



Hutnické listy

METALLURGICAL
JOURNAL

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

WWW.HUTNICKELISTY.CZ
ISSN 0018-8069



TŘINECKÉ ŽELEZÁŘNY





EVROPSKÁ UNIE
Evropské strukturální a investiční fondy
Operační program Výzkum, vývoj a vzdělávání

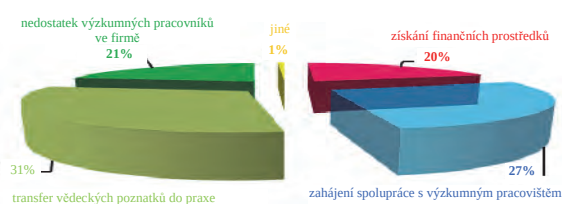


Moravskoslezský kraj přispívá k rozvoji inovačního prostředí

Moravskoslezský kraj získal prostředky na aktivity k podpoře inovačního prostředí v kraji. Velkou část aktivit projektu pro kraj realizuje krajská společnost Agentura pro regionální rozvoj (ARR). Projekt se jmenuje Smart Akcelérátor RIS3 strategie. Tento projekt je financován z Operačního programu Výzkum, vývoj a vzdělávání a jeho klíčové aktivity jsou zaměřeny na rozvoj inovačního prostředí v kraji a podporu vybraných specializovaných odvětví.

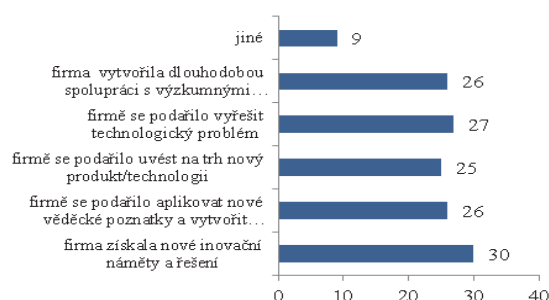
V rámci naplňování projektu byl proveden průzkum hodnotící efektivnost krajského dotačního programu - Inovační vouchery, který je určen na podporu inovačních aktivit malých a středních firem ve spolupráci s výzkumnými organizacemi. Ze získaných výsledků vyplynulo, že inovační vouchery jsou vhodným nástrojem na zvyšování inovačních aktivit firem a podporují spolupráci s výzkumnými organizacemi (VO).

Jaký byl motiv pro podání žádosti o inovační voucher?



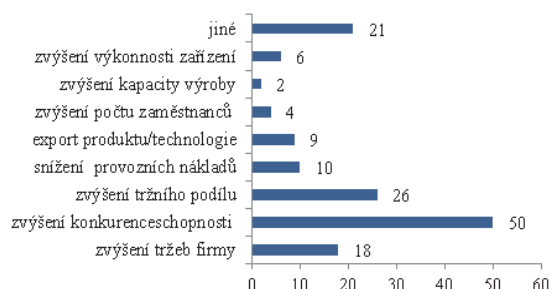
Představitelé firem odpovídali na otázku: „Jaký efekt měla pro firmu spolupráce s VO v daném projektu?“ Z uvedených odpovědí vyplývá, že inovační vouchery přispěly k vytvoření inovačního námětu nebo řešení, k vyřešení technologického problému a umožnily zavést na trh nový produkt nebo technologii.

Jaký efekt měla pro firmu spolupráce s výzkumnou organizací?



Ekonomický dopad z realizace inovačního voucheru firmy spatřují v 64,9 % případech ve zvýšení konkurenceschopnosti výrobků, služeb a technologií s lepšími parametry a v získávání nových odběratelů a klientů.

Ekonomický dopad z realizace inovačního voucheru.



Z průzkumu vyplynulo, že představitelé firem jsou s daným dotačním titulem spokojeni a považují ho za velice přínosný pro další rozvoj jejich podnikatelských aktivit. Spolupráce s výzkumnou organizací pokračuje nadále na dalších výzkumných projektech.

V letošním roce již proběhla první výzva pro podání žádosti na získání finančních prostředků z daného dotačního titulu. Moravskoslezský kraj připravuje další výzvu na podzim 2016.

Více informací lze získat na webu www.msk.cz, případně u Jany Kaiduskové, tel. +420 595 622 312.



Registrační číslo / Registration Number
MK ČR E 18087Mezinárodní standardní číslo
International Standard Serial Number
ISSN 0018-8069**Vydavatel / Publisher**OCELOT s.r.o.
Pohraniční 693/31, 706 02 Ostrava-Vítkovice
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-Vítkovice
Česká republika**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.poceta@seznam.cz**Grafický redaktor / Graphic Editor**Ing. Dana Horáková
tel.: +420 777 047 666
e-mail: hutnicke.listy@seznam.cz**Task / 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. Jana Dobrovská, CSc.

VŠB – Technická univerzita Ostrava, Ostrava, Česká republika

Členové / MembersIng. 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 Petřela, 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
ŽŽAS, 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 1 190 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 (+420 225 985 225, 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., 2016

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 (+420 225 985 225, 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., 2016

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

- Ing. Roman Gabor, Ph.D.; Ing. Karel Malaník, CSc.; Ing. Jaroslav Marvan; Bc. Martina Doubková* 4
RNDr. Martin Pařízek, Ph.D.; doc. MUDr. Lucie Bačáková, CSc.; Ing. Klára Drobíková
Výzkum a vývoj technologické aplikace mikroobloukové oxidace titanové slitiny Ti6Al4V
Research and Development of Technological Application of Microarc Oxidation of Titanium Alloy Ti6Al4V
- prof. Ing. Karel Matocha, CSc.; Ing. Gabriela Rožnovská* 13
Empirické korelace pro odhad lomové houževnatosti J_{IC} z výsledků penetračních testů
Empirical Correlations for Estimation of Fracture Toughness J_{IC} from the Results of Penetration Tests

Recenzované výzkumné články / Peer-reviewed Research Papers

- Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D.; Ing. Vladislav Kurka, Ph.D.; Ing. Jana Kosňovská* 20
Ing. Šárka Štefanišinová; doc. Ing. Ladislav Socha, Ph.D.
Makrostrukturní a chemická homogenita ocelového ingotu
Macrostructural and Chemical Homogeneity of the Steel Ingot
- Ing. René Malysz* 28
Inovace procesu výroby odlitků ve Slévárnách Třinec, a.s.
Innovation of Castings Production Process in the Foundry Slévárny Třinec, a.s.
- Ing. Soňa Benešová, Ph.D.; prof. Dr. Ing. Antonín Kříž; Ing. Milan Vnouček, Ph.D.* 33
Technologie tváření nástrojových ocelí s využitím zpětné operace a její vliv na potlačení řádkovitosti pro výrobu vysoce spolehlivých řezných nástrojů
Technology of Tool Steels Forming with the Use of Backward Operation and its Effect on Suppressing Banding for Production of Highly Reliable Cutting Tools
- Ing. Lukáš Pindor, Ph.D.; Ing. Vratislav Bártek, Ph.D.; Ing. Miroslav Melkus; Ing. Petr Kleiner* 39
Zvýšení tvrdosti cementovaných dopravníkových řetězů za použití zmrazování
Hardness Increasing of Casehardened Chain Hoists by Using Freezing Treatment

Informační články / Informative Articles

Zprávy z HŽ, a.s. / Information of HŽ, a.s.

- Ing. Vala* 43
Hutní výroba v ČR a SR. Meziroční porovnání měsíčních a postupných hutních výrob roku 2016 a 2015

Z hospodářské činnosti podniků, institucí a řešitelských pracovišť / Professional Periodical for Metallurgy and Material Engineering

- Ing. Radek Páleník; doc. Ing. Soňa Rusnáková, Ph.D.* 45
Návrh pro pokročilou výrobu vysokopevnostních kompozitních pružin
- Mgr. Jitka Petrová, MBA; Ing. Jiří Vojník; Zuzana Rusnoková* 46
Stanovení charakteristických teplot tavitelnosti paliv v podmínkách hutní laboratoře
Determining the Characteristic Temperatures of Fuel Ash Fusibility in the Conditions of a Metallurgical Laboratory

Redakční článek / Editorial Article 50

Historický seriál / Historical Serial

prof. Ing. Karel Tomášek, CSc.

52

Na záver príbeh slovenského gália. Zaniknuté hutnícke technológie na Slovensku – 12. časť

Dodavatelé příspěvků ve všeobecné části

- Hutnictví železa, a.s.
- dopisovatelé
- redakce

Inzerce

- Agentura pro regionální rozvoj MSK
- Ocelové pásy
- MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o.

Recenzované vědecké články

Výzkum a vývoj technologické aplikace mikroobloukové oxidace titanové slitiny Ti6Al4V

Research and Development of Technological Application of Microarc Oxidation of Titanium Alloy Ti6Al4V

Ing. Roman Gabor, Ph.D.¹; Ing. Karel Malaník, CSc.²; Ing. Jaroslav Marvan³; Bc. Martina Doubková⁴; RNDr. Martin Pařízek, Ph.D.⁴; doc. MUDr. Lucie Bačáková, CSc.⁴; Ing. Klára Drobíková⁵

¹ VÚHŽ a.s., 739 51 Dobrá, Česká republika

² MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Pohraniční 693/31, 706 02 Ostrava-Vítkovice, Regionální materiálově technologické centrum, detašované pracoviště VÚHŽ a.s., 739 51 Dobrá, Česká republika

³ MEDIN, a.s., Vlachovická 619, 592 31 Nové Město na Moravě, Česká republika

⁴ Fyziologický ústav Akademie věd České republiky, Vídeňská 1083, Praha 4 – Krč, Česká republika

⁵ Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, Centrum nanotechnologií, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

Vývoj keramických vrstev na slitinách titanových implantátů s žádoucí kombinací mechanických vlastností a biokompatibilitu může výrazně zlepšit funkčnost a aplikaci jejich povrchů ve využití ortopedických a traumatologických implantátů. Předkládaná práce popisuje možnosti využití mikroobloukové oxidace (MAO) titanové slitiny Ti6Al4V za účelem dosažení charakteristického povrchu s požadovanými vlastnostmi, žádaným chemickým složením, morfologií, smáčivostí, drsností, korozní odolností a adhezí buněk. V rámci vývoje technologie procesu MAO byly stanoveny parametry potřebné k dosažení keramické vrstvy, která má hydrofilní charakter. Takto připravené povrchy byly následně modifikovány s využitím tridecafluorooctyltriethoxysilanem (FAS) za účelem dosažení hydrofobního povrchu. Bylo zjištěno, že tyto vyvíjené povrchové modifikace slitiny Ti6Al4V procesem MAO a následně upravené pomocí FAS, podporují adhezi a růst lidských kmenových buněk v rozsahu jejich možného využití pro traumatologické a ortopedické implantáty s požadovanou osteointegrací.

Klíčová slova: mikrooblouková oxidace; keramický povlak; anodická oxidace; povrchová modifikace; titanová slitina; korozní odolnost

Development of ceramic layer on alloys of titanium implants with a desirable combination of mechanical properties and biocompatibility can significantly improve the functionality and application of their surfaces in the areas of orthopaedic and traumatological implants. The presented paper describes the possibilities of usage of microarc oxidation (MAO) for titanium alloy Ti6Al4V in order to achieve the characteristic surface with the desired properties of its chemical composition, morphology, wettability, surface roughness, corrosion resistance and adhesion of the cells.

The results have revealed the possibility of using the MAO technique for the achievement of the porous ceramic double layer with different thickness of inner and outer layer. Within the development of technology of the MAO process conditions there were determined the parameters required for obtaining of ceramic layer that had a hydrophilic character. Thus prepared surfaces were subsequently modified with the application of tridecafluorooctyltriethoxysilane (FAS) in order to achieve hydrophobic surface. It was found that these surface modifications of Ti6Al4V alloy developed by the MAO process and subsequently modified with FAS supported the adhesion and growth of human stem cells in the range of their possible use for traumatological and orthopaedic implants with the required osteointegration. Surface treatment by MAO process has also a very positive impact on the corrosion resistance of Ti6Al4V alloy.

Key words: microarc oxidation; ceramic coating; anodic oxidation; surface modification; titanium alloy; corrosion resistance

Titan a jeho slitiny mají v současné době nezastupitelnou roli ve využití stomatologických a ortopedických

implantátů, a to především z důvodu jejich vysoké korozní odolnosti, biokompatibilitu a schopnosti osteoin-

tegrace. S cílem zvýšit jejich bioaktivitu jsou povrchy titanových implantátů modifikovány řadou technik zahrnujících chemickou, termickou a elektrochemickou úpravu [1 – 3]. Za relativně novou metodu umožňující povrchovou modifikaci titanu a jeho slitin, jakož i lehkých kovů (Al, Mg) je považována metoda mikroobloukové oxidace (MAO), někdy také nazývaná plazmatická elektrolytická oxidace (PEO) [4].

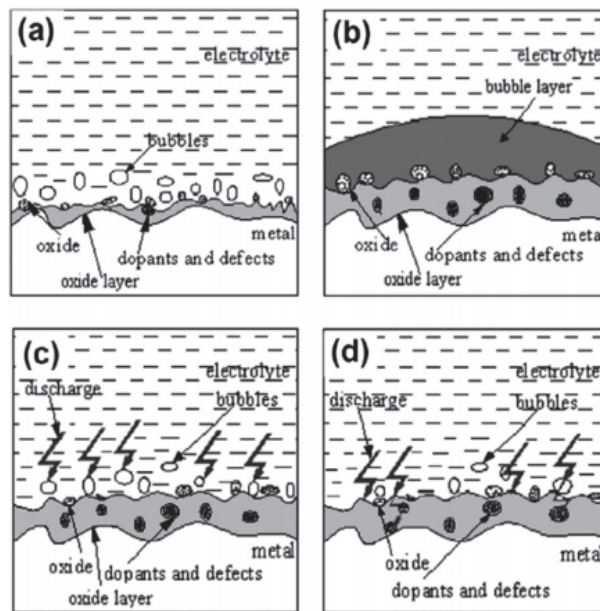
Uvedená technologie, umožňující povrchovou modifikaci titanu a lehkých kovů a jejich slitin, zahrnuje kombinaci aplikace vysokého napětí, elektrochemické oxidace a termální difuze v elektrolytu za vzniku keramického povlaku. Vlastnosti modifikovaných povrchů s využitím MAO jsou závislé na volbě experimentálních podmínek a elektrolytu. Povrchové vrstvy mohou dosahovat významně vyšší tvrdosti (např. 400 až 700 HV), odolnosti proti korozi a opotřebení [5].

V průběhu procesu MAO dochází ke změnám intenzity plazmatického výboje, ovšem detailní mechanismus procesu zatím nebyl popsán. Existuje však značná shoda, že v průběhu procesu působení střídavého proudu (AC) dochází k vývoji několika základních etap, které jsou níže popsány a uvedeny na obr. 1 [6].

- Napětí vykazuje rychlý a lineární nárůst v čase až k tzv. průrazovému napětí. Některé malé bublinky kyslíku a vznik oxidické vrstvy lze pozorovat na povrchu vzorku, což odpovídá klasické elektrochemické anodizaci.
- Při dosažení určité hodnoty vysokého napětí (v závislosti na elektrolytu) k překročení kritické hodnoty a k tzv. dielektrickému průrazu, který je pozorovatelný vývojem „sparkového“ výboje (pozorovatelná jiskra). V této fázi se proud koncentruje pouze v určitých oblastech, což vede pouze k lokalizovanému nárůstu tloušťky povlaku. Nově vytvořený povlak může opětovně odolávat proti působícímu proudu, zatímco v jiných oblastech, kde je odpor menší, dochází k opětovnému průrazu. V této fázi dochází souběžně s pronikavým zvukem k vývoji většího počtu jisker, které jsou náhodně distribuovány a rychle se pohybují po celém povrchu anody.
- Vývin a působení plynu na povrchu anody a v elektrolytu přímo souvisí s tvorbou keramické vrstvy. K průrazu povlaku dochází vždy na místě s menším odporem rostoucí oxidické vrstvy. S nárůstem procesního času dochází k zintenzivnění výboje a jeho postupným barevným změnám od bílé až po oranžovou nebo červenou. V takovýchto oblastech se mikrooblouky transformují do silného oblouku.

Intenzivní „spark“, resp. jiskření a uvolňování plynů probíhá souběžně s vývojem velkých pórů a tepelného štěpení povrchového filmu. Spolu se zánikem jisker plynových bublin dochází k poklesu proudu, což indikuje konec procesu. Architektura povlaku vytvořeného mikroobloukovou oxidací je dvouvrstvá: jedná se o přechodovou tvrdou vrstvu a vnější porézní vrstvu s mnoha jemnými dutinami. Tloušťka povlaku v závislosti

na anodizovaném materiálu a použitém elektrolytu se pohybuje od 1 do 100 μm .



Obr. 1 Schematická ilustrace plazmatického výboje během jednotlivých stupňů mikroobloukového procesu

Fig. 1 Schematic illustration of plasma arc during particular steps of microarc process

MAO anodizace je považována za technologii vysoce ekonomicky efektivní vzhledem k nízkým provozním nákladům. Nelze také odhlédnout od skutečnosti, že je to nízkoodpadová technologie [7].

Metody a postupy

Pro účely aplikace MAO anodizace a získání modifikovaného povrchu byly použity vzorky titanové slitiny Ti6Al4V o průměru 15 mm a tloušťce 2,6 mm a hřeby rekonstrukční. Fyzikální, chemické a buněčné testy byly provedeny na vzorcích, které byly připraveny metodou MAO v silně alkalických elektrolytech s označením El. 1 a El. 1-FAS. Po mechanické předúpravě povrchu, která byla detailně popsána v předchozím článku [8], byly povrchy vzorků anodicky modifikovány při proudové hustotě $80 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-2}$ po dobu 30 min. Vzorky s označením El. 1-FAS byly po aplikaci MAO máčeny v roztoku etanolu s 1,0 hm. % tridecafluorooctyltriethoxysilanem (FAS) za účelem snížení povrchové energie s cílem dosáhnout hydrofobního povrchu. U vzorků byla po aplikaci procesu MAO upravena morfologie povrchů s cílem dosáhnout sjednocení povrchů s požadovanými parametry drsnosti. Na takto připravených vzorcích byly provedeny buněčné testy.

Omílání anodicky připravených povrchů

K omletí zkušebních vzorků s anodizovanými povrchy byla použita žlabová odstředivá omílací technologie od firmy OTEC s keramickými tělisky (ZS 2/5) po dobu 20 min. (tento parametr byl korigován na základě díčích výsledků).

Skenovací elektronový mikroskop s energiově disperzním analyzátozem (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 vodivých a nevodivých materiálů. Plná integrace REM s mikroanalytickým systémem TRIDENT-APEX 4 umožňuje celý systém provozovat v jednom uživatelském rozhraní. Integrovaný systém se skládá z energiově disperzního analyzátoru (EDX), vlnově disperzního analyzátoru (WDX) a techniky difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD) a umožňuje na povrchu studovaného vzorku provést lokální chemickou analýzu. Tloušťky povlaků byly hodnoceny na metalografického řezu pomocí softwaru SCANDIUM.

Mikroskopie atomárních sil (AFM)

Vzorky z důvodu hodnocení topografie povrchů byly hodnoceny pomocí techniky AFM na zařízení Solver-NEXT v tzv. kontaktním módu (hrot je vtlačován do vzorku). Povrchy byly zobrazovány v osách x a y : $50 \times 50 \mu\text{m}$.

Stanovení kontaktního úhlu a povrchové energie

Kontaktní úhel byl měřen na přístroji Krüss DSA 100 (Krüss GmbH, Německo). K měření byly použity dvě kapaliny: destilovaná voda a etylenglykol. Měření bylo provedeno pomocí kapek o objemu $3 \mu\text{l}$ na 7 různých místech na vzorku. K měření byl použit 1 vzorek pro každou kapalinu. K vyhodnocení kontaktního úhlu a stanovení volné povrchové energie byl použit software DSA4. Kontaktní úhel byl stanoven metodou tangent 1. Volná povrchová energie byla poté vypočítána z průměrných hodnot kontaktních úhlů. K vyhodnocení povrchové energie byla použita metoda Owens-Wendt-Rabel-Kaelble. Stanovení probíhalo za laboratorní teploty.

