenská kronika

## Za profesorem Miroslavem Kaločem

Dne 30. října 2015 zastihla pracovníky Vysoké školy báňské – Technické univerzity v Ostravě a také koksárenskou veřejnost zpráva o úmrtí prof. Ing. Miroslava Kaloče, CSc., který zemřel krátce před svými 79. narozeninami. Z kolektivu významných vědecko-pedagogických a koksárenských odborníků tak odešla osobnost, která zosobňovala tuto profesi svými širokými znalostmi hutnických oborů, ale především speciální orientací na koksárensko-chemické procesy, vlastnosti uhlí a koksu, zpracování černouhelné dehtu, vývoj uhlíkatých materiálů, sorbenty a zpracování odpadů.



Profesor Kaloč se narodil 1. 11. 1936 v průmyslové Ostravě. Zde také vyrůstal a prožil celý svůj život. Průmyslový ráz města s jeho neustále se rozvíjejícím těžkým průmyslem, hlavně těžebními, hutními, strojírenskými a chemickými závody, spolu s nárůstem obyvatelstva, změnou jeho sociální struktury se vzrůstajícím podílem a vlivem dělnictva, mu vtiskl osobní celoživotní postoj k sociálně spravedlivému řešení problémů společnosti aktivním působením v politickém dění.

Po absolvování středoškolského vzdělání profesor Kaloč studoval v letech 1954 – 1959 Vysokou školu báňskou v Ostravě, kde působil jako asistent a později odborný asistent oboru hutnictví těžkých kovů až do roku 1973. V roce 1966 za disertační práci „Problémy karbonizace smoly“ získal titul CSc. V roce 1971 obhájil habilitaci za práci „Koroze zdiva koksárenských smolných baterií“. Jmenován a ustanoven docentem byl v roce 1973 a v roce 1988 profesorem pro obor koksárenství. V letech 1982 až 1989 vedl Katedru železářství a koksárenství. Posléze do roku 2004 přednášel na Katedře metalurgie a Ústavu chemie a technologie paliv VŠB-TU Ostrava. Významnou měrou se také podílel jako školitel postgraduálního studia na úspěšné výuce mnoha českých i zahraničních doktorandů.

Profesor Kaloč dlouhodobě spolupracoval s českými koksárenskými závody, projekčními organizacemi a výzkumnými institucemi při řešení jejich technologických problémů a v posledních letech také při řešení důležitých grantových projektů. Aktivně působil v renomovaných tuzemských i zahraničních odborných společnostech: viceprezident České koksárenské společnosti, člen České společnosti pro uhlíkaté materiály, České společnosti pro nové materiály, člen Německé koksáren-

ské společnosti VDKF, člen redakční rady časopisu Paliva.

Výzkumná a pedagogická činnost Miroslava Kaloče byla velmi rozsáhlá, což mu umožňovaly komplexní znalosti hlavních uhelno-koksárenských procesů, ale i blízkých a souvisejících oborů. Profesory přednášky byly charakterizovány jeho osobními vlastnostmi: jasným hlasem, osobitou a bohatou slovní zásobou, zornoty a pohledem na život zorným úhlem přesvědčeného Ostraváka. Mezi studenty byl proto velmi oblíben a jeho

výzva k nim „poslouchejte mne bedlivě“ je památná.

Přednášel a spolupracoval rovněž v Německu na univerzitě ve Freibergu, v Čáchách, také v polském Krakově a v Košicích na Slovensku. Své zkušenosti předával odborné komunitě svou aktivní účastí na evropských i světových koksárenských kongresech. Neúnavná pracovitost profesora Kaloče je neocenitelná. Jeho rady, posudky a doporučení odborným pracovištím zabývajícím se hutnickými a karbonizačními procesy a chemií paliv dosud slouží provozní praxi a v těchto podnicích jsou plně využívány. Jeho publikační činnost je rovněž rozsáhlá: vydal 2 odborné knihy, 22 vysokoškolských skript, 157 vědecko-výzkumných zpráv. Přednesl 189 přednášek na odborných konferencích, z toho 78 v zahraničí.

Odchodem profesora Kaloče pozbyla VŠB – Technická univerzita Ostrava vědeckého i pedagogického reprezentanta generace, která v Ostravě vybudovala školu vysoké vědecké a odborné úrovně. České a evropské koksárenství tak ztratilo vynikajícího odborníka, který se dlouhodobě podílel na výchově a odborném růstu vedoucích pracovníků všech českých koksárenských závodů, z nichž většina byla jeho studenty. Odešel tak člověk velkého formátu, který se nebál otevřeně říkat své názory. Odešel velký a pracovitý kokař širokého rozhledu.