Měření drsnosti povrchu

Měření drsnosti bylo provedeno pomocí přístroje Taylor Hobson Form Talysurf 50. Drsnosti povrchů byly hodnoceny pomocí parametrů průměrné aritmetické úchylky profilu R_a a největší výšky profilu R_z .

Elektrochemické měření

K ověření oxidačních podmínek v modelovém fyziologickém roztoku na vzorcích s modifikovanými povrchy MAO byly měřeny samovolné korozní potenciály a sejmuty potenciodynamické křivky. Experimenty byly prováděny na laboratorně zhotoveném měřicím zařízení s korozní celou s tříelektrodovým zapojením a solným můstkem, což umožňovalo elektrochemická měření na vymezené ploše 1 cm^2 při teplotě $25 \pm 2^\circ\text{C}$. Jako pomocná elektroda byla použita Pt síťka, jako referentní nasycená kalomelová elektroda (SCE). Hodnoty samovolného korozního potenciálu byly odečítány po 30 min,

potenciál vzorku na počátku měření potenciodynamických křivek byl volen 100 mV pod E_{kor} , rychlost polarizace činila $1 - 2 \text{ mV} \cdot \text{s}^{-1}$.

Adheze a růst buněk

Hodnocení adheze, proliferace a diferenciace buněk probíhalo na vzorcích, které byly povrchově modifikovány pomocí elektrochemického procesu, resp. procesu MAO v různých elektrolytech.

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). Vzorky byly osazeny lidskými mezenchymálními kmenovými buňkami kostní dřeně (hMSC, 2. pasáž, ScienCell Research Laboratories, kat. č. 7500) o počáteční hustotě $20\,000$ buněk na jamku (přibližně $11\,300$ buněk v 1 cm^2). 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 po šestidenní kultivaci v termostatu (teplota 37°C , atmosféra: 95 % vzduch, 5 % CO_2). Buňky byly fixovány etanolem, vizualizovány fluorescenčními barvivými Texas Red C_2 -maleimid (20 ng/ml ; barví proteiny buněčné membrány a cytoplasmu) a Hoechst # 33258 ($5 \mu\text{g/ml}$; 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 rozptřeni buněk.

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 diskuse

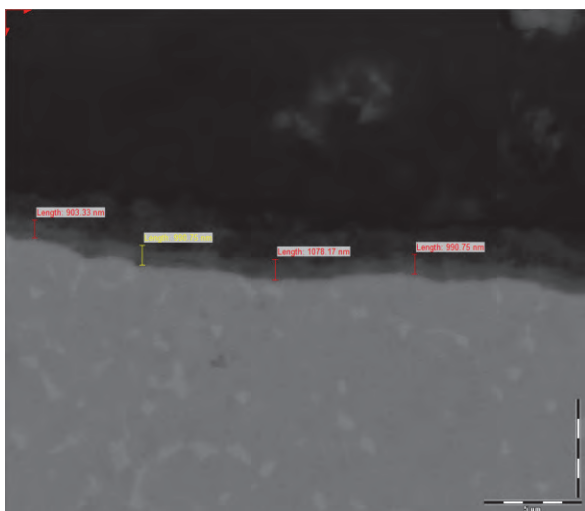
Povlak připravený procesem MAO má charakter dvojvrstvy s rozdílnými tloušťkami. Na obr. 2 je vidět plazmatický výboj na jednotlivých anodizovaných površích rekonstrukčních hřebů. Po dobu výboje dochází přednostně k tvorbě tzv. vnitřní vrstvy, resp. mezivrstvy s tloušťkou okolo $1 \mu\text{m}$ (obr. 3). Vnější vrstva (obr. 4) představuje vysoce porézní keramickou vrstvu s parametry drsnosti $R_a = 0,41 \pm 0,1 \mu\text{m}$ a $R_z = 3,2 \pm 0,43 \mu\text{m}$ a tloušťkou pohybující se lokálně od $1,19$ do $2,27 \mu\text{m}$.

Chemické složení povrchové vrstvy bylo stanoveno s využitím SEM/EDX (tab. 1). Z výsledků je patrná přítomnost oxidických fází, které narůstají v průběhu procesu MAO za vzniku plazmatického výboje, jehož intenzita se s nárůstem oxidické vrstvy snižuje. Konec

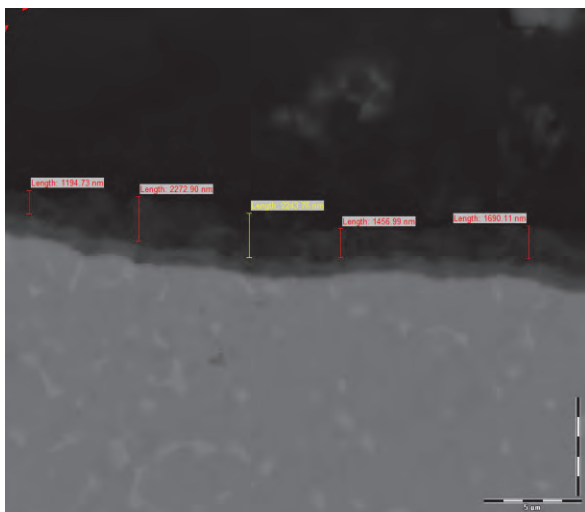
procesu je rovněž detekovatelný na základě proudových charakteristik.



Obr. 2 MAO proces
Fig. 2 MAO process



Obr. 3 Tloušťka vnitřní vrstvy (0,90 μm; 0,99 μm; 1,08 μm; 0,99 μm)
Fig. 3 Thickness of inner layer (0.90 μm; 0.99 μm; 1.08 μm; 0.99 μm)



Obr. 4 Tloušťka vnější vrstvy (1,19 μm; 2,27 μm; 2,24 μm; 1,46 μm; 1,69 μm)
Fig. 4 Thickness of outer layer (1.19 μm; 2.27 μm; 2.24 μm; 1.46 μm; 1.69 μm)

Tab. 1 Chemické složení anodizovaného povrchu
Tab. 1 Chemical composition of anodized surface

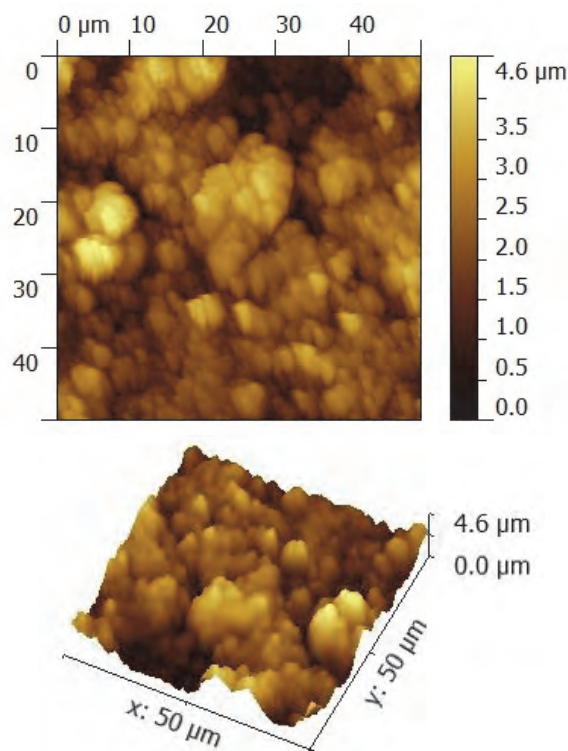
Prvek	Obsah	
	(hm. %)	(at. %)
C	5,8	11,3
O	42,4	61,9
Na	0,3	0,31
Al	3,4	2,96
Ti	46,9	22,9
V	1,2	0,55

Na obr. 5 je prezentován vzhled rekonstrukčního hřebu po aplikaci procesu MAO.

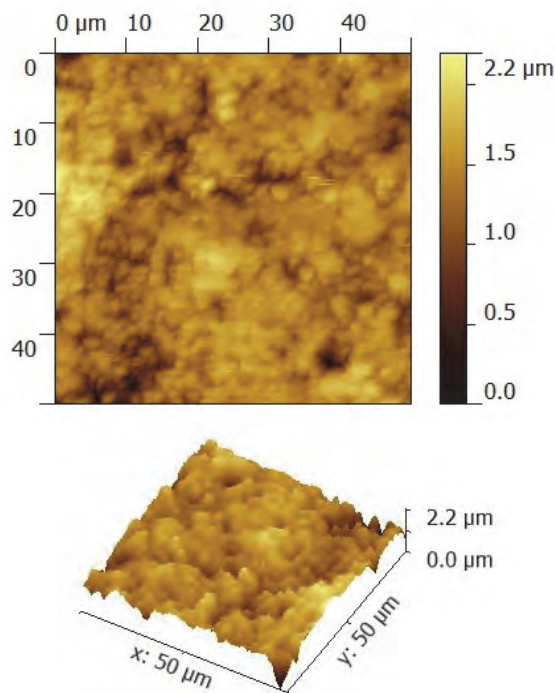


Obr. 5 Anodizovaný rekonstrukční hřeb procesem MAO
Fig. 5 Reconstruction nail anodized by MAO process

Po aplikaci procesu MAO byly vzorky omílány s cílem dosáhnout sjednocení morfologie povrchu vnější vrstvy. Aplikací žlabové odstředivé omílací technologie bylo dosaženo snížení parametrů drsnosti povrchu na $R_a = 0,21 \pm 0,03 \mu\text{m}$, $R_z = 1,79 \pm 0,24 \mu\text{m}$ při srovnání drsnosti povrchu po procesu MAO (obr. 6, 7).



Obr. 6 Anodizované povrchy vzorků před omílením
Fig. 6 Anodized specimen surfaces before tumbling



Obr. 7 Anodizované povrchy vzorků po omletí
Fig. 7 Anodized specimen surfaces after tumbling

Elektrochemická měření prokázala, že povrchová úprava MAO má příznivý vliv na korozní odolnost slitiny Ti6Al4V. Svědčí o tom porovnání samovolných korozních potenciálů a proudových hustot v pasivitě u broušeného a omlétoho anodizovaného povrchu (tab. 2).

Tab. 2 Výsledky elektrochemických měření
Tab. 2 Results of electrochemical measurements

Stav povrchu	E_{kor} (mV) (SCE)	j_p ($\mu A \cdot cm^{-2}$)
broušený	-440	2,2
anodizovaný MAO/po omletí	240	0,2
porovnání	$\Delta E_{kor} = 680$ mV	$j_{p-MAO-omletý} / j_{p-broušený} = 0,09$

Na vzorcích s modifikovanými povrchy byl nejprve stanoven statický kontaktní úhel kapalin a povrchová energie. Bylo zjištěno, že kontaktní úhel vodní kapky, tj. kapaliny tvořící základ biologických tekutin včetně kultivačních médií, byl na vzorku modifikovaném anodizací (El. 1) podstatně nižší než na kontrolním nemodifikovaném vzorku Ti6Al4V. Po následné modifikaci vzorku El. 1 pomocí FAS (El. 1 FAS) však

kontaktní úhel stoupl na hodnoty naopak vyšší než u Ti6Al4V (tab. 3). Vzorek El. 1 modifikovaný anodizací se tudíž jevil jako vysoce hydrofilní (smáčivý), kontrolní vzorky nemodifikované slitiny jako mírně hydrofilní, kdežto vzorky modifikované FAS jako poměrně vysoce hydrofobní. Z literatury a z našich předběžných pokusů je známo, že kontaktní úhel polystyrénových kultivačních misek a mikroskopických krycích skl se pohybuje kolem 60°, tj. že se jedná o mírně hydrofilní povrchy.

V souladu s vysokou smáčivostí měly i vzorky modifikované anodizací v elektrolytech El. 1 vysokou povrchovou energii, zejména její polární složku, zatímco tyto hodnoty byly výrazně nižší u kontrolních nemodifikovaných vzorků slitiny Ti6Al4V a zejména u vzorků modifikovaných FAS (tab. 4).

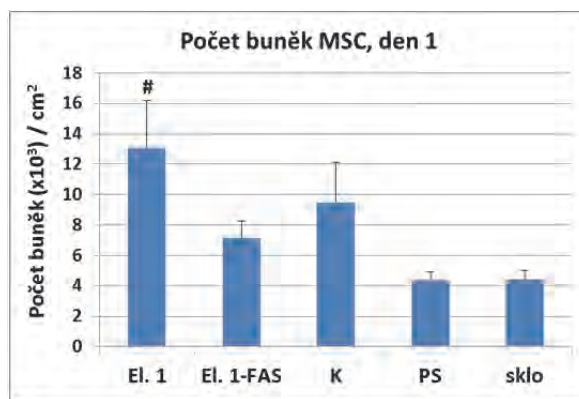
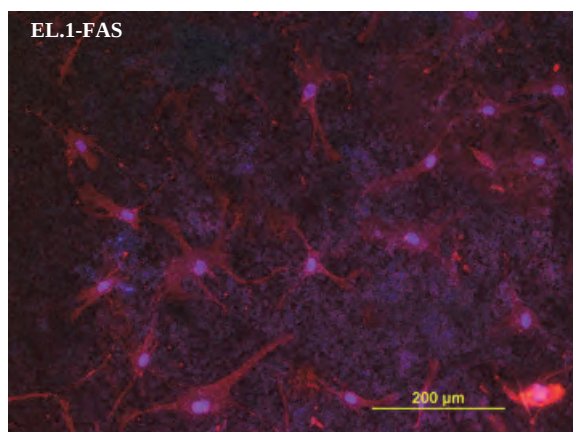
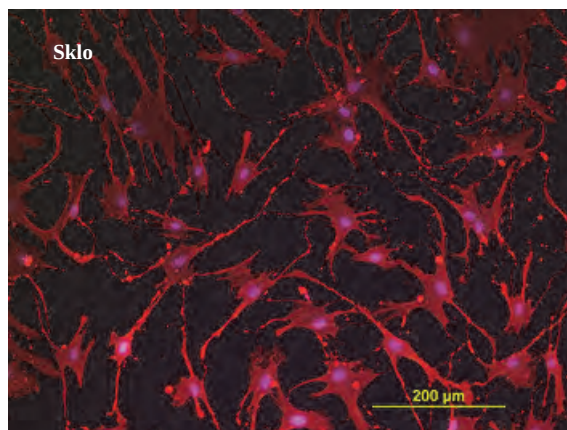
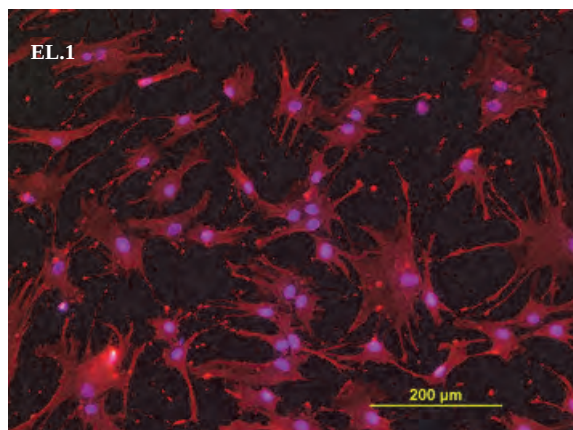
Tab. 3 Statický kontaktní úhel vodní a glycerolové kapky
Tab. 3 Static water and glycerol drop contact angle

Vzorek	Kontaktní úhel, voda	Kontaktní úhel, glycerol
	(°)	
K	$71,8 \pm 5,8$	$63,3 \pm 3,7$
El. 1	$14,7 \pm 0$	$15,5 \pm 0,4$
El. 1 + FAS	$112,6 \pm 4,8$	$118,9 \pm 2,3$

Tab. 4 Povrchová energie kontrolních nemodifikovaných a modifikovaných vzorků
Tab. 4 Surface energy of control unmodified and modified samples

Vzorek	Povrchová energie	Disperzní část povrchové energie	Polární část povrchové energie
	(mN·m ⁻¹)		
K	$33,4 \pm 18,84$	$18,1 \pm 9,67$	$15,3 \pm 9,17$
El. 1	$71,0 \pm 0,38$	$15,5 \pm 0,17$	$55,5 \pm 0,21$
El. 1 + FAS	$9,5 \pm 5,8$	$0,0 \pm 0,16$	$9,5 \pm 5,64$

Za 1 den po nasazení adherovaly buňky MSC na všechny typy vzorků, přičemž byly dobře rozprostřené a zaujímaly polygonální či hvězdicovitý tvar s mnoha výběžky (obr. 8). Na vzorek Ti6Al4V anodizovaný v elektrolytu El. 1 adherovaly buňky v počtu statisticky významně vyšším než na standardní kultivační polystyrénové misky (PS) a mikroskopická krycí skla (sklo), zatímco počty buněk na vzorcích modifikovaných FAS se významně nelišily od hodnot dosažených na PS a skle.



Obr. 8 Morfologie a počty lidských mezenchymálních kmenových buněk kostní dřeně (MSC) za 1 den po nasazení na vzorky slitiny Ti6Al4V anodizované v elektrolytech EL. 1 a EL. 1-FAS a na referenční nemodifikované vzorky Ti6Al4V (K), standardní kultivační polystyrénové jamky (PS) a mikroskopická krycí skla (sklo). Počty buněk jsou vyjádřeny jako průměr $\pm$ S.E.M. (střední chyba průměru) z 20 měření (provedených na 2 vzorcích, à 10 měření) pro každou experimentální skupinu. ANOVA, Student-Newman-Keulsova metoda. Statistická významnost: # $p \leq 0,05$ ve srovnání se vzorky PS a sklo.