ZDAŘ BŮH!  
ČEST JEHO PAMÁTCE!

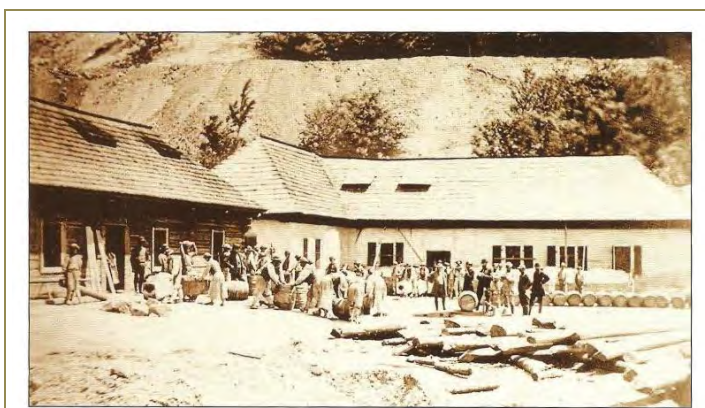
Ing. Vladislav Machek  
Ing. Jindřich Křištof  
Česká koksárenská společnost

# Historický seriál

## Výroba niklu a kobaltu na Slovensku

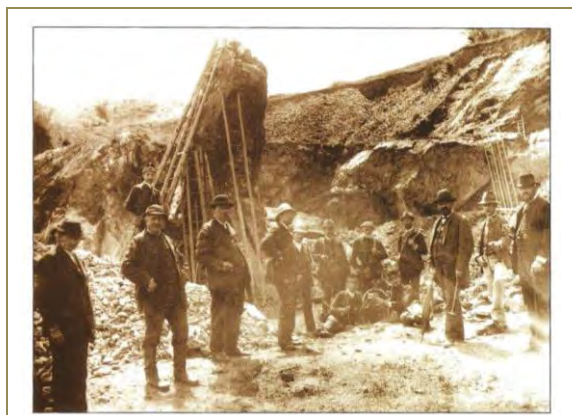
(Zaniknuté hutnícke technológie na Slovensku – 8. časť)

História výroby niklu a kobaltu na Slovensku nie je dlhá, pretože obidva kovy patria k najmladším priemyselne využívaným ťažkým neželeným kovom. Nikel objavil a izoloval A. F. Cronstedt v roku 1751 a kobalt G. F. Brandt v roku 1735. Ich názvy sú odvodené od mien zlých banských škriatkov, ktorí podľa šandinávskych a nemeckých legiend kazili tavenie medených rúd, čo samozrejme bolo spôsobené prítomnosťou niklových a kobaltových minerálov v medených rudách. Nikel v podobe zliatin však poznali už v starom Ríme a modré kobaltové farbivo používali už Egypťania a Peržania. Obidva kovy patria k nezameniteľným strategickým materiálom s aplikáciou pri výrobe špeciálnych žiarupevných a korozivzdorných ocelí, resp. superzliatin, v prípade kobaltu aj magnetických zliatin. Časť kobaltu sa stále spotrebúva pri výrobe modrého farbiva – šmolky. Nikel sa vyskytuje v sulfidických mineráloch (portlantid a železníkový pyrotín), ako aj v silikátových mineráloch (lateritické horčíkové a niklové silikáty s obsahom kobaltu). Preto obidva kovy majú zo všetkých kovov najširšiu možnosť technologických variant výroby od pyrometalurgických (koncentračné tavenie, konvertovanie, rafinácia) až po hydrometalurgické (kyselinové a amoniakálne postupy lúhovania spojené s elektrolyzou). Na



Obr. 1 Preberanie produkcie Ni-Co kamienka Angličanmi na Zembergu v Dobšinej v 60. rokoch 19. storočia

Slovensku poznáme dve historicky výrazne oddelené obdobia výroby niklu a kobaltu, resp. spracovania ich rúd. Prvé obdobie zahŕňa roky 1780 – 1897 a týka sa rudnej oblasti v Dobšinej a jej okolí. Zachovali sa viaceré písomné dokumenty, medzi ktoré patrí odborný posudok Ignáza von Borna z roku 1785, vtedy dvorného banského radcu vo Viedni, v ktorom hodnotí skúšky kobaltových rúd z Jarabej, vykonaných vo fabrike na modrú farbu v Gloknitz v Dolnom Rakúsku. Druhou listinou je oznámenie Banskej správy v Banskej Bystrici Hlavnému komorskogrófskemu úradu v Banskej Štiavnici z roku 1786 o dobývaní a sústreďovaní kobaltovej rudy z Mojžišovej pri Hronci v Hronských železiarniach.



Obr. 2 Zástupcovia firmy Evans and Askin z Anglicka pri povrchovej ťažbe v banskom poli Mária v Dobšinej v r. 1888

Ťažba a spracovanie sa začali na základe nálezov kobaltových rúd v železorudných a medenorudných ložiskách na Gugle a Steinbergu pri Dobšinej, ktoré v roku 1780 vykonal Johann Gottlieb Schön, pôvodnom Sas a ako jeden z prvých hľadačov kobaltových rúd. Spracovanie prebiehalo v Dobšinej a v erárnych hutách v Stratenej a Smolníckej Huti. Od roku 1827 sa produkcia v podobe pražených Ni-Co koncentrátov popripade pretaveného niklo-kobaltového sulfidického kamienka exportovala do Anglicka (obr. 1 a 2). Rozdružené rudy zo stúpačiek sa pražili na roštach a praženec sa tavil v šachtových peciach s prísadami.

Kamienok sa opakovane pražil až do obsahu 52 % Ni+Co. V roku 1830 bola ročná produkcia 1 720 viedenských centov (86 t) kamienka, čo predstavovalo 75 % z celej rakúskej a uhorskej produkcie. Predajná cena bola od 15 do 24 forintov za viedenský cent (56 kg). Najväčší rozmach dobšinskej ťažby a produkcie bol v rokoch 1860 – 1873, kedy sa v Nemecku začali raziť niklové mince. Dobšiná najmä vďaka kobaltu vtedy patrila k najbohatším mestám Uhorska s veľmi modernou a rozsiahlou infraštruktúrou, ktorú tvorili dláždené ulice, regulácia potoka, telefonické spojenie s Rožňavou, banka a sporiteľňa, viaceré školy a materská škola, nová radnica, nový kostol atď. Obyvatelia neplatili mestskú daň a polovicu poistného proti požiaru platilo mesto.

V tom čase sa uplatňovali v technológii aj najmodernejšie prvky, ako bola hydrometalurgická výroba kobaltu lúhovaním a extrakciou z praženého kamienka. Postupné vyčerpanie ložísk, celkový útlm baníctva a hutníctva v Uhorsku po rakúsko-uhorskom vyrovaní (1867), ale najmä expanzia niklu a kobaltu z Kanady, Ruska a Novej

Kaledónie boli príčinou ukončenia niklovo-kobaltového podnikania v Dobšinej v roku 1897.



Obr. 3 Celkový pohľad na areál Niklovej huty v Sereďi v r. 1964 – projekčný náčrt

Druhá etapa výroby niklu a kobaltu na Slovensku sa viaže k rokom 1960 – 1992. V rozdelenom svete po roku 1945 v čase vrcholiacej studenej vojny v 50. rokoch 20. storočia patril nikel a kobalt medzi komodity podliehajúce hospodárskemu embargu.

V komunistickom bloku sa nikel a kobalt vyrábali iba v Sovietskom zväze a malou kapacitou v Aue v NDR. Objem tejto produkcie, aj keď

vysoký a svetovo významný, postačoval iba pre vlastnú krajinu. Preto Moskva rozhodla o ďalšej výrobe niklu a kobaltu pre potreby ostatných krajín RVHP, pričom bolo vybrané Československo vzhľadom na vysokú technologickú vyspelosť v tejto oblasti, zrovnateľnú so vyspelými západnými štátmi. V roku 1959 sa rozhodlo o výstavbe Niklovej huty v Sereďi (NH), a to najmä z hľadiska logistickej dostupnosti po železničných a vodných trasách, ako aj z hľadiska miestnej, primerane kvalifikovanej pracovnej sily. Albánsko bolo vtedy spolupracujúcou súčasťou RVHP, tak že po mnohých analýzach bol určený surovinový zdroj pre NH Sereď z Albánska. Týmto zdrojom boli lateritizované hydrosilikátové rudy na báze železa a niklu s minoritným obsahom kobaltu. Výstavba niklovej huty prebiehala v rokoch 1959 – 1964, kedy bol dosiahnutý uzavretý cyklus hutníckej výroby. Pre produkciu bol po mnohých analýzach vybraný a spracovaný hydrometalurgický proces amoniakálneho lúhovania. Išlo o proces, ktorý bol realizovaný v Kanade, USA a najmä v huti Nicaro na Kube, ktorá však vtedy bola vo sfére záujmov USA. Preto vo VÚK Panenské Břežany bola vyvinutá celkom pôvodná amoniakálna technológia výroby niklu pre aplikáciu v NH Sereď, vybudovanej na „zelenej lúke“ v Sereďi (obr. 3). Technologický proces charakterizovalo amoniakálne lúhovanie predredukovanej rudy spojené s rafináciou výluhu a extrakciou kobaltových zlúčenín. Rafinovaný výluh bol podrobený zrážacej elektrolyze, výsledkom ktorej bol finálny produkt elektrolytický nikel (obr. 4). Výroba bola komplikovaná a vysoko technicky a technologicky náročná, čo súviselo s použitím komplexných silikátových lateritizovaných garnieritických rúd s nízkym obsahom Ni a veľmi nízkym obsahom Co. Albánska ruda spracovávaná v Sereďi obsahovala 1,05 % Ni, 0,06 % Co, 49 % Fe a 2,6 % Cr. Tieto východiskové podmienky predpokladali, že výroba niklu a kobaltu v NH Sereď bude ekonomicky nerentabilná