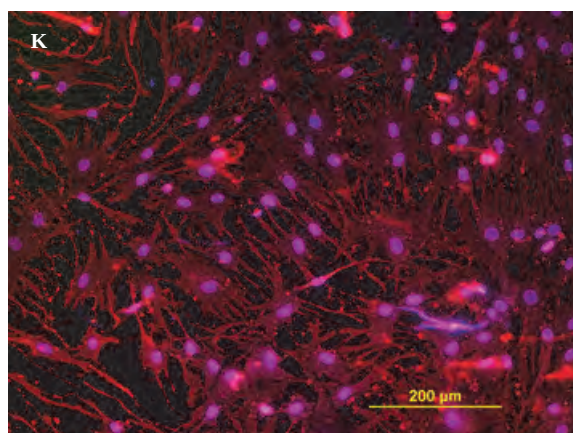
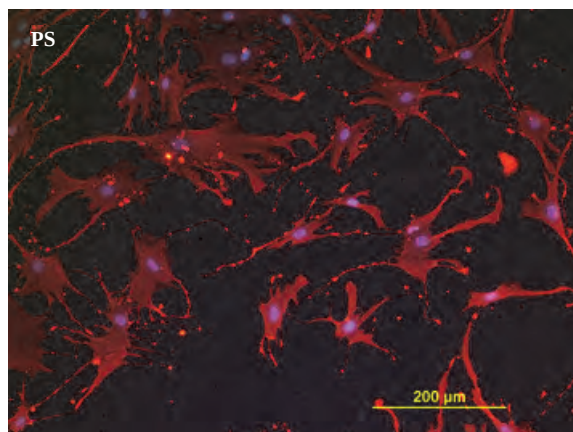
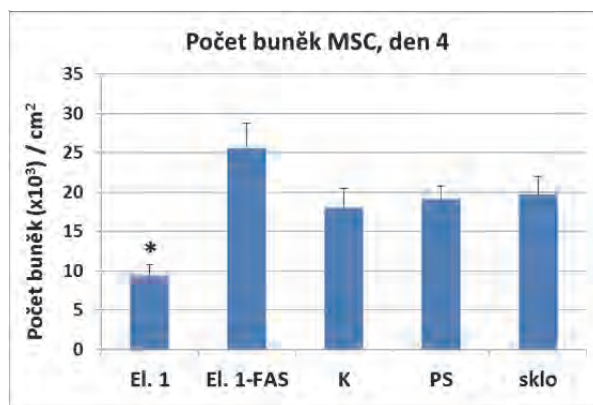
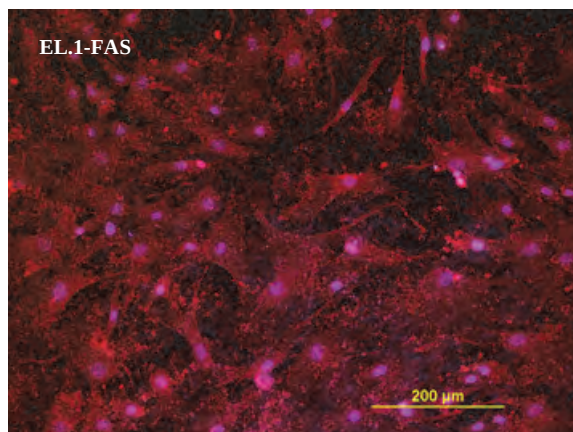
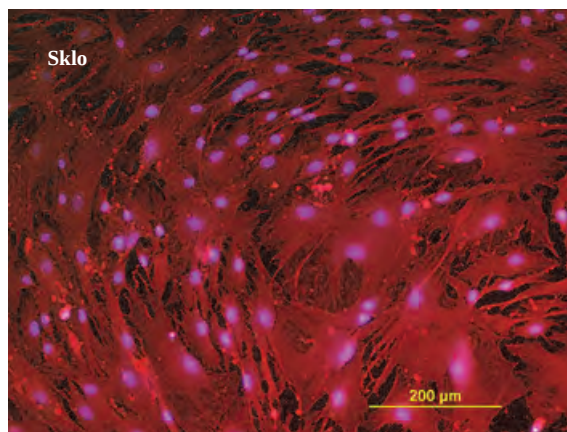
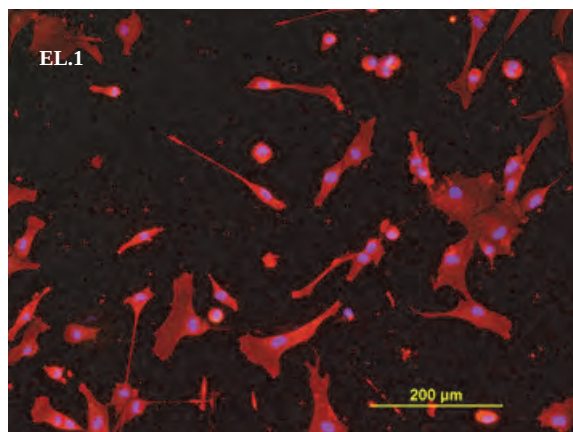


Fig. 8 Morphology and numbers of human bone marrow mesenchymal stem cells (MSC) on day 1 after application on the samples of Ti6Al4V alloy anodized in the EL. 1 electrolyte and subsequently exposed to FAS (EL.1 FAS), on control unmodified Ti6Al4V samples (K), on standard cell culture polystyrene pits (PS) and on microscopic glass coverslips. Cell numbers are expressed as mean $\pm$ S.E.M. (Standard Error) from 20 measurements (performed on 2 samples, 10 measurements per sample) for each experimental group. ANOVA, Student-Newman-Keuls Method. Statistical significance: # $p \leq 0.05$ in comparison with PS and glass samples.



Za 4 dny po nasazení se však projevilo, že vzorky anodizované v elektrolytu EL. 1 podporují růst buněk MSC v menší míře, než vzorky modifikované FAS a vzorky referenční (K, PS a sklo). Buňky na anodizovaných vzorcích byly distribuovány poměrně řídko, podobně jako 1. den, a byly dokonce rozprostřeny po menší ploše než 1. den po nasazení, zatímco buňky na vzorcích exponovaných FAS a vzorcích referenčních prakticky dosáhly konfluency, tj. tvořily souvislou vrstvu. Počty buněk na vzorcích anodizovaných v elektrolytu EL. 1 byly statisticky významně nižší než na vzorcích modifikovaných FAS a dokonce významně nižší než na všech referenčních vzorcích (obr. 9).



Obr. 9 Morfologie a počty lidských mezenchymálních kmenových buněk kostní dřeně (MSC) za 4 dny po nasazení na vzorky slitiny Ti6Al4V anodizované v elektrolytech EL.1 a EL.1-FAS a na referenční nemodifikované vzorky Ti6Al4V (K), standardní kultivační polystyrénové jamky (PS) a mikroskopická krycí skla (sklo). Počty buněk jsou vyjádřeny jako průměr $\pm$ S.E.M. (střední chyba průměru) z 20 měření (provedených na 2 vzorcích, à 10 měření) pro každou experimentální skupinu. ANOVA, Student-Newman-Keulsova metoda. Statistická významnost: * $p \leq 0,05$ ve srovnání se všemi ostatními vzorky.

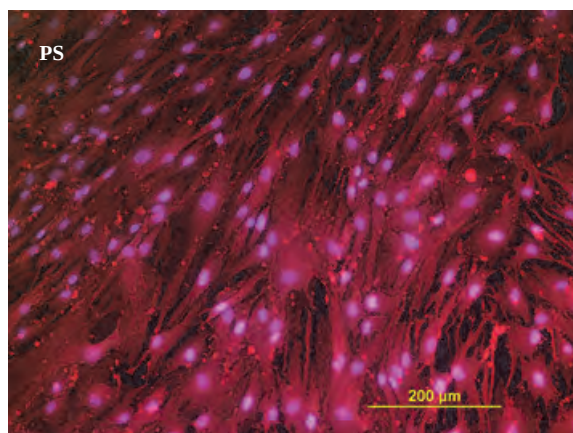
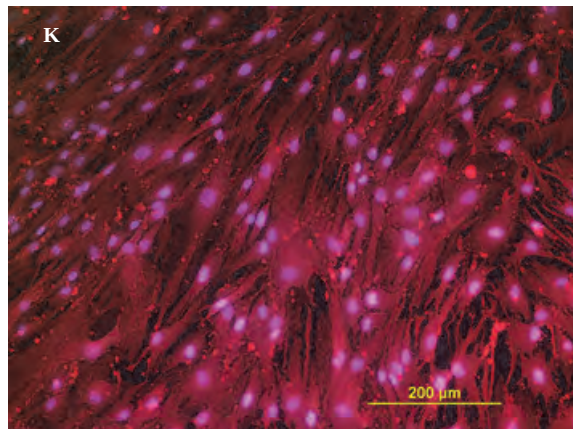
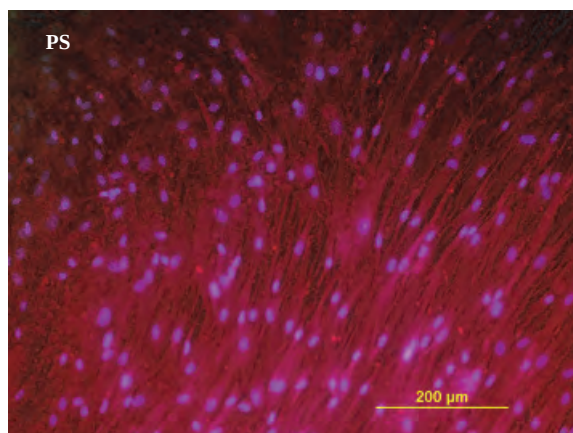
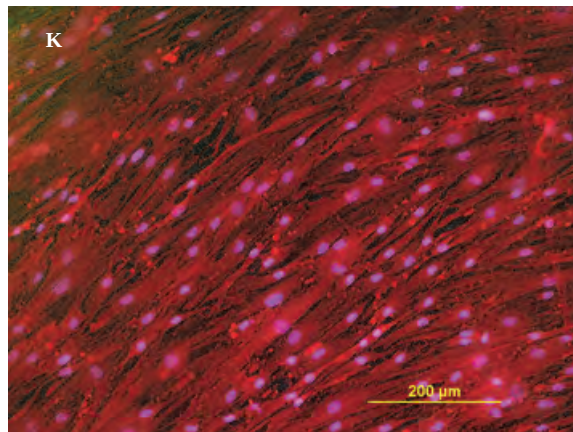
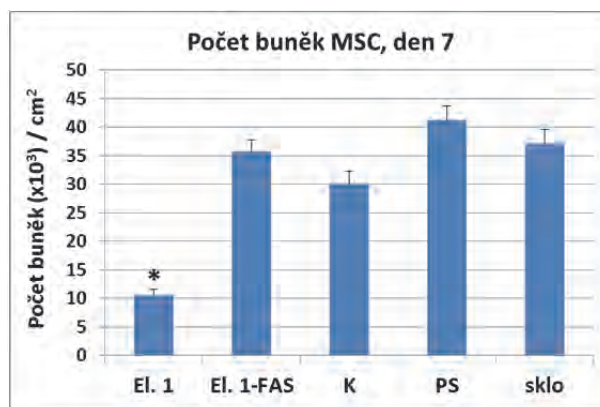
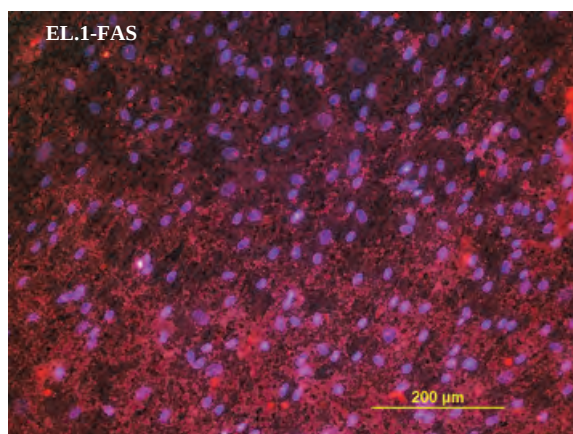
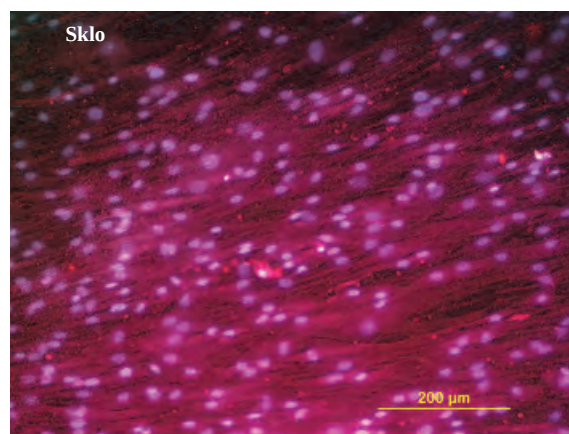
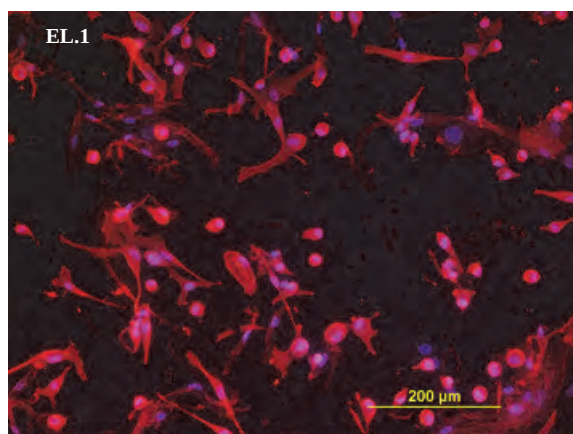


Fig. 9 Morphology and numbers of human bone marrow mesenchymal stem cells (MSC) on day 4 after application on the samples Ti6Al4V alloy anodized in the EL. 1 electrolyte and subsequently exposed to FAS (E.1 FAS), on control unmodified Ti6Al4V samples (K), on standard cell culture polystyrene pits (PS) and on microscopic glass coverslips. Cell numbers are expressed as mean $\pm$ S.E.M. (Standard Error) from 20 measurements (performed on 2 samples, 10 measurements per sample) for each experimental group. ANOVA, Student-Newman-Keuls Method. Statistical significance: * $p \leq 0.05$ in comparison with all other samples.

Uvedený trend pak pokračoval až do konce pokusu, tj. do 7. dne po nasazení. Počty buněk na anodizovaném vzorku EL. 1 nepřesáhly hodnoty naměřené za 1 den po nasazení, což naznačuje, že buňky MSC během týdenní kultivace na tomto vzorku nebyly schopny proliferace. Tyto buňky byly i nadále rozprostřeny po malé ploše, menší než za 1 den po nasazení, prakticky ztratily svůj polygonální či hvězdicovitý tvar a byly mnohdy zakulacené, což svědčí o nízkém stupni adheze buňka-materiál. Jejich počty byly statisticky významně nižší, než na vzorcích modifikovaných FAS a na všech referenčních vzorcích (K, PS a sklo), kde byly za 7 dnů buňky již plně konfluentní (obr. 10).



Obr. 10. Morfologie a počty lidských mezenchymálních kmenových buněk kostní dřeně (MSC) za 7 dnů po nasazení na vzorky slitiny Ti-6Al-4V anodizované v elektrolytech EL. 1 a EL. 1-FAS a na referenční nemodifikované vzorky Ti6Al4V (K), standardní kultivační polystyrénové jamky (PS) a mikroskopická krycí skla (sklo). Počty buněk jsou vyjádřeny jako průměr $\pm$ S.E.M. (střední chyba průměru) z 20 měření (provedených na 2 vzorcích, à 10 měření) pro každou experimentální skupinu. ANOVA, Student-Newman-Keulsova metoda. Statistická významnost: * $p \leq 0,05$ ve srovnání se všemi ostatními vzorky.

Fig. 10 Morphology and numbers of human bone marrow mesenchymal stem cells (MSC) on day 7 after application on the samples of Ti-6Al-4V alloy anodized in the EL. 1 electrolyte and subsequently exposed to FAS (E.1 FAS), on control unmodified Ti6Al4V samples (K), on standard cell culture polystyrene pits (PS) and on microscopic glass coverslips. Cell numbers are expressed as mean $\pm$ S.E.M. (Standard Error) from 20 measurements (performed on 2 samples, 10 measurements per sample) for each experimental group. ANOVA, Student-Newman-Keuls Method. Statistical significance: * $p \leq 0.05$ in comparison with all other samples.

Souhrnné vyhodnocení

Relativně vysokou iniciální adhezi kostních buněk MSC na slitinu Ti6Al4V anodizovanou procesem MAO, ale i jejich nízkou či chybějící proliferační aktivitu v následujících kultivačních intervalech lze vysvětlit vysokou polaritou a hydrofilií uvedených povrchů. Adheze buněk je zprostředkována proteiny extracelulární matrix, jako je fibronectin a vitronectin, které se v podmínkách buněčných kultur spontánně adsorbují

k povrchu materiálu ze séra, používaného jako doplněk standardních kultivačních médií. Na hydrofilních površích jsou tyto proteiny adsorbovány ve výhodné geometrické konformaci, která se blíží konformaci fyziologické a umožňuje snadnou vazbu adhezních receptorů na buněčné membráně. Na vysoce hydrofilních površích, mezi které spadají i povrchy vzorků anodizovaných v El. 1, jsou však proteiny uchyceny slabě a nestabilně, a proto jsou buňky náchylné k odloučení v pozdějších kultivačních intervalech [9]. Svědčí o tom fakt, že počet buněk MSC se na anodizovaných površích prakticky nezvyšoval v průběhu týdenní kultivace, a buňky dokonce zmenšovaly svou plochu adheze a zakulacovaly se. Je známo, že adheze a růst buněk je optimální na mírně hydrofilních površích, na něž se proteiny zprostředkující adhezi buněk adsorbují ve flexibilní konformaci výhodné pro vazbu adhezních receptorů buněk, přičemž uchycení proteinů na povrchu materiálu je relativně pevné a stabilní. Adheze a růst buněk však byly vysoké i na vzorcích modifikovaných FAS (El. 1-FAS), které byly vysoce hydrofobní. Podle odborné literatury se na vysoce hydrofobní vzorky (kontaktní úhel vodní kapky vyšší než 100°) adsorbují proteiny zprostředkující adhezi buněk v rigidní a denaturované konformaci, která je nevýhodná pro vazbu adhezních receptorů buněk. Silikonové substráty pokryté fluoroalkylsilanem (kontaktní úhel $112,2 \pm 2,6^\circ$) výrazně redukovaly růst astrocytů [10] a rovněž redukovaly adhezi a růst bakterií, jako je *Staphylococcus epidermidis* či *Escherichia coli*. Příčiny zvýšeného růstu kostních buněk na površích s FAS v naší studii je tudíž třeba dále zkoumat z hlediska dalších fyzikálně-chemických vlastností tohoto povrchu, jako je např. i jeho drsnost a morfologie.

Závěr

Vývoj aplikace procesu přípravy keramické vrstvy s využitím techniky MAO ukázal na možnosti jejího využití pro modifikaci povrchu implantátů vyrobených ze slitiny Ti6Al4V. U výsledných porézních povrchů po procesu MAO, které byly následně upraveny procesem omílání, byla potvrzena jejich zvýšená korozní odolnost ve srovnání se vzorky bez povrchové úpravy.

Z výsledků adheze a růstu lidských kmenových buněk je patrné, že slitinu Ti6Al4V anodizovanou v elektrolytu procesem MAO lze využít pro konstrukci dočasných ortopedických implantátů, kde není osteointegrace žádoucí. Naopak slitinu Ti6Al4V anodizovanou v alkalickém elektrolytu El. 1 a následně modifikovanou pomocí FAS (elektrolyt El. 1-FAS), je vhodné použít pro konstrukci dlouhodobých implantátů, kde je vyžadována osteointegrace a sekundární stabilita implantátu.

Poděkování

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

Práce byla dále podporována Technologickou agenturou České Republiky (grant č. TA04011214).

Literatura

- [1] XIAO, F., TSURU, K., HAYAKAWA, S., OSAKA, A. In vitro apatite deposition on titania film derived from chemical treatment of Ti substrates with an oxysulfate solution containing hydrogen peroxide at low temperature. *Thin Solid Films*, 441 (2003), 271–276, ISSN 0040-6090.
- [2] WEI, D., ZHOU, Y., JIA, D., WAN, Y. Chemical treatment of TiO₂-based coatings formed by plasma electrolytic oxidation in electrolyte containing nano-HA, calcium salts and phosphates for biomedical applications. *Applied Surface Science*, 254 (2008), 1775–1782, ISSN 0169-4332.
- [3] WEI, D., ZHOU, Y., JIA, D., WANG, Y. Effect of heat treatment on the structure and in vitro bioactivity of microarc-oxidized (MAO) titania coatings containing Ca and P ions. *Surface and Coatings Technology*, 201 (2007), 8723–8729, ISSN 0257-8972.
- [4] YEROKHIN, L. A., LJUBIMOV, V. V., ASHITKOV, V. R. Phase formation in ceramic coatings during plasma electrolytic oxidation of aluminium alloys. *Ceramics International*, 24 (1998), 1–6, ISSN 0272-8842.
- [5] XUE, W., WANG, CH., CHEN, R., DENG, Z. Structure and properties characterization of ceramic coatings produced on Ti-6Al-4V alloy by microarc oxidation in aluminate solution. *Materials Letters*, 52 (2002), 435–441, ISSN 0272-8842. ISSN 0167-577X.
- [6] ZHANG, X., YAO, Z., JIANG, Z., ZHANG, Y., LIU, X. Investigation of the plasma electrolytic oxidation of Ti6Al4V under single-pulse power supply. *Corrosion Science*, 53 (2011), 2253–2262.
- [7] WANG, Y.M., JIA, D.C., GUO, L.X., LEI, T.Q., JIANG, B.L. Effect of discharge pulsating on microarc oxidation coatings formed on Ti6Al4V alloy. *Materials Chemistry and Physics*, 90 (2005), 128–133, ISSN 0254-0584.
- [8] GABOR, R., VLČKOVÁ, I., MALANÍK, K., MICHENKA, V., MARVAN, J., DOUBKOVÁ, M., PAŘÍZEK, M., BAČÁKOVÁ, L. Výzkum a vývoj přípravy a hodnocení anodické vrstvy na titanové slitině Ti6Al4V. *Hutnické listy*, 68 (2015) 6, 84–92, ISSN 0018-8069.
- [9] BACAKOVÁ, L., FILOVÁ, E., PARIZEK, M., RUMML, T., SVORCIK, V. Modulation of cell adhesion, proliferation and differentiation on materials designed for body implants. *Biotechnology Advances*, 29 (2015), 739–767, ISSN 0734-9750.
- [10] PATEL, R., K., TANG, H.; GREVER, E. W. et al. Evaluation of polymer and self-assembled monolayer-coated silicone surfaces to reduce neural cell growth. *Biomaterials*, 27 (2006), 1519–1526, ISSN 0142-9612.