a bude z hľadiska vojenských strategických záujmov sovietskeho bloku trvale dotovaná. Výskumné práce zamerané na moderné postupy úpravy a obohacovania Ni-Co rúd segregáčnym pražením vykonávané po nabehnutí huty na plnú kapacitu neboli z dôvodov odlišných strategických záujmov Sovietskeho zväzu a tým aj ekonomického prepadu projektu zrealizované [2].



Obr. 4 Prvý československý elektrolytický nikel zo skúšobnej prevádzky, Sereď 1963

Pred uzavretím v roku 1992 huta vyrábala 2 500 t niklu a 60 t kobaltu ročne jednou z najvyspelejších hydrometalurgických technológií. V ďalších rokoch boli zariadenia NH Sereď zlikvidované a zvyšková infraštruktúra slúži novým podnikateľským subjektom, medzi ktorými je aj spoločnosť pre recyklačné spracovanie olovených akumulátorov. Problematickou pamiatkou na výrobu niklu a kobaltu v Sereďi je halda lúženca po amoniakálnom lúhovaní s vysokým obsahom železa a chrómu o hmotnosti cca 6 mil.t, pre ktorú sa dodnes nenašlo primerané metalurgické spracovanie.

#### Literatúra

- [1] DÚBRAVČÍK, P. *Dejiny hutníctva na Slovensku*, kap. Nikel a kobalt. ZHŤPG Bratislava, Banská agentúra Košice, 2006
- [2] TOMÁŠEK, K., VIRČÍKOVÁ, E., MOLNÁR, E. Segregation roasting - an alternative method for the beneficiation of nickel oxide ores. In *World Pyrometallurgy*. 1995, Cambridge, Great Britain, July 1995

prof. Ing. Karel Tomášek, CSc.

### DEVELOPMENT AND OPTIMIZATION OF PROCESSES OF POWDER TECHNOLOGIES FOR PRODUCTION OF SELECTED TYPES OF MATERIALS AND PRODUCTS

The „Department of powder technologies”, which consists of the “Laboratory of magnetic and ceramic materials” and the “Laboratory of friction composites”, deals with the development and optimization of processes of powder technologies for the manufacture of selected types of materials, with a special focus on magnetic and friction materials. It comprises two key areas of the research and development activities with narrow link to the application sphere:

- *Development and optimization of technologies for preparation of permanent magnets based on rare earth metals*
- *Development of friction composites for car braking systems with limitation of negative impacts on the environment and health of humans.*

#### Instrumentation of department of powder technologies:

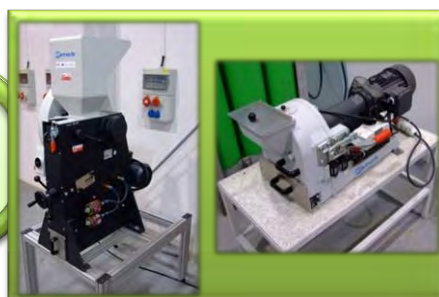
- ▲ Vacuum induction furnace with the strip casting and conventional casting
- ▲ Uniaxial hydraulic press with magnetization unit
- ▲ Hydrogen decrepitation furnace
- ▲ Jet mill
- ▲ Jaw crusher and disc mill
- ▲ Cold and hot isostatic presses
- ▲ Debinding and sintering furnace
- ▲ Electro-spark cutting machine
- ▲ Surface coating
- ▲ Magnetizer
- ▲ Brake dynamometer



Sintering furnace



Jet mill



Jaw crusher and disc mill