Empirické korelace pro odhad lomové houževnatosti J_{IC} z výsledků penetračních testů

Empirical Correlations for Estimation of Fracture Toughness J_{IC} from the Results of Penetration Tests

prof. Ing. Karel Matocha, CSc.; Ing. Gabriela Rožnovská

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

Pro odhad lomové houževnatosti J_{IC} z výsledků penetračních testů je možno dle CWA 15627 (CEN Workshop Agreement) „Small Punch Test Method for Metallic Materials“ použít dva přístupy:

- 1. přímý odhad lomové houževnatosti z výsledků penetračních testů a empiricky stanovených korelací mezi výsledky standardizovaných zkoušek lomové houževnatosti a efektivní lomovou deformací,*
- 2. EPRI-FAA inovovaný přístup, který je založen na analýze výsledků penetračního testu a stanovení hustoty deformační energie odpovídající iniciaci trhliny při penetračním testu. Použití tohoto přístupu vyžaduje v průběhu penetračního testu snímat nejen závislost zatížení – posunutí razníku, ale i monitorovat povrch zkušebního tělesa a identifikovat okamžik iniciace trhliny.*

V předloženém příspěvku byl studován vliv typu materiálu a normy použité pro stanovení lomové houževnatosti z J-R křivek na empirické korelace mezi výsledky standardizovaných zkoušek lomové houževnatosti a efektivní lomovou deformací ε_f pro oceli 14MoV6-3, P91 a P92 v neprovozovaném stavu. Získané výsledky prokázaly, že empirické korelace závisí na typu materiálu a jsou významně ovlivněny normou použitou pro stanovení lomové houževnatosti.

Klíčová slova: penetrační test; lomová houževnatost; empirická korelace; lomová deformace ε_f ; minimální tloušťka porušeného vzorku h_f

Two approaches may be used to estimate the material fracture toughness J_{IC} by Small Punch tests according to CWA 15627 (CEN Workshop Agreement) „Small Punch Test Method for Metallic Materials“.

- 1. Estimation of fracture toughness from the results of penetration and empirical correlations between result of standardized fracture toughness tests and effective fracture deformation*
- 2. EPRI-FAA based on analysis of the SP test results and determination of the strain energy density corresponding to crack initiation in the small punch test. The use of this approach requires not only recording the load - punch displacement curve but also monitoring of the specimen surface for identification of the crack initiation during SP test.*

In the present paper, the effect of type of material and standard used for determination of fracture toughness from J-R curves on empirical correlations between results of standardized fracture tests and effective fracture deformation was studied for 14MoV6-3, P91 and P92 steels in the as-received state. Results obtained proved that empirical correlations depend on the type of material and that they are significantly affected by the standard used for determination of fracture toughness.

Key words: penetration test; fracture toughness; empirical correlation; fracture deformation ε_f ; minimal thickness of the failed specimen h_f

Provozní spolehlivost a integrita tlustostěnných komponent energetických zařízení pracujících za vysokých teplot a tlaků je významně ovlivněna úrovní lomové houževnatosti použitých materiálů. Snaha o prodloužení projektované životnosti dlouhodobě provozovaných energetických zařízení je nemyslitelná bez znalosti jejich aktuální zbytkové životnosti. Kvalifikované posuzování zbytkové životnosti vyžaduje znalost aktuální

úrovně mechanických charakteristik (meze kluzu, meze pevnosti, DBTT, resp. lomové houževnatosti) použitých materiálů, příp. stupně jejich degradace při minimalizaci objemu zkušebního materiálu odebíraného z posuzované součásti [1].

Použití standardizovaných postupů pro stanovení aktuální lomové houževnatosti materiálu vyžaduje velký

zásah do integrity provozovaného zařízení, který je vyvolaný potřebou odběru poměrně velkého množství zkušebního materiálu [2, 3]. Následné opravy svařováním však mohou být zdrojem zvýšeného výskytu poškození. V září roku 2004 inicioval Evropský výbor pro normalizaci (CEN) vznik dokumentu CWA 15627 (CEN Workshop Agreement) „Small Punch Test Method for Metallic Materials“ [4]. CWA je technická dohoda (doporučení) v rámci CEN a vlastněná CEN jako publikace, která odráží konsenzus konkrétních expertů a organizací odpovědných za její obsah. CWA proto reprezentuje nižší úroveň konsenzu, než jakou představuje evropská norma. CWA 15627 [5] je rozdělena do dvou samostatných částí:

- Part A: A Code of Practice for Small Punch Creep Testing.
- Part B: A Code of Practice for Small Punch Testing for Tensile and Fracture Behaviour. Part B contains also ANNEX B1: „Derivation of tensile and fracture material properties“ and ANNEX B2: „Guidance on relevant technological issues: specimens sampling from components“.

Požadavek minimalizace zkušebního materiálu odebíraného z posuzovaného zařízení je možno zajistit „nedestruktivním“ odběrem vzorku materiálu buď mechanickým odbroušením [4, 6], nebo elektrojiskrovým řezáním [4, 5]. Mechanické vlastnosti materiálu jsou následně stanovovány pomocí penetračních testů pokud možno na zkušebních tělesech tvaru disku o průměru 8 mm a tloušťce 0,5 mm [4].

Pro případy, kdy lomové chování konstrukčních ocelí je popsáno parametry elasto-plastické lomové mechaniky, je možno pro odhad lomové houževnatosti J_{IC} použít dva přístupy [4]:

1. přímý odhad lomové houževnatosti z výsledků penetračních testů na základě znalosti empiricky stanovených korelací mezi lomovou houževnatostí stanovenou standardizovanými postupy [2, 3] a lomovou deformací penetračního testu ε_f [4, 5],

2. EPRI-FAA inovovaný přístup.

Přístup navržený pro EPRI společností FAA (Failure Analysis Associates, Inc.) hodnotí lomové chování na základě hustoty deformační energie potřebné pro iniciaci trhliny při penetračním testu. Postup použitý pro stanovení lomové houževnatosti materiálu z výsledku jednoho penetračního testu je následující:

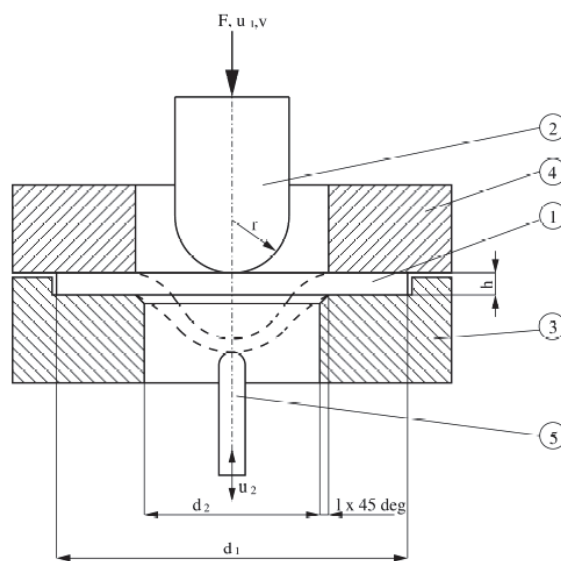
- záznam závislosti zatížení – posunutí razníku při současném monitorování povrchu zkušebního tělesa pro identifikaci okamžiku iniciace trhliny,

- stanovení závislosti $\sigma - \varepsilon$ pro tahovou zkoušku ze závislosti zatížení – posunutí razníku získané v průběhu penetračního testu,
- stanovení hustoty deformační energie odpovídající iniciaci trhliny při penetračním testu,
- stanovení lomové houževnatosti J_{IC} z odhadu síly, při které je dosaženo kritické hustoty deformační energie na čele trhliny u standardizovaného zkušebního tělesa pro stanovení lomové houževnatosti.

V předloženém příspěvku je uveden princip penetračního testu, postup pro stanovení efektivní lomové deformace ε_f a empiricky stanovené korelace $J - \varepsilon_f$ pro materiál neprovozovaných trubek z oceli 14MoV6-3, P91 a P92.

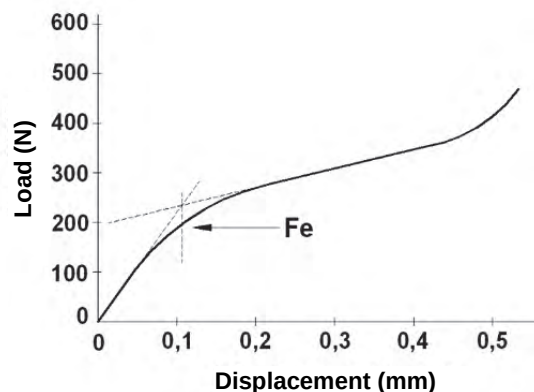
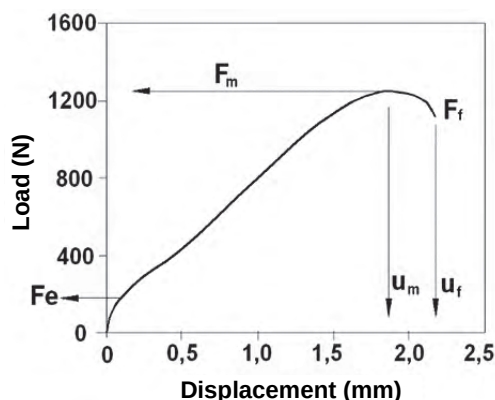
1. Princip penetračního testu

Princip penetračního testu spočívá v průniku razníku s hemisférickou plochou přes plochý vzorek tvaru disku, který je sevřen mezi spodní opěrnou a horní přítlačnou maticí (obr. 1). V průběhu testu je snímána závislost síla – posunutí (posunutí příčnicku zatěžovacího stroje, posunutí razníku a/nebo průhyb vzorku měřený v ose zkušebního disku na jeho protilehlé straně), jak znázorňuje obr. 2.



Obr. 1 Princip penetračního testu (1 - zkušební těleso tvaru disku, 2 - razník, 3 - spodní opěrná matrice, 4 - horní přítlačná matrice, 5 - snímač průhybu) [4]

Fig. 1 Principle of penetration test (1 - specimen, 2 - punch, 3 - receiving die, 4 - clamping die, 5 - deflection measurement rod) [4]



Obr. 2 Závislost zatížení – posunutí razníku snímána v průběhu penetračního testu

Fig. 2 Load - displacement dependence recorded during a small punch test

Z výše uvedené závislosti a porušeného zkušební tělesa jsou stanovovány následující charakteristiky používané pro odhad pevnostních charakteristik a lomového chování materiálů:

- F_e (N) síla charakterizující přechod z linearit do stádia spojovaného s rozvojem plastické deformace přes tloušťku vzorku (plastic bending stage),
- F_m (N) maximální síla zaznamenaná v průběhu penetračního testu,
- u_m (mm) posunutí odpovídající F_m ,
- u_f (mm) posunutí razníku odpovídající porušení zkušební tělesa, které smluvně odpovídá 20% poklesu maximální síly v průběhu penetračního testu ($F_f = 0,8 \cdot F_m$),
- E^{SP} (J) lomová energie vypočtená z plochy pod křivkou síly – posunutí razníku až do okamžiku porušení tělesa u_f ,
- ε_f (1) $\varepsilon_f = \ln(h_o/h_f)$ – efektivní lomová deformace, kde h_o je počáteční tloušťka vzorku a h_f je minimální tloušťka porušeného vzorku.

2. Přímý odhad lomové houževnatosti z výsledků penetračních testů

Pro případy, kdy je lomové chování konstrukčních ocelí popsáno parametry elasto-plastické lomové mechaniky, byla v práci [7] odvozena závislost mezi J_{IC} a ekvivalentní lomovou deformací ε_f . Hodnota J_{IC} je korelována s lomovou deformací vzorku ε_f pomocí vztahu

$$J_{IC} = k \cdot \varepsilon_f - J_o, \quad (1)$$

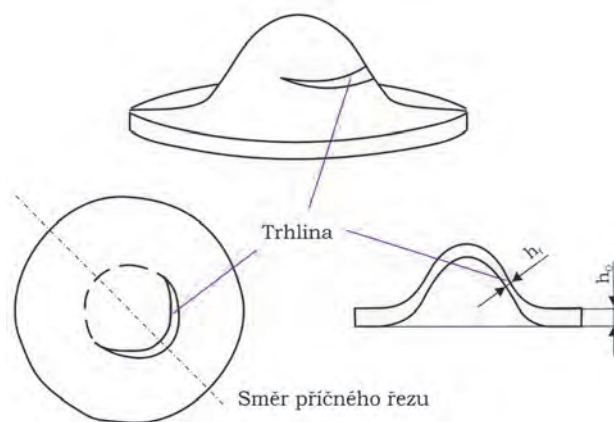
kde k a J_o jsou empiricky stanovené konstanty.

Efektivní lomová deformace ε_f je vyjádřena vztahem

$$\varepsilon_f = \ln \left(\frac{h_o}{h_f} \right). \quad (2)$$

kde h_o je počáteční tloušťka zkušebního disku,
 h_f je minimální tloušťka disku v místě jeho porušení.

Lineární vztah mezi lomovou houževnatostí a efektivní lomovou deformací podle rov. (1) byl použit pro stanovení empirické korelace v řadě prací [8 – 15]. Každý z autorů však odvodil ze získaných výsledků svoji vlastní empirickou korelaci. Je tedy evidentní, že efektivní lomová deformace je významně ovlivněna tloušťkou a průměrem penetračního disku, průměrem razníku, rozměry zkušební přípravky a typem materiálu. Postup pro stanovení minimální tloušťky porušeného penetračního disku h_f uvedený v CWA 15627 [4] je znázorněn na obr. 3.



Obr. 3 Postup při stanovení minimální tloušťky porušeného vzorku h_f [4]

Fig. 3 Procedure for determination of minimal thickness of failure specimen h_f [4]

3. Experimentální materiál

Jako experimentální materiál byla použita trubka z oceli 14MoV6-3 ($\varnothing 457 \times 28$ mm) v neprovozovaném stavu a po expozici 151062 hodin na teplotě 540 °C a trubky z oceli P91 ($\varnothing 272 \times 32$ mm) a z P92 ($\varnothing 219 \times 22,2$ mm) v neprovozovaném stavu. Všechny trubky byly vyrobeny ve VT TŽ, a.s. Pro stanovení korelační závislosti mezi lomovou houževnatostí a ekvivalentní lomovou deformací ε_f byl materiál neprovozované trubky z oceli 14MoV6-3 tepelně přepracován 5 režimy, které umož-

nily získat mechanické vlastnosti v co nejširším rozmezí (viz tab. 1). Materiály neprovozovaných trubek z ocelí P92 a P91 byly z téhož důvodu přepracovány třemi režimy tepelného zpracování (viz tab. 2 a tab. 3).

Tab. 1 Výsledky zkoušek tahem při laboratorní teplotě materiálu 14MoV6-3

Tab. 1 Results of tensile tests at laboratory temperature of the material 14MoV6-3

Materiál	Tepelné zpracování	R_{eL}	R_m	A	Z
		(MPa)		(%)	
Dodaný stav		350	492	31,8	81
po TZ1	940 °C/1 hod./voda + 720 °C/2 hod./vzduch	664	725	24,7	78
po TZ2	940 °C/1hod./pec + 720°C/ 2 hod./vzduch	319	462	25,6	78
po TZ3	940 °C/ 1 hod./olej + 720°C/ 2 hod./vzduch	616	701	25,5	77
po TZ4	940 °C/1 hod./vzduch + 720 °C/2 hod./vzduch	403	536	30,3	83
po TZ5	940 °C/1 hod./vzduch + 700 °C/2 hod./vzduch	426	554	30,0	81
po 151 062 hod. na teplotě 540 °C		292	494	32,0	76

Tab. 2 Výsledky zkoušek tahem při laboratorní teplotě materiálu P92

Tab. 2 Results of tensile tests at laboratory temperature of the material P92

Materiál	Tepelné zpracování	R_{eL}	R_m	A	Z
		(MPa)		(%)	
Dodaný stav		669	805	21,5	65
po TZ1	780 °C/2 hod./vzduch	522	697	26,2	70
po TZ2	760 °C/2 hod./vzduch	541	709	23,1	69
po TZ4	800 °C/ 2 hod./vzduch	511	686	22,2	63

Tab. 3 Výsledky zkoušek tahem při laboratorní teplotě materiálu P91

Tab. 3 Results of tensile tests at laboratory temperature of the material P91

Materiál	Tepelné zpracování	R_{eL}	R_m	A	Z
		(MPa)		(%)	
Dodaný stav		741	859	19,4	64
po TZ1	780 °C/2 hod./vzduch	498	669	25,9	71
po TZ2	760 °C/2 hod./vzduch	572	718	24,3	71
po TZ4	750 °C/45 min./vzduch	616	753	23,5	72

4. Experimentální výsledky

4.1 Stanovení lomové houževnatosti při pokojové teplotě

Charakteristickým znakem lomového chování oceli 14MoV6-3, P92 i P91 při pokojové teplotě je stabilní růst tvárné trhliny. Z tohoto důvodu byly u materiálů v dodaném stavu a po všech tepelných zpracováních stanoveny R křivky dle [2] metodou více zkušebních těles. Zkoušky byly prováděny na zkušebních tělesech CT o tloušťce $B = 20$ mm a šířce $W = 40$ mm. Jednotlivá zkušební tělesa byla zatěžována na zkušebním zařízení MTS 500 kN v režimu konstantní rychlosti pohybu pístnice $0,5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. V průběhu každé zkoušky byla zaznamenána závislost síla – posunutí síly v ose zatěžování. Na základě změřených závislostí síla – posunutí síly byly vypočteny hodnoty J -integrálů. Pro stanovení stabilního růstu trhliny Δa v průběhu každé zkoušky byla zkušební tělesa po odlehčení zabarvena v peci při teplotě 300°C a dolomena v kapalném dusíku. Na lomových plochách pak byla pomocí měřicího mikroskopu změřena délka počáteční únavové trhliny a_0 a její přírůstek Δa . Hodnoty lomové houževnatosti pro všechny 3 materiály a použité stavy tepelného zpracování byly vyjádřeny parametrem $J_{0,2BL}$ [2] stanoveným z J-R křivky „offset metodou“ pro stabilní přírůstek trhliny $0,2$ mm od konstrukční křivky.

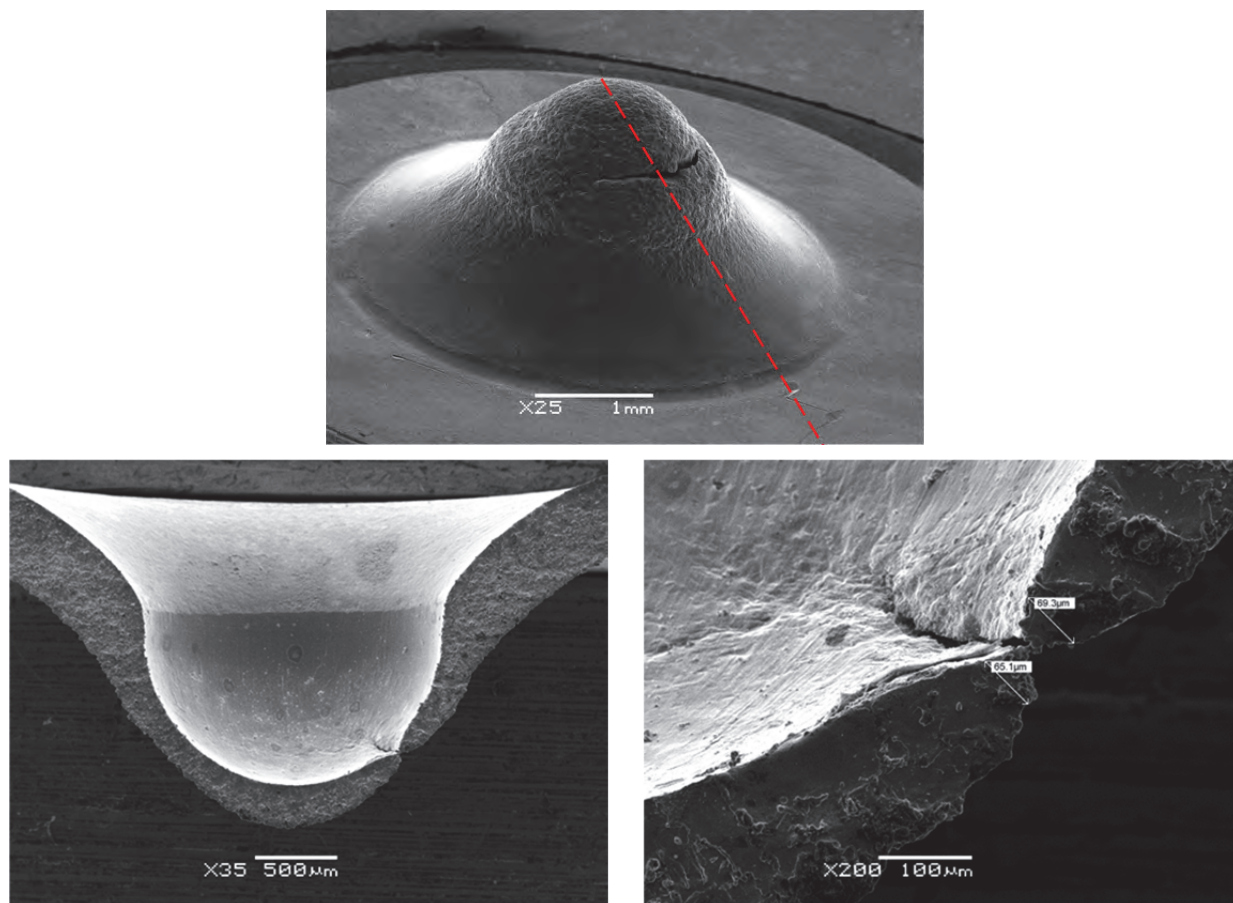
Pro posouzení vlivu normy použité pro stanovení lomové houževnatosti byly u ocelí P91 a P92 stanoveny rovněž hodnoty lomové houževnatosti dle ASTM 1820 [3].

4.2 Penetrační testy při pokojové teplotě

Penetrační testy při pokojové teplotě ($+23^\circ\text{C}$) byly prováděny na servo-mechanickém zkušebním zařízení Lab Test 5.10ST o maximální síle 5 kN razníkem s hemisférickou plochou o průměru $2,0 \text{ mm}$. Pro penetrační testy byly použity disky o průměru 8 mm a tloušťce $h_0 = 0,5 \pm 0,005 \text{ mm}$. Zkoušky byly prováděny při rychlosti pohybu příčníku $1,5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. V průběhu testu byla snímána závislost síla – posunutí příčníku.

4.3 Stanovení minimální tloušťky porušeného disku h_f

Rozřezání porušených penetračních disků bylo provedeno na CNC elektroerozivní drátové děličce, model ACCUTEX AU-500iA drátem o průměru $0,25 \text{ mm}$. Porušený vzorek je vložen do speciálního přípravku, který zajišťuje kolmost řezu a umožňuje provést řez uprostřed obvodové trhliny (obr. 3, obr. 4). Měření minimálních tloušťek disků h_f bylo prováděno na elektronovém mikroskopu JEOL JSM 5510 (obr. 4) a na světelném mikroskopu KEYENCE, který byl zakoupen speciálně pro tyto účely, na obou stranách rozřezaného vzorku. Minimální hodnoty naměřené na každém rozřezaném vzorku pak byly použity pro výpočet ekvivalentní lomové deformace ε_f .



Obr. 4 Postup pro stanovení h_f

Fig. 4 Procedure used for determination of h_f

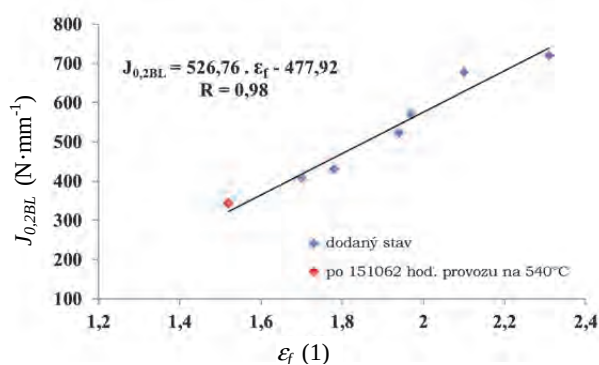
4.4 Empirické korelace pro stanovení lomové houževnatosti z výsledků penetračních testů

V tab. 4 je uvedena empirická korelace pro stanovení lomové houževnatosti z výsledků penetračních testů při pokojové teplotě pro ocel 14MoV6-3. Graficky je tato empirická korelace znázorněna na obr. 5 spolu s lomovou houževnatostí a efektivní lomovou deformací stanovenou u oceli 14MoV6-3 po dlouhodobém provozu na teplotě 540 °C.

Tab. 4 Korelační závislost $J_{0,2BL}$ vs. ε_f stanovená pro ocel 14MoV6-3 v neprovozovaném stavu a po dlouhodobém provozu

Tab. 4 Correlation dependence $J_{0,2BL}$ vs. ε_f determined for 14MoV6-3 steel in as received state and after long term operation

R_{eL}	R_m	ε_f	$J_{0,2BL}$
(MPa)		(1)	(N·mm ⁻¹)
350	492	2,31	720
664	725	1,78	430
319	462	1,94	522
616	701	1,70	409
403	536	2,10	678
426	554	1,97	570
292	494	1,52	342



Obr. 5 Korelace pro stanovení lomové houževnatosti z výsledků penetračních testů pro ocel 14MoV6-3

Fig. 5 Correlation for determination of fracture toughness from the results of penetration tests for 14MoV6-3 steel

Z obr. 5 je zřejmé, že korelace stanovená pro ocel v neprovozovaném stavu může být použita pro stanovení aktuální lomové houževnatosti po dlouhodobém provozu.

V tab. 5 jsou uvedeny empirické korelace pro stanovení lomové houževnatosti z výsledků penetračních testů při pokojové teplotě pro ocel P92 dle ISO 12135 ($J_{0,2BL}$) a ASTM 1820 (J_Q).

Tab. 5 Korelační závislosti $J_{0,2BL}$ vs. ε_f a J_Q vs. ε_f stanovené pro ocel P92 v neprovozaném stavu

Tab. 5 Correlation dependences $J_{0,2BL}$ vs. ε_f and J_Q vs. ε_f determined for P92 steel in as received state

$R_{p,0,2}$	R_m	ε_f	$J_{0,2BL}$	J_Q
(MPa)		(1)	(N·mm ⁻¹)	
669	805	0,91	213	234
522	697	1,20	250	408
541	709	1,02	238	286
511	686	1,00	240	300

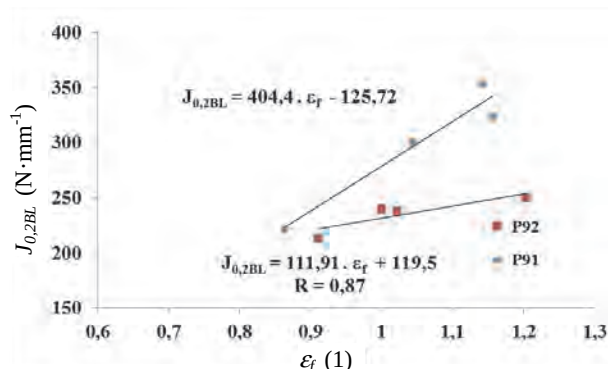
V tab. 6 jsou uvedeny empirické korelace pro stanovení lomové houževnatosti z výsledků penetračních testů při pokojové teplotě pro ocel P91 dle ISO 12135 ($J_{0,2BL}$) a ASTM 1820 (J_Q).

Tab. 6 Korelační závislosti $J_{0,2BL}$ vs. ε_f a J_Q vs. ε_f stanovené pro ocel P91 v neprovozaném stavu

Tab. 6 Correlation dependences $J_{0,2BL}$ vs. ε_f and J_Q vs. ε_f determined for P91 steel in as received state

$R_{p,0,2}$	R_m	ε_f	$J_{0,2BL}$	J_Q
(MPa)		(1)	(N·mm ⁻¹)	
741	859	0,86	221	257
498	669	1,14	354	484
572	718	1,16	323	443
616	753	1,04	300	371

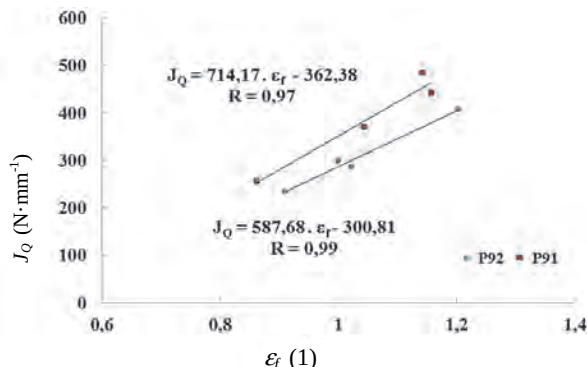
Na obr. 6 jsou graficky znázorněny empirické korelace pro stanovení lomové houževnatosti $J_{0,2BL}$ dle ISO 12135 pro oceli P91 a P92.



Obr. 6 Korelace pro stanovení lomové houževnatosti $J_{0,2BL}$ dle ISO 12135 z výsledků penetračních testů při pokojové teplotě pro oceli P91 a P92

Fig. 6 Correlations for determination of fracture toughness $J_{0,2BL}$ according to ISO 12135 from the results of penetration tests at room temperature for P91 and P92 steels

Na obr. 7 jsou graficky znázorněny empirické korelace pro stanovení lomové houževnatosti J_Q dle ASTM 1820 pro oceli P91 a P92.



Obr. 7 Korelace pro stanovení lomové houževnatosti J_Q dle ASTM 1820 z výsledků penetračních testů při pokojové teplotě pro oceli P91 a P92

Fig. 7 Correlations for determination of fracture toughness J_Q according to ASTM 1850 from the results of penetration tests at room temperature for P91 and P92 steels

Z porovnání korelací na obr. 6 a obr. 7 je zřejmé, že empirické korelace pro stanovení lomové houževnatosti dle ASTM 1820 vykazují významně vyšší koeficient korelace pro obě sledované oceli.

Závěr

Z výsledků zkoušek lomové houževnatosti a penetračních testů při pokojové teplotě u materiálu neprovozaných a provozovaných trubek z ocelí 14MoV6-3 a neprovozaných trubek z ocelí P91 a P92 lze učinit následující závěry.

- Empirické korelace ve tvaru $J_{IC} = k \cdot \varepsilon_f - J_0$ je možno použít pro odhad lomové houževnatosti sledovaných ocelí z výsledků penetračních testů při pokojové teplotě.
- Empirické korelace jsou významně závislé na typu materiálu.
- Empirickou korelaci pro ocel 14MoV6-3 je možno použít pro odhad lomové houževnatosti po dlouhodobém provozu této oceli na teplotě 540 °C.
- Empirické korelace jsou významně ovlivněny normou použitou pro stanovení lomové houževnatosti z J-R křivek.
- Empirické korelace pro stanovení lomové houževnatosti dle ASTM 1820 vykazují významně vyšší koeficient korelace v porovnání s empirickými korelacemi pro stanovení lomové houževnatosti dle ISO 12135 pro obě sledované oceli.
- Přímý odhad lomové houževnatosti z výsledků penetračních testů by měl být v rámci transformace CWA 15627 na EN normu do tohoto dokumentu zahrnut.

Poděkování

Príspevek vznikl v rámci řešení Centra kompetence TAČR TE01020068 „Centrum výzkumu a experimentálního vývoje spolehlivé energetiky“.

Literatura

- [1] MATOCHA, K., PURMENSÝ, J. Determination of Actual Mechanical Properties of Power Plant Components by Small Specimen Testing Techniques. *KEMA Workshop „Small Punch Testing“*, Arnhem October 28, 2005.
- [2] ISO 12135 Metallic materials – Unified method of test for the determination of quasistatic fracture toughness. ISO 12135:2002(E).
- [3] ASTM E1820-15a Standard Test Method for Measurement of Fracture toughness. 2016 Annual Book of ASTM Standards, Section 3, Volume 03.01, p. 1097.
- [4] CEN WORKSHOP AGREEMENT „Small Punch Test Method for Metallic Materials, CWA 15627: 2007 D/E/F, December 2007.
- [5] MATOCHA, K. *Hodnocení mechanických vlastností konstrukčních ocelí pomocí penetračních testů*. Monografie, VŠB-TU Ostrava & MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., 2010, obálka a tisk GEP ARTS s.r.o., ISBN 978-80-248-2223-5.
- [6] ROBERTS, R. R., BORRADAILE, B. J., MITCHELL, R. J. Material Sampling from Components within the Nuclear Industry and the Extraction of Useful Materials Information. In *1st 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.
- [7] BAYOUMI, M. R., BASSIM, M. N. Study of the Relationship Between Fracture Toughness (J_{IC}) and Bulge Ductility. *International Journal of Fracture*, 23 (1983), 71–79.
- [8] KONOPÍK, P., DŽUGAN, J., PROCHÁZKA, R. Determination of Fracture Toughness and Tensile Properties of Structural Steels by Small Punch Test and Micro-tensile Test. In *METAL 2013*, 15–17 May 2013, Brno, CD-ROM.
- [9] SHAH, P. K., CHATTERJEE, S.: Measurement of Tensile and Fracture Toughness Properties Using Small Punch Test. Pressure Vessels and Piping. In. *International Conference & Exhibition on Pressure Vessels and Piping “OPE 2006 – CENNAI”*, 7–9, February 2006, Chennai, India, CD-ROM.
- [10] GUAN, K., HUA, L., WANG, Q., ZOU, X., SONG, M. Assessment of Toughness in Long Term Service CrMo Low Alloy Steel by Fracture Toughness and Small Punch Test. *Nuclear Engineering and Design*, 241 (2011), 1407–1413.
- [11] DŽUGAN, J., KONOPÍK, P. Evaluation of Fracture Toughness Properties for Low Carbon Steel in the Brittle State by Small Punch Test Technique. In. *1st Int. Conf. SSTT (Small Sample Test Techniques)*, Vol. 63, pp. 119–122; 2010, Metallurgical Journal.
- [12] KONOPÍK, P., DŽUGAN, J. Small Punch Test Application to Fracture Toughness Determination in the Upper Shelf Region. In. *1st Int. Conf. SSTT (Small Sample Test Techniques)*, Vol. 63, pp. 123–127, 2010, Metallurgical Journal, ISSN 0018-8069.
- [13] MISAWA, T., NAGATA, S., AOKI, N., ISHIZAKA, J., HAMAGUCHI, Y. Fracture Toughness Evaluation of Fusion Reactor Structural Steels at Low Temperatures by Small Punch Tests. *Journal of Nuclear Materials*, 169 (1989), 225–232.
- [14] MAO, X., SAITO, M., TAKAHASHI, H. Small Punch Test to Predict Ductile Fracture Toughness J_{IC} and Brittle Fracture Toughness K_{IC} . *Scripta METALLURGICA*, 25 (1991), 2481–2485.
- [15] *Small Punch Testing for Fracture Toughness Measurement, R-105130*. Research Project 2426-38, Prepared for EPRI, June 1995.

Je vyráběno stále méně surové oceli v elektrických pecích

recycling.de

31.05.2016

Výrobou surové oceli v elektrických pecích, založené na železném šrotu, je produkováno stále méně surové oceli. Zatímco v roce 2006 bylo ještě vyráběno až 32 % celosvětové produkce surové oceli tímto způsobem, o deset let později v roce 2015 bylo již jen 25,1 %. Podíl elektrooceli klesá v celkové produkci již tři roky po sobě. Jak ukazují nejnovější statistiky worldsteel, například největší producent oceli na světě Čína sází v současné době prakticky stoprocentně jen na kyslíkový proces. Podstatný pokles podílu elektrooceli v posledních deseti letech vyplývá především z minimálního podílu tohoto výrobního způsobu v Číně (v roce 2015 jen 6,1 %), v Německu činí podíl elektrooceli v posledních deseti letech konstantních 30–32 % s trvale klesající tendencí.

Výsledky setkání G7 v Japonsku: Musí přijít rychlá řešení k odbourání přebytečných kapacit na výrobu oceli

Stahl Aktuell

08.06.2016

Přestavitelé zemí G7 byli na posledním setkání v Japonsku zneklidněni globálními přebytečnými kapacitami v některých odvětvích, zejména v ocelářském průmyslu. V následném komuniké se rozhodli tento problém řešit co nejrychleji, aby se našly možnosti k odbourání přebytečných kapacit. Znepokojeni jsou zejména vládními subvencemi, které pokrývají a deformují trh. V názoru na věc si byli účastníci setkání jednotní. „Aniž by se jmenovitě uvedla Čína, která se jednání neúčastnila, obrací se komuniké proti největším světovým výrobcům oceli,“ komentuje výsledky jednání Commerzbank. G7 chce využít mimo jiné organizace jako je OECD, aby se vedla jednání o likvidaci přebytečné nabídky.

Recenzované výzkumné články

Makrostrukturní a chemická homogenita ocelového ingotu

Macrostructural and Chemical Homogeneity of the Steel Ingot

Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D.¹; Ing. Vladislav Kurka, Ph.D.¹; Ing. Jana Kosňovská¹; Ing. Šárka Štefanišinová¹; doc. Ing. Ladislav Socha, Ph.D.²

¹ MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Pohraniční 693/31, 703 00 Ostrava-Vítkovice, Česká republika

² VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Katedra metalurgie a slévárenství, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava – Poruba, Česká republika

Společnost MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. (dále jen MMV) řeší výzkumný projekt *Technologie intenzivního chlazení oceli odlité do kokily*. Tento projekt je podpořen z programu „Podpora vědy a výzkumu v Moravskoslezském kraji 2015“. V rámci projektu bude odzkoušena technologie intenzivního chlazení oceli odlité do kokily. Řešení projektu je rozděleno na dvě části. V první části byl odlit referenční ingot. Byl proveden rozbor makrostrukturní a chemické homogenity odlitého ingotu, který je obsahem tohoto příspěvku.

Klíčová slova: ocel; ingot; chlazení oceli; lití do kokily; chemická homogenita; makrostrukturní homogenita

Company MATERIAL AND METALLURGICAL RESEARCH Ltd. (Hereinafter MMV) has research project *"Technology of intensive cooling of steel during casting into the mold set"*. This project is supported by the program *"Support for science and research in the Moravian-Silesian Region 2015"*. The project will test the technology of intensive cooling of steel during casting into the mold set. The project is divided into two parts. In the first part the reference ingot was cast. The ingot was subjected to the tests of macroscopic homogeneity and chemical homogeneity, which is presented in this paper.

Macrostructure of the ingot in sections corresponds to the theoretical assumption. Chemical analysis was made over the cross section of the sections of the ingot, and confirmation was made in the section of the body. The presented results describe the standard cast ingot, which will serve for comparison of macrostructure and chemical homogeneity of the second ingot, which will be intensively cooled during casting. To achieve the best results for comparison, this second ingot will be analyzed in the same way.

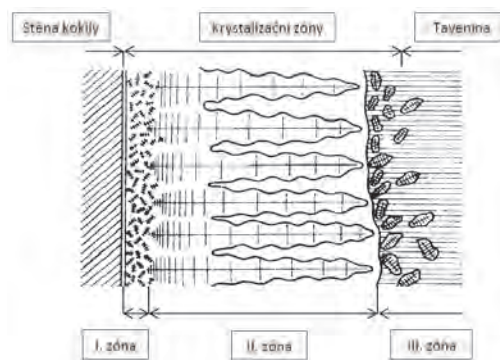
Key words: steel; ingot; cooling steel; ingot casting; chemical homogeneity; macroscopic homogeneity

1. Krystalizace a tuhnutí oceli v ingotu

Proces krystalizace a tuhnutí ocelového ingotu je značně složitý. V jeho průběhu dochází k rozvoji chemických, tepelných, kinetických a fyzikálně chemických procesů, které výrazným způsobem ovlivňují nejen růst a tvar krystalů, ale také jejich rozměry a orientaci. Během tuhnutí ocelových ingotů dochází také ke vzniku nesterenodností, které jsou příčinou nedostatků a vad.

Struktura ocelových ingotů je charakterizována třemi krystalizačními zónami, jak je patrné na obr. 1. První zóna představuje zónu drobných rovnoosých krystalů, která se rozkládá v povrchových vrstvách ingotu, tzv. líčí kůra. Na první zónu navazují protažené krystaly ve směru odvodu tepla, tzv. kolumnární krystaly. Třetí zóna je umístěna ve střední části ingotu a tvoří ji oblast hrubých různě orientovaných krystalů. Charakteristika

jednotlivých zón závisí na chemickém složení a fyzikálních vlastnostech oceli, dále hmotnosti ingotu, teplotě kovu při odlévání a celé řadě dalších faktorů.



Obr. 1 Schéma struktury krystalizačních zón ocelového ingotu [2]
Fig. 1 A structure diagram of the crystallization zones of the steel ingot [2]

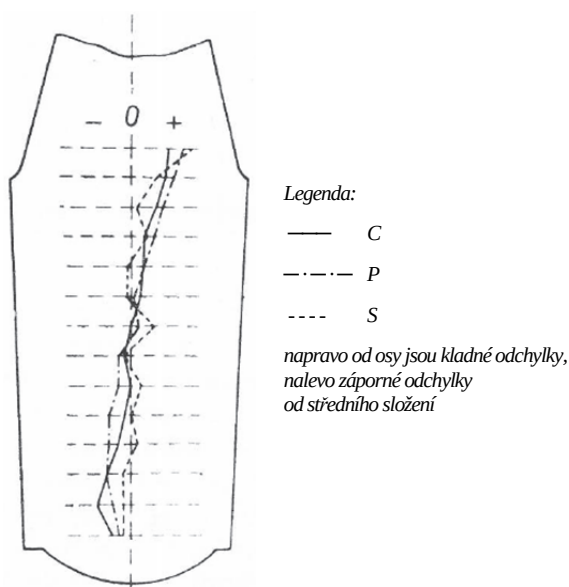
Při tuhnutí oceli obsahující příměsi se vylučují nejdříve tuhé fáze, které jsou chudší na příměsi. To znamená, že nejdříve tuhne část taveniny s vyšší teplotou tavení, zatímco část taveniny obohacená o příměsi je vytěšňována do později tuhoucích prostorů. Děje probíhající podle těchto zákonitostí a podporované průběhem dalších složitých fyzikálních a chemických dějů (unikání plynů z oceli, poruchy struktury během tuhnutí, odměšování složek navzájem nedokonale mísitelných apod.) vedou k tomu, že výsledná struktura oceli není homogenní. Prvky obsažené v oceli je možné seřadit dle klesajícího stupně segregace následujícím způsobem: síra, fosfor, uhlík, křemík a mangan. V tab. 1 je uveden sklon jednotlivých prvků k segregaci.

Tab. 1 Sklon jednotlivých prvků k segregaci (vyjádřený hodnotou 1 – koeficient segregace) [3]

Tab. 1 The tendency of individual elements to segregation expressed by 1 - coefficient of segregation) [3]

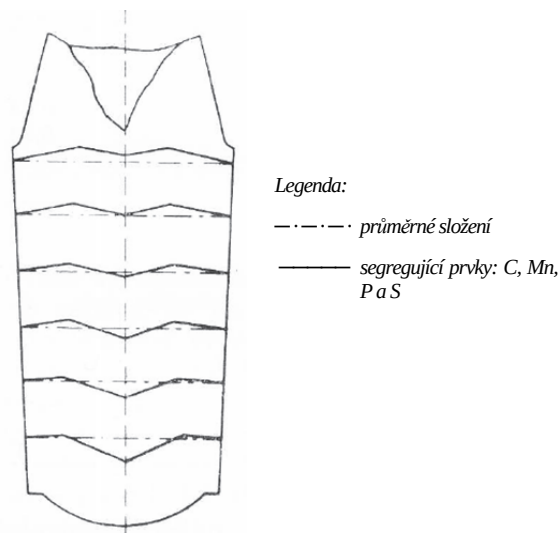
Prvek v oceli	1 - koeficient segregace	Prvek v oceli	1 - koeficient segregace
Síra	0,95	Nikl	0,20
Titan	0,95	Mangan	0,16
Fosfor	0,93	Vanad	0,10
Kyslík	0,90	Hliník	0,08
Uhlík	0,87	Kobalt	0,08
Měď	0,44	Chrom	0,05
Křemík	0,34	Wolfram	0,05
Molybden	0,30	-	-

Stupeň segregace jednotlivých prvků spočívá v tvorbě nové specificky lehčí fáze, bohaté zejména na síru, fosfor a uhlík, která má tendenci vystupovat do horní části ingotu, jak je patrné z obr. 2. Stupeň segregace jednotlivých prvků se mění nejen ve svislém řezu ingotu, ale i v příčných řezech, jak je vidět na obr. 3.



Obr. 2 Ukázka průběhu chemického složení v ose ingotu [3]

Fig. 2 Chemical composition in the axis of the ingot [3]



Obr. 3 Ukázka průběhu chemického složení v ose ingotu [3]

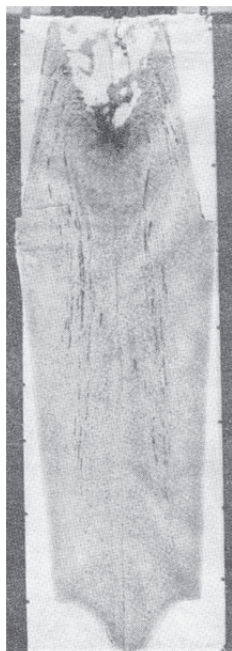
Fig. 3 Chemical composition in the axis of the ingot [3]

Rozeznáváme dva typy segregací, a to pásmovou (zonální) a dendritickou (krystalovou). Pásmová segregace prvku nastává během tuhnutí ingotu. Velikost vyloučených prvků závisí na poměru mezi rychlostí efektivní difuze a rychlostí krystalizace. Při počáteční rychlé krystalizaci nenastává pásmová segregace a teprve při dalším zpomalení krystalizace je umožněn difuzní přechod segregujících prvků do volné taveniny. Za sloupovitou vrstvou ingotu, kde nastává zrychlené tuhnutí, ztuhne matečná tavenina obohacená segregovanými prvky.

Dendritická segregace se projevuje v mikroskopických částech při růstu každého dendritu. Uzavřením matečné taveniny mezi větvemi dendritu a omezením konvenčního pohybu částic kovové hmoty a difuzí nastává tzv. dendritická segregace. Při tuhnutí dendritu i krátce po jeho ztuhnutí probíhá difuze. Proto je výsledný stupeň dendritické segregace dán nejen koeficientem segregace, ale i koeficientem difuze a rychlostí krystalizace. Na hranici krystalizačního pásma však nemůže uzavírání taveniny osami dendritů proběhnout úplně a příměsi difundují do volné taveniny. Tím probíhá kromě dendritické segregace i celkové obohacení volné taveniny segregujícími prvky a vzniká tzv. pásmová segregace. Proto jsou oba typy segregací, dendritická a pásmová, v úzkém vzájemném vztahu. Zvýší-li se např. difuze příměsí z krystalizačního pásma do taveniny mícháním, podporuje se pásmová segregace. Kdyby naopak tato difuze vůbec neprobíhala, pásmová segregace by prakticky nevznikla. Při průběhu dendritické segregace nastává i místní zvýšení koncentrace některých nečistot, např. sulfidů, oxidů a nitridů. Dendritická segregace může být příčinou vzniku trhlinek účinkem tepelného i strukturního pnutí. Může mít také vliv na popouštěcí křehkost, obrobitelnost a tvárnost ingotu.

Místní, výrazně omezené segregace makroskopických rozměrů se nazývají vycezeniny. Ve vycezeninách jsou koncentrovány nejen segregující prvky, ale i vměstky,

mikrostaženiny, nečistoty a plyny. Vycezeniny vznikají vyplňováním poruch v pravidelné krystalizační struktuře segregovanou matečnou taveninou z mezosových prostorů dendritů v jejich okolí. Vycezeniny se dělí podle tvaru na vycezeniny typu A, nacházející se v mimoosové části, jak je patrné z obr. 4, a vycezeniny typu V, vyskytující se v ose ingotu, jak je vidět na obr. 5.



Obr. 4 Stvolové vycezeniny typu A na Baumannově otisku podélného řezu ingotem [3]

Fig. 4 Segregations of the type A on Bauman's printing of longitudinal section of the ingot [3]



Obr. 5 Mezerové vycezeniny typu V na Baumannově otisku podélného řezu ingotem

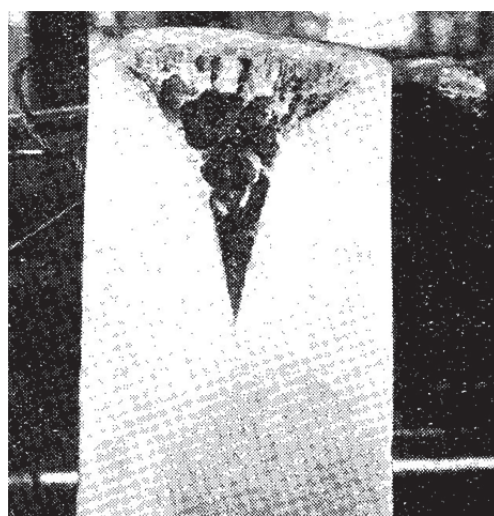
Fig. 5 Segregations type V on Bauman's printing of longitudinal section of the ingot

V ingotech ukladněné oceli jsou segregace koncentrovány v horní části pod staženinou a jsou představovány segregací typu V. Vycezeniny typu A se nacházejí v mimoosové části ingotu. V ingotech neuklidněné oceli je segregace výraznější než v ingotech oceli ukladněné. Vysvětlení spočívá v intenzivním vývinu plynů, v jehož důsledku se zrychluje soustředění segregčních prvků ve střední a hlavové části ingotu. Segregace v ingotu se zvyšuje ve směru od povrchu do středu a od paty k hlavové části ingotu. Stupeň segregace neuklidněné oceli roste se zvyšováním hmotnosti ingotu a koncentrace segregujících prvků s růstem teploty odlévání a snižováním rychlosti krystalizace oceli.

V poslední fázi tuhnutí ingotu dochází ke vzniku staženiny, jak je patrné z obr. 6. Souvisí to se zmenšováním objemu oceli již při snižování teploty z lící teploty na teplotu likvidu a dále pak s poklesem teplot mezi likvidem a solidem.



a) ingot s hlavovým nástavcem



b) ingot bez hlavového nástavce

Obr. 6 Ukázka charakteru a velikosti staženin v těle ingotu [3]

Fig. 6 Example of character and size of shrinkage cavities in the body of the ingot [3]

Staženina by měla zaujímat jen část ingotu, a to v jeho hlavové části (hlavovém nástavci). Proto nelze považovat staženinu za vadu. V případě, že staženina zasahuje do těla ingotu, stává se vadou, která se často zjistí až při jeho tváření, kdy v jejím důsledku vznikají na výkovicích nebo vývalcích vady. Kolem staženiny a především v jejím pokračování v ose směrem k patě ingotu při tzv. neovlivněném tuhnutí ingotu vznikají řediny a pórovitost. Uvedené řediny pod staženinou vznikají podobně jako staženina při tuhnutí posledních zbytků oceli, kdy se již nedostává dostatečné množství tekuté oceli k vyplnění vnitřních dutin.

Proto jsou při odlévání oceli prováděna opatření k tomu, aby staženina zaujímal co nejmenší objem. Velikost, tvar a umístění staženiny závisí na celé řadě parametrů a opatření, mezi které patří např. tvar kokily, tvar

a povrchová úprava hlavového nástavce, použití izolačních desek v hlavovém nástavci, teplota a rychlost odlévání, způsob odlévání a další faktory.

2. Charakteristika poloprovozního experimentu

Pro experiment, tj. odlití referenčního ingotu (experiment část 1) a následné porovnání s ingotem, u kterého bude ověřována technologie intenzivního chlazení (experiment část 2), byla vybrána značka oceli ČSN 14 209, která byla modifikována molybdenem a v této publikaci je dále tedy označována jako 14209Mo. Požadované chemické složení oceli 14209Mo a chemické složení odlité taveniny z indukční pece (dále jen IP) do lící pánve (dále jen LP) je uvedeno v tab. 2.

Tab. 2 Požadované a cílové chemické složení jakosti oceli 14209Mo

Tab. 2 Required and target chemical composition of the steel grade 14209Mo

Ocel 14209Mo		Chemické složení (hm. %)										T _{lik} (°C)
		C	Si	Mn	Cr	Mo	Cu	Ni	P	S	Al	
Požadavek	min.	0,90	0,35	0,90	1,30	1,20		-	-	-	-	1471
	max.	1,10	0,65	1,20	1,65	1,30	0,250	0,30	0,027	0,030	0,010	1450
Tavenina v LP		1,00	0,44	0,99	1,53	1,24	0,035	0,08	0,018	0,009	0,018	1457

Průběh experimentu probíhal následujícím způsobem. Tavenina byla vyrobena v atmosférické IP. Hmotnost tavby byla 1 750 kg. Po roztavení základní vsázky a legujících přísad byla provedena kontrola chemického složení a úprava obsahu prvků legováním na požadované rozmezí.



Obr. 7 Odlévání taveniny z atmosférické indukční tavicí pece do lící pánve

Fig. 7 Melt casting from atmospheric induction melting furnace into the ladle

Po ohřevu na lící teplotu 1 598 °C byla tavenina odlita do LP, jak je patrné z obr. 7. Přelitím do LP tavenina zchladla na teplotu 1 551 °C. Poměrně vysoká teplota lití (94 °C nad teplotou likvidu) byla dána dlouhodobými praktickými zkušenostmi při odlévání oceli na pracovišti autorů, kdy tekutá ocel v nízkokapacitní

pánvi rychleji chladne. Chemické složení taveniny v lící pánvi je uvedeno v tab. 2. Hladina taveniny v LP byla ihned zakryta krycí struskou. Následně bylo v době do cca 1 min. započato její odlévání do kokilové sestavy, jak je vidět na obr. 8. Tavenina byla odlita pod ochrannou atmosférou argonu spodem do kokilové sestavy typu V2A. Doba odlévání těla trvala 5,5 min. a doba odlévání celého ingotu 7,2 min. Hmotnost odlitého ingotu činila 1 690 kg. Ingot byl po utužení v kokile, po cca 60 min., stripován a vložen do žhací pece na žhání na měkko s výdrží 4 hodiny na teplotě 770 °C a pomalým ochlazením v peci.

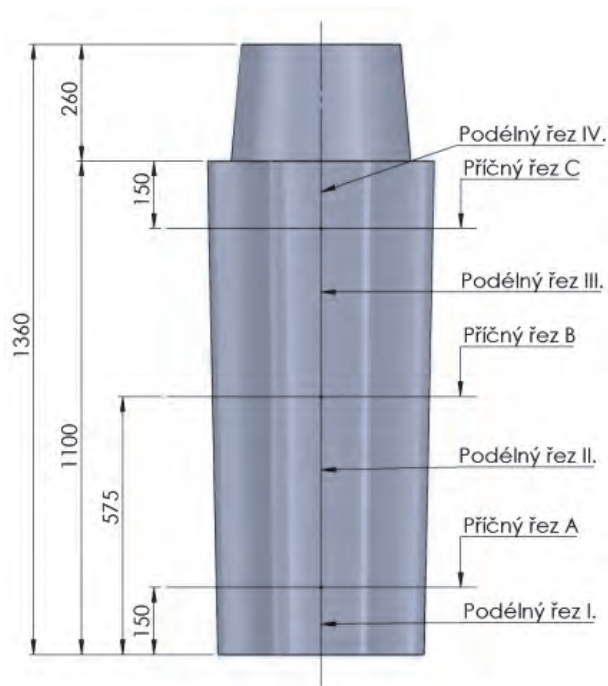


Obr. 8 Odlévání taveniny z lící pánve spodem do kokilové sestavy V2A

Fig. 8 Bottom melt casting from the ladle into a ingot assembly V2A

3. Hodnocení dosažených výsledků

Ingot byl v podélné ose rozřezán na 4 vzorky, které jsou označené jako podélný řez I., II., III. a IV. U těchto vzorků byla vyhodnocena makrostruktura odlitého ingotu. Dále byly odebrány vzorky z příčných řezů označené jako příčný řez A, B a C. U těchto vzorků bylo zjišťováno chemické složení od okraje ingotu k jeho středu a rovněž vyhodnocena makrostruktura. Schéma rozřezání ingotu s místy odběru vzorků a jejich značení je uvedeno na obr. 9.



Obr. 9 Odebrání a značení vzorků kovů na hodnocení jak v podélném, tak v příčném směru

Fig. 9 Removing and marking metal samples for evaluation in the longitudinal and transverse direction

3.1 Vyhodnocení makrostruktury

K vyhodnocení makrostruktury byla použita akreditovaná zkouška QI-ISO-LAB4-40-01 „Zkoušení makrostruktury pomocí leptů“. Makrostruktura všech studovaných vzorků byla vyvolána naleptáním v 10% HNO₃.

Makrostrukturní hodnocení bylo provedeno pro každý podélný řez I. až IV. a následně byly tyto makrostrukturní rozbory poskládány zpět do původní podoby ingotu, jak je vidět na obr. 10. V makrostruktuře jednotlivých částí byly změřeny velikosti rovnoosých a kolumnárních krystalů a střední části označované jako zóna „hrubých“ nebo rovnoosých krystalů včetně vyhodnocení oblasti s největší pórovitostí. Zjištěné rozměry jednotlivých zón po výšce ingotu jsou uvedeny na obr. 11.



Obr. 10 Makrostruktura v ose ingotu

Fig. 10 The macrostructure of the ingot in its axis



Obr. 11 Schématická analýza makrostruktury v ose ingotu

Fig. 11 Schematic analysis of macrostructure in the ingot axis

Závěr vyhodnocení makrostruktury:

- zóna rovnoosých krystalů (okraj ingotu) se pohybuje do hloubky od okraje okolo 10 mm,
- zóna kolumnárních krystalů se pohybuje od 80 mm (pata ingotu) do 60 mm (horní část těla ingotu),
- ve středu ingotu se vyskytuje zóna hrubých neboli rovnoosých krystalů s výraznou pórovitostí, která má rozsah 110 mm (horní část ingotu) až po 160 až 170 mm (střední část ingotu).

Rovněž bylo provedeno vyhodnocení makrostruktury v příčných řezech označených jako A, B a C, které odpovídalo zjištěním získaných v podélné ose ingotu.

3.2 Vyhodnocení chemického složení

K vyhodnocení chemického složení byly použity akreditované zkoušky QI-ISO-LAB1-10-09 „Stanovení uhlíku a síry“ pomocí zařízení LECO CS 230 a QI-ISO-LAB1-10-04 „Pracovní postupy RTG spektrometrie“ pomocí zařízení RTG - fluorescenční spektrometr ARL ADVANT’X Intellipower™. Pro vyhodnocení chemické homogenity ingotu se vyhodnocovaly pouze obsahy C, Cr a Mo.

Z příčných řezů A, B a C byly odebrány vzorky kovu od středu ingotu k jeho okraji. V ose byly vzorky označeny 1 a poté byly odebírány rovnoměrně až ke kraji ingotu. Průběh změny obsahu prvků po průřezu a stupně segregace prezentuje tab. 3 a dále tab. 4. Graficky znázorněné obsahy prvků v příčných řezech ingotu jsou uvedeny na obr. 12 pro uhlík, na obr. 13 pro chrom a na obr. 14 pro molybden.

Tab. 3 Chemické složení vzorků odebraných po průřezu ingotu v řezech A, B a C - první měření

Tab. 3 The chemical composition of samples in the cross section of the ingot in sections A, B and C - the first measurement

Místo odběru vzorku	Označení	Obsah prvků (hm. %)			Koeficient segregace (1)		
		C (třísky)	Cr	Mo	C/C_0	Cr/Cr_0	Mo/Mo_0
Pata ingotu	A1	0,95	1,52	1,25	0,95	0,99	1,01
	A2	0,98	1,52	1,27	0,98	0,99	1,02
	A3	0,99	1,53	1,28	0,99	1,00	1,03
	A4	1,03	1,54	1,28	1,03	1,01	1,03
	A5	1,03	1,55	1,30	1,03	1,01	1,05
Tělo ingotu	B1	0,97	1,50	1,23	0,97	0,98	0,99
	B2	1,00	1,51	1,24	1,00	0,99	1,00
	B3	1,02	1,54	1,28	1,02	1,01	1,03
	B4	1,03	1,55	1,29	1,03	1,01	1,04
	B5	1,03	1,55	1,29	1,03	1,01	1,04
Pod hlavovým nástavcem ingotu	C1	1,01	1,51	1,22	1,01	0,99	0,98
	C2	1,01	1,52	1,26	1,01	0,99	1,02
	C3	1,02	1,55	1,30	1,02	1,01	1,05
	C4	1,01	1,55	1,28	1,01	1,01	1,03
	C5	0,99	1,55	1,29	0,99	1,01	1,04
Tavenina v LP		1,00	1,53	1,24	-	-	-

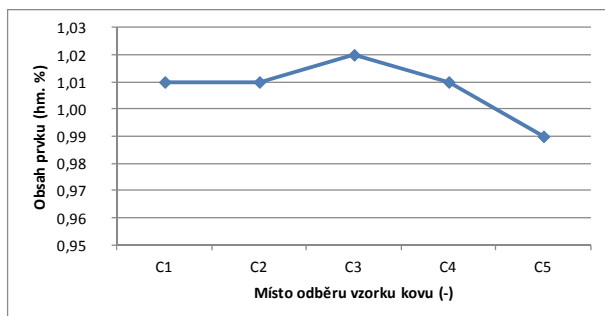
Z tab. 3 a obr. 12 – 14 je patrné, že obsahy prvků v osově části ingotu jsou nižší a směrem k okraji ingotu se jejich obsahy zvyšují. Z tabulek a obrázků dále vyplývá, že C a Cr mají v patní části v ose ingotu zápornou segregaci, která se směrem k okraji ingotu mění na kladnou. Podobný trend, i když menší, je pro C a Cr i v těle ingotu. Pod hlavovým nástavcem má Cr

v osově části ingotu zápornou segregaci, která se směrem k okraji mění na kladnou. Naopak C má po celém průřezu pod hlavovým nástavcem převážně kladnou segregaci. Mo má v patní části ingotu po celém průřezu kladnou segregaci. Naproti tomu v těle ingotu a pod hlavovým nástavcem má Mo v osově části zápornou segregaci, která se následně mění v kladnou.

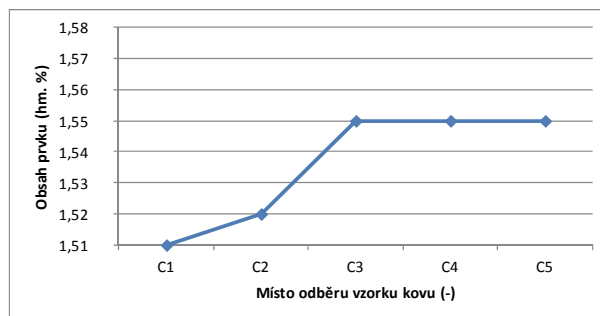
Tab. 4 Chemické složení vzorků kovů odebraných po průřezu ingotu v řezu B - druhé měření

Tab. 4 Chemical composition of the samples in the cross section of the ingot in sections B - the second measurement

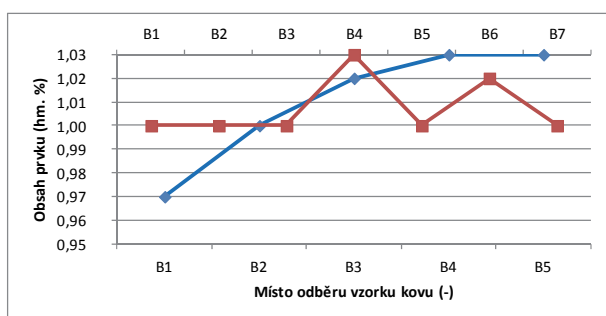
Místo odběru vzorku	Označení	Obsah prvků (hm. %)			Koeficient segregace (1)		
		C (třísky)	Cr	Mo	C/C_0	Cr/Cr_0	Mo/Mo_0
Tělo ingotu	B1	1,00	1,47	1,20	1,00	0,96	0,97
	B2	1,00	1,48	1,20	1,00	0,97	0,97
	B3	1,00	1,50	1,26	1,00	0,98	1,02
	B4	1,03	1,52	1,31	1,03	0,99	1,06
	B5	1,00	1,51	1,27	1,00	0,99	1,02
	B6	1,02	1,51	1,29	1,02	0,99	1,04
	B7	1,00	1,51	1,28	1,00	0,99	1,03
Tavenina v LP		1,00	1,00	1,53	-	-	-



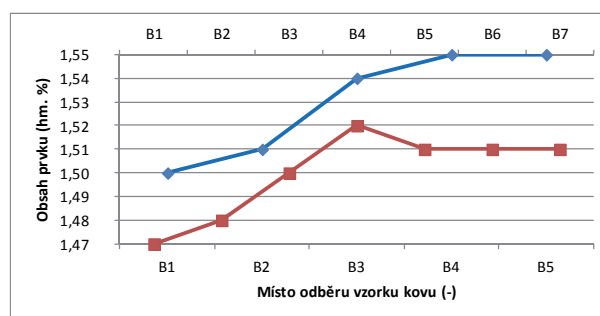
a) řez C – pod hlavou ingotu
a) section C - under the feeder of the ingot



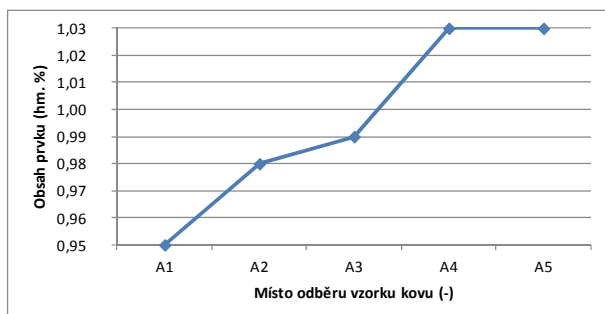
a) řez C – pod hlavou ingotu
a) section C - under the feeder of the ingot



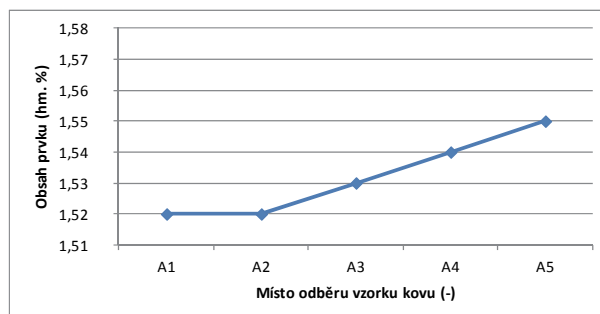
b) řez B – tělo ingotu
b) section B – body of the ingot



b) řez B – tělo ingotu
b) section B – body of the ingot



c) řez A – pata ingotu
c) section C – bottom part of the ingot



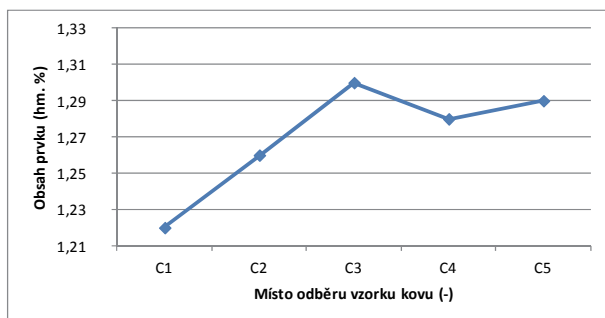
c) řez A – pata ingotu
c) section C – bottom part of the ingot

Obr. 12 Průběh obsahu uhlíku v příčných řezech ingotu A-pata, B-tělo a C-pod hlavovým nástavcem

Fig. 12 Evolution of the carbon content in the section A-bottom, B-body, and C-under the feeder

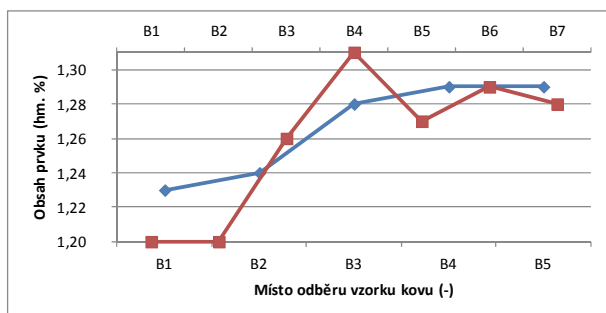
Obr. 13 Průběh obsahu chromu v příčných řezech ingotu A-pata, B-tělo a C-pod hlavovým nástavcem

Fig. 13 Evolution of the chromium content in the section A-bottom, B-body, and C-under the feeder



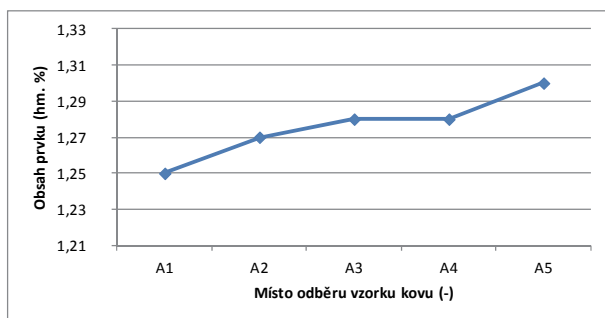
a) řez C – pod hlavou ingotu

a) section C – under the feeder of the ingot



b) řez B – tělo ingotu

b) section B – body of the ingot



c) řez A – pata ingotu

c) section C – bottom part of the ingot

Obr. 14 Průběh obsahu molybdenu v příčných řezech ingotu A-pata, B-tělo a C-pod hlavovým nástavcem

Fig. 14 Evolution of the molybdenum content in the section A-bottom, B-body, and C-under the feeder

Závěr

V rámci provedených prací byla analyzovaná makrostrukturní charakteristika a chemická heterogenita ingotu odlitého do kokilové sestavy V2A oceli 14209Mo.

Zjištěné výsledky hodnocení makrostruktury ingotu v řezech ingotu odpovídají teoretickému předpokladu. Byla provedena analýza chemického složení po průřezu v jednotlivých řezech ingotu a pro potvrzení byla v těle ingotu provedena ještě jednou po celém průřezu.

Prezentované výsledky standardně odlitého ingotu budou sloužit pro porovnání makrostruktury a chemické homogenity s druhým ingotem, který bude během odlévání intenzivně chlazený. Aby bylo dosaženo nejlepších výsledků pro porovnání, bude tento druhý ingot analyzován stejným způsobem.

Poděkování



Práce byla realizována v rámci řešení projektu z programu „Podpora vědy a výzkumu v Moravskoslezském kraji 2015“.

Literatura

- [1] Chemické složení dle Stahlschlüssel, ČSN 14209, vyjma Mo, který je nad rámec chemie definován nově.
- [2] ŠMRHA, L. *Tuhotí a krystalizace ocelových ingotů*, 1. vyd. Praha: SNTL, 1983, 308 s.
- [3] CHVOJKA, J. *Vady ingotů*, 1. vyd. Praha: SNTL, 1968, 256 s.
- [4] PARMA, V. *Ocelářství III*, 3. vyd. Ostrava: Vysoká škola báňská-Technická univerzita Ostrava, 1991, 192 s.
- [5] *Blockfehlerkatalog*, 2. erw. Aufl. Düsseldorf: Stahleisen Communications, 2012, 105 p. ISBN 978-3-514-00791-8.
- [6] KUDLIŃSKI, Z. *Technologie odlewania stali*, 1. vyd. Gliwice: Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, 2006, 305 s. ISBN 83-7335-358-5.

Obchodní portál spojuje mezinárodní ocelářský trh

www.blechnet.com

30.05.2016

Zajistit si prostřednictvím jen několika kliků informace o aktuálních cenách ocelářských výrobků a srovnávat je – to bylo před pár lety jen těžko představitelné, ale dnes je to i v této tradiční branži možné. Před rokem začal fungovat online portál netzwerk-stahl.de (steel.online) a nabídka je tak dnes mezinárodní. Portál nabízí možnosti, které ve srovnání s dosavadními poptávkami a nabídkami přes mail nebo fax mají spoustu výhod. Od května 2015 se na steel.online zaregistrovalo více jak 810 obchodníků s ocelí a 5 000 spotřebitelů.

Inovace procesu výroby odlitků ve Slévárnách Třinec, a.s.

Innovation of Castings Production Process in the Foundry Slévárny Třinec, a.s.

Ing. René Malysz

Slévárny Třinec, a.s., Průmyslová 1001, Staré město, 739 61 Třinec, Česká Republika

Článek pojednává o modernizaci výroby odlitků ve Slévárnách Třinec, a.s., která má v železárnách v Třinci dlouholetou tradici. Díky finanční podpoře Evropského fondu pro regionální rozvoj a využití vlastních zdrojů bylo možné ve Slévárnách Třinec, a.s. realizovat několik významných investičních akcí, které přispěly ke zvýšení konkurenceschopnosti firmy. Do dřevomodelárny bylo pořízeno CNC frézovací centrum řady POWER TURBO pro výrobu modelů s přesností 0,02 mm a 3D tiskárna Fortus 450mc pro výrobu tvarově složitých modelových zařízení. Největší investiční akcí byla výstavba středofrekvenční indukční pece 2 × 15 t v provozu slévárny šedé litiny I. Díky této modernizaci došlo ke snížení nákladů na výrobu odlitků a hlavně ke snížení množství vyprodukovaných emisí. Pro usnadnění cídirenských prací v provozu slévárny šedé litiny II byly v tomto roce uvedeny do provozu dva brousící stroje SAM 300 a SAM 600. Pro přesnější a rychlejší měření odlitků slouží nový 3D skener, který umožňuje skenovat předměty od velikosti desítek mm až po několikametrové komplikované tvary.

Klíčová slova: simulační program MAGMASOFT; frézovací centrum řady POWER TURBO; středofrekvenční indukční pec; brousící stroje MAUS; 3D skener; 3D tiskárna

The article deals with the modernisation of production of castings in the foundry Slévárny Třinec, a.s. The foundry has a long tradition in casting of steel and of cast iron. Financial support of the European Structural and Investment Fund combined with the company own financial resources made it possible to implement several major investment projects, which contributed to an increase of the competitiveness of our company. CNC milling centre TURBO POWER series was bought for pattern shop. It will be used for the production of patterns with an accuracy of 0.02 mm. 3D printer Fortus 450mc will be used for manufacturing of complex pattern devices. The biggest investment project was the construction of medium frequency induction furnace 2×15 tons in the grey iron foundry I. This upgrade reduces the costs of production of castings, and especially reduces the amount of emissions. Two grinding machines SAM 300 and SAM 600 were put into operation to facilitate manual grinding in the grey iron foundry II this year. We now use a new 3D scanner for faster and more accurate measurement of castings, since it can scan objects of complicated shapes from the size of tens mm to several meters.

Key words: simulation program MAGMASOFT; milling centre POWER TURBO series; medium-frequency induction furnace; grinding machines MAUS; 3D scanner; 3D printer

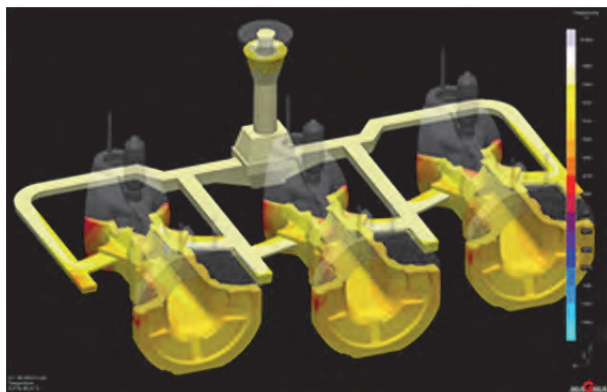
Výroba odlitků v Třineckých železárnách má dlouholetou tradici. Třinecké slévárny byly od svého počátku součástí Třineckých železáren a odlitky se zde vyrábějí již od roku 1842. V roce 1999 vznikla dceřiná společnost Třineckých železáren – Slévárny Třinec, a.s. Dnešní výroba odlitků je soustředěná do sléváren litin a slévárny oceli. Součástí provozů je středisko výroby neželezných kovů a středisko opracování odlitků. Společnost disponuje vlastní dřevomodelárnou a kovomodelárnou.

Podporu oddělení technologie zajišťuje simulační program MAGMASOFT již od roku 2003, který je dnes nejnovější verzí MAGMA5 a umožňuje simulovat celý výrobní cyklus odlitku. Program MAGMASOFT je ve společnosti Slévárny Třinec, a.s. rozšířen o mnoho doplňkových modulů, díky kterým lze simulovat proces plnění, tuhnutí, následné tepelné zpracování a také průběh napěťových stavů a deformací od tuhnutí přes tepelné zpracování odlitků. Simulovat lze gravitační lití ocelí (včetně konvekce a segregace), litin a také neželezných kovů. Pro simulaci tuhnutí litin je společnost

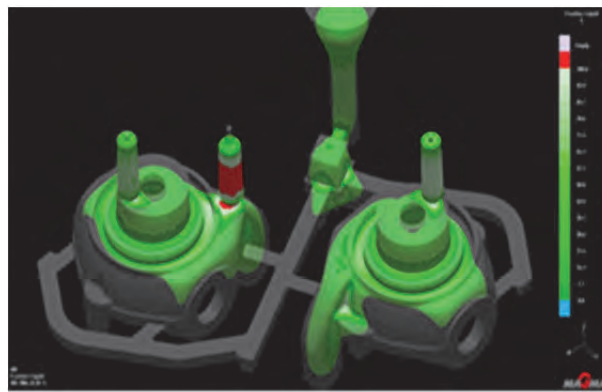
vybavení speciálním modulem MAGMAiron, který zohledňuje ve výpočtu také chemické složení, metalurgickou kvalitu taveniny a pomocí mikrostrukturního modelu lze vypočítat typ výsledné struktury a mechanické vlastnosti. Ve výpočtech porozity je také zohledněna grafitická expanze a tuhost formy (obr. 1 – 4). Pro přípravu geometrií pro simulaci lze použít integrovaného 3D modeláře v programu MAGMA, ale pro rychlejší práci a následnou návaznost na CAM systémy jsou 3D data připravována v programu Solid Edge. Pro nálitkování odlitků po importu dat do MAGMY lze využít exkluzivní Foseco modul, který obsahuje jak 3D data nálitků, filtrů apod., tak i termodynamické vlastnosti exotermických a izolačních materiálů Foseco. Databáze programu MAGMA také obsahuje materiály firem Chemex a ASK. V roce 2015 byla testována a následně po vyhodnocení přínosu zakoupena druhá licence programu MAGMA aby bylo možné simulovat dva projekty současně. Toto zlepšení zvyšuje produktivitu simulací, ale také umožňuje provádět složitě

a dlouhé výpočty tepelného zpracování a napětových stavů, bez omezení rutinních denních výpočtů. Nutnost druhé licence také přišla s novou verzí MAGMA 5.3, která umožňuje automatickou optimalizaci a využití statistických metod k vyhodnocování výsledků. Lze provádět DoE, tedy výpočet několika kombinací daných geometrií či parametrů nebo využít velkou optimalizaci,

kdy za pomoci intervalů proměnných veličin a geometrických parametrů simulační program najde optimální variantu z desítek až stovek tisíc možných kombinací a zároveň pomocí výsledných grafů ověří, které veličiny mají zásadní vliv na kvalitu odlitku a jaké musí být jejich rozmezí, aby bylo dosaženo maximální kvality, či ideálního kompromisu mezi náklady a kvalitou.



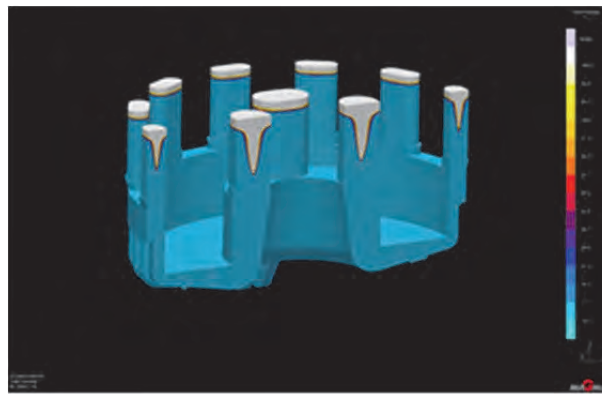
Obr. 1 Plnění formy
Fig. 1 Filling up of the mould



Obr. 2 Tuhnutí odlitku
Fig. 2 Solidification of casting



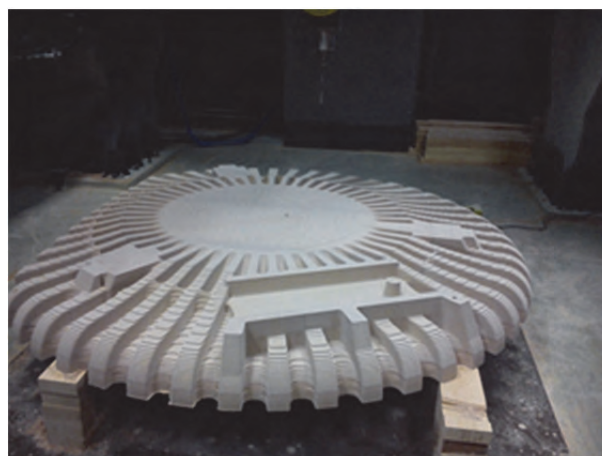
Obr. 3 Porozita odlitku
Fig. 3 Porosity of casting



Obr. 4 Porozita odlitku
Fig. 4 Porosity of casting

Výroba a opravy modelových zařízení pro ruční a strojní formování je realizována v dřevomodelárně, která je vybavena strojním a ručním nářadím pro zpracování a opracování dřeva, epoxidové a polyuretanové pryskyřice, polystyrénu a polyuretanové desky NECURON. Výroba modelového zařízení je zajišťována mj. frézováním na CNC stroji (obr. 5). Z finančních zdrojů investiční akce a dotačního programu bylo pořízeno frézovací centrum řady POWER TURBO, což je přesný, numericky řízený obráběcí stroj určený k třískovému obrábění frézováním a vrtáním. Na tomto stroji je možné obrábět tyto materiály: masivní dřevo, dřevotřísku, překližku, desky MDF, plasty, epoxidové a polyuretanové pryskyřice, kompozitní materiály, grafit a hliník. Rozměry pracovního stolu jsou $3\,000 \times 2\,000$ mm. Řídicí systém může řídit celkem až 9 os. Technické parametry výměníku nástrojů jsou: počet lůžek 12, max. průměr nástroje 190 mm, čas samotné výměny 10 s, provozní otáčky hlavy s elektrovřetenem $0 - 22\,000 \text{ min}^{-1}$. Díky tomuto obráběcímu stroji došlo k časové úspoře u výroby modelových zařízení, včetně

dodržování rozměrových přesností. Frézovací centrum řady POWER TURBO pracuje s přesností 0,02 mm [1].

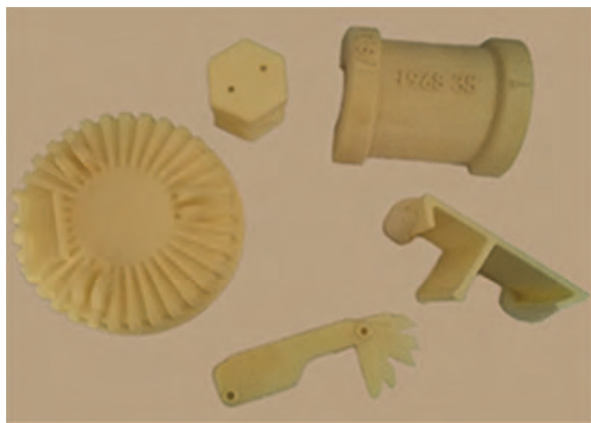


Obr. 5 Model vyráběný na CNC stroji
Fig. 5 Pattern made by CNC machining tool

Vedle ruční a strojní výroby modelů má modelárna možnost vyrábět modely pomocí 3D tiskárny. Výrobní zařízení Fortus 450mc (obr. 6 a 7) pomáhá zkrátit čas od virtuálního návrhu k výrobku modelu z týdnů na hodiny, a to zejména u komplikovaných modelů. K výrobě modelů vybrat materiály z široké a stále rostoucí skupiny průmyslových termoplastů. Nastavením tloušťky stavební hmoty se ovlivní tvarová variabilita a tuhost výrobků v návaznosti na dobu jejich tisku. 3D tiskárna staví díly do velikosti $406 \times 355 \times 406$ mm a pracuje s celkem devíti standardními i specializovanými termoplasty (obr. 7). Systém pracuje s termoplasty ABS-M30 v šesti barvách, vyznačující se vysokou pevností v tahu, v ohybu a v rázu. Systém pracuje s termoplasty ASA v deseti barvách s velkou mechanickou pevností, UV stabilitou a vysokou estetikou. Systém pracující s termoplasty PC se vyznačuje vynikajícími mechanickými vlastnostmi a teplotní odolností. Podpurný materiál se používá většinou jako rozpustný, u materiálu PC-ISO a ULTEM odlamovaný, u materiálu PC rozpustný i odlamovaný. 3D tiskárna má 2 zásobníky se základním materiálem a podpurným materiálem. Dosažitelná přesnost tisku dílů je $\pm 0,127$ mm nebo $\pm 0,0015$ mm/mm (výsledná přesnost je závislá na geometrii dílu, dosažitelná přesnost je odvozena statisticky v rozsahu 95 %) [2].



Obr. 6 3D tiskárna Fortus 450mc
Fig. 6 3D printer Fortus 450mc



Obr. 7 Modely vyrobené na 3D tiskárně
Fig. 7 Patterns made by 3D printer

V roce 2015 byla pro Slévárny Třinec, a.s. největší investiční akcí výstavba středofrekvenční indukční pece 2×15 t, postavené v provozu slévárny šedé litiny I (obr. 8 a 9).



Obr. 8 Středofrekvenční EIP 2×15 t
Fig. 8 Medium frequency EIF 2×15 t



Obr. 9 Odpich ze středofrekvenční EIP
Fig. 9 Tapping of medium frequency EIF

V těchto pecích se připravuje kov pro litinové i ocelové odlitky o střední a velké hmotnosti do 30 t. Velkou výhodou elektrických indukčních pecí (EIP) oproti stávajícím plamenným pecím je zkrácení doby tavení o cca 80 %. Vysoká účinnost a schopnost průběžného přizpůsobení aktuálním elektrickým parametrům tavicí pece umožňuje, aby měnič DUAL-TRAK o výkonu 9 MW v dávkovém režimu natavil za cca 48 minut 15 000 kg litiny na teplotu 1480°C . Maximální kapacita pece je 17 651 kg. Celkový příkon je 10 270 kVA. Průměr kelímku je 1 308 mm, průměr cívky je 1 600 mm, hloubka lázně je 1 750 mm, množství odsávaného vzduchu pro jednu pec je cca $35\,000\text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$. K dalším výhodám patří nižší zpracovací náklady na výrobu tekuté oceli v porovnání s plamennými pecemi a elektrickými obloukovými pecemi (EOP). Velkou výhodou EIP je, že indukční míchání taveniny zabezpečuje tepelnou i chemickou homogenitu taveniny v peci. Vyrobené oceli obvykle obsahují nižší obsah vodíku a dusíku, zejména u kyselých indukčních pecí. Při tavení dochází k nízkému propalu železa i legujících prvků a tím jejich vyššímu využití z vratného materiálu a externího legovaného odpadu. Nižší spotřeba feroslitin je dosažena

legováním ke spodní hranici povoleného rozmezí legujících prvků. Přechod na EIP zajistil menší vznik exhalací a nižší hluchnost. Instalované EIP 2×15 t jsou vyžděny kyselou výduskou [3].

Od roku 2016 v provozu slévárny šedé litiny II usnadňují práci v cídlírně automatické stroje na odstraňování otřepů SAM 300 a SAM 600 (obr. 10 a 11). Jde o automatické centrum pro odstraňování otřepů se 4 osami, tvořené jednou pohyblivou jednotkou držáku brusných kotoučů (se 3 pevnými osami) a jednou pevnou jednotkou držáku kusu (1 otočná osa), k němuž je připevněna jednotka nakládky/vykládky (vysokozdvíhový vozík). Sériově vyráběné odlitky, na nichž mají být odstraněny otřepy, nakládá obsluha stroje ručně (pokud možno pomocí zvedače) na úchytné zařízení stanoviště nakládky. Zdvih osy x a y je 750 mm, zdvih osy z je 300 mm. Rychlost otáčení os je $58 - 60 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$. Vysokozdvíhový vozík stroje má 2 polohy, takže stroj může být vybaven a naprogramován pro 2 různá opracování (často odpovídají 2 různým polohám pro opracování téhož kusu) [4].



Obr. 10 Broušící stroj MAUS typ SAM 300
Fig. 10 Grinding machine MAUS type SAM 300



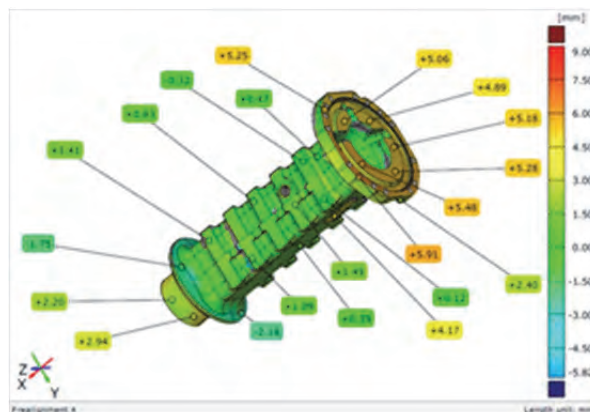
Obr. 11 Broušící stroj MAUS typ SAM 600
Fig. 11 Grinding machine MAUS type SAM 600

Každý vyrobený odlitek prochází výstupní kontrolou, a to vizuální nebo metodou nedestruktivního zkoušení. Rozměry odlitků je možno měřit pomocí 3D skeneru (obr. 12 a 13). Toto zařízení umožňuje digitalizovat povrch objektu, převést jej do rozsáhlé množiny bodů

a tu následně převést na geometrický model v tzv. polygonální síti. Ta se dá využít v inženýrských aplikacích, ve zdravotnictví nebo v 3D vizualizačních softwarech. Skener, který používají Slévárny Třinec, a.s., umožňuje skenovat předměty od velikosti desítek mm až po několikametrové komplikované tvary, a to včetně textury a barvy. Skenování nevyžaduje žádné referenční značky a kalibraci. Používaný skener disponuje těmito technickými parametry: 3D rozlišení 0,5 mm, 3D bodová přesnost 0,1 mm, rozlišení textury 1,3 MPx, rychlost snímání dat 2 mil. bodů $\cdot \text{s}^{-1}$ [5].



Obr. 12 Odlitek připravený k proměření 3D skenerem
Fig. 12 Casting prepared for measuring by 3D scanner



Obr. 13 Výsledky měření odlitku měření 3D skenerem
Fig. 13 Results of casting measurement by 3D scanner

Po provedení výstupní kontroly zahrnující provedení destruktivních a nedestruktivních zkoušek jsou odlitky připraveny k převezení zákazníkovi (obr. 14).



Obr. 14 Ocelové odlitky magnetů připravené k expedici
Fig. 14 Steel magnet castings ready for expedition

Závěr

Článek popisuje inovace procesu výroby odlitků ve Slévárnách Třinec, a.s., modernizaci výrobních, opravovatelských center a strojů, včetně tavicích agregátů. Investiční akce byly zaměřeny na zvýšení produktivity práce, snížení nákladů na výrobu odlitků a v neposlední řadě na zlepšení kvality ovzduší snížením množství vyprodukovaných emisí.

Poděkování

Investiční akce pod názvem: Inovace odlitků pro uchycení bloků motorů. Byla finančně podpořena evropským fondem pro regionální rozvoj. Operační program: Podnikání a inovace. Prioritní osa 4.1. Dotaci zabezpečila firma Hrat, s.r.o.

Investiční akce pod názvem: Rekonstrukce tavicího agregátu – středofrekvenční indukční pec. Operační program životní prostředí. Prioritní osa 2 – zlepšování kvality ovzduší a snižování emisí.

Literatura

- [1] Technická dokumentace k frézovacímu centru POWER TURBO.
- [2] Fortus 380mc a 450mc. In: *Stratasys* [online]. [cit. 2016-07-26]. Dostupné z: <http://www.mcae.cz/stratasys/fortus-380mc-a-450mc/>
- [3] ŠENBERGER, J. *Metalurgie oceli na odlitky*. Brno: VUTIUM, © 2008. ISBN 978-80-214-3632-9.
- [4] Technická dokumentace k broušicím strojům SAM 300 a SAM 600.
- [5] Artec EVA 3D skener. In: *Skenování ve 3D* [online]. [cit. 2016-07-26]. Dostupné z: <http://www.skenovani3d.cz/skenery/artec-m-3d-skenery/artec-eva-3d-skener/>

Obětní beránek – ochrana klimatu

VDI nachrichten

27.05.2016

Ocelářský průmysl se cítí ohrožen. Vedle dumpingových cen z Číny jsou největším nepřítelem certifikáty CO₂. Ale zatímco Brusel ještě zkouší udělat tento instrument ochrany klimatu více účinný, mohla by brzy „Říše středu“ ukázat, jak to jde. Od roku 2017 plánuje Čína zavést celostátní systém obchodu s emisemi. Má zahrnovat 10 000 podniků z osmi sektorů, mezi tím i odvětví oceli a neželezných kovů. Emise těchto osmi sektorů představují zhruba 4 mld. tun CO₂ ročně. Již od roku 2013 testuje Čína v sedmi pilotních regionech tento instrument. Dohromady se to týká emisí 1,2 mld. tun CO₂ za rok a blíží se to tak již dnes systému obchodu s emisemi v EU (1,8 mld. tun CO₂ za rok). Jak bude tento obchod s emisemi v Číně přesně vypadat a zda bude skutečně od roku 2017 celostátně zaveden, se ovšem zatím nedá přesně předpovědět. Může se ale stát, že čínské ocelárny budou za CO₂ certifikáty muset platit dříve, než evropské.

Institut Maxe-Plancka vyvíjí novou slitinu

Stahl Aktuell

31.05.2016

V budoucnu se kovozpracující průmysl nebude muset rozhodovat mezi pevnými a tvárnými materiály. Vědcům z institutu Maxe Plancka pro výzkum železa se podařilo vyvinout dobře tvářitelný kovový materiál, který je současně obzvláště pevný. Tak bude možné v budoucnu konstruovat kovové konstrukční díly tenkostěnnější a chránit tak zdroje. Doposud nebyly tvárné kovové materiály příliš pevné a naopak. V ideálním případě by ale měly oceli a s nimi příbuzné materiály být schopny obojího: neměly by se tříštit, když budou zpracovávány například na válcovací stolici nebo vystaveny nárazu jako karoserie. Současně by ale měly být pevné, aby se nedeformovaly a nelámaly. Týmu z institutu Maxe Plancka se nyní podařilo zkombinovat obě vlastnosti v jednom materiálu. Vyvinuly takzvanou vysokoentropickou slitinu, sestávající z 50 % železa, 30 % manganu a vždy po 10 % kobaltu a chromu.

Ocelářský průmysl USA a politika

Stahlmarkt

06/2016

V březnu 2016 dala US Steel výpověď 800 zaměstnancům jako důsledek snižování objemu výroby. V dubnu podnik rozhodl o snížení počtu svých neorganizovaných zaměstnanců o 25 % (750 dělníků). Ještě před těmito propouštěcími vlnami byl počet zaměstnanců u US Steel od začátku minulého roku snížen o zhruba 5 000, a to jako důsledek obtížných tržních podmínek, neférového obchodního jednání a nízkých cen ropy. Nikdo se nesnaží více využít krizové nálady mezi oceláři politicky ve svůj prospěch, než prezidentský kandidát Donald Trump. „Ocel bude slavit svůj comeback, pokud mě zvolíte prezidentem,“ slibuje tisícům ocelářských dělníků v Pittsburghu.

Technologie tváření nástrojových ocelí s využitím zpětné operace a její vliv na potlačení řádkovitosti pro výrobu vysoce spolehlivých řezných nástrojů

Technology of Tool Steels Forming with the Use of Backward Operation and its Effect on Suppressing Banding for Production of Highly Reliable Cutting Tools

Ing. Soňa Benešová, Ph.D.; prof. Dr. Ing. Antonín Kříž; Ing. Milan Vnouček, Ph.D.

Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní, Katedra materiálu a strojírenské metalurgie, Univerzitní 8, 306 14 Plzeň-Bory, Česká republika

V současné době se v mnoha případech začíná ukazovat absence protvářených rychlořezných nástrojových ocelí. Tváření s vysokým stupněm deformace, prováděné opakovaně ve směrech všech tří prostorových souřadnic se zařazením operací, kdy dochází k toku materiálu v opačném směru vzhledem k předchozím operacím, dokáže eliminovat řádkovitost a zajistit velmi jemnozrnnou strukturu, srovnatelnou s práškovou ocelí, avšak vykazující vyšší spolehlivost a stabilitu v extrémních podmínkách obrábění. Při návrhu postupu kování a stanovení rozložení deformace uvnitř tvářeného tělesa, které souvisí se stavem struktury, bylo využito numerické simulace v softwaru Deform. U polotovarů byla provedena metalografická analýza a byla změřena tvrdost a mikrotvrdost. Z polotovarů byly vyrobeny a následně v praxi ověřeny obrážecí nože. Nástroje z vysoce protvářené oceli vykázaly o 26 % vyšší živostnost v porovnání s nástroji vyrobenými z klasicky válcovaného polotovaru.

Klíčová slova: všestranné kování; nástrojová ocel; numerické simulace; obráběcí nástroje

Currently, in many cases, a shortage of highly formed tool steels begins to show. At the Department of Material Science and Technology UWB two instruments were subjected to structural analysis, one of which was in practice, when machining of stainless steel by interrupted cut was evaluated as excellent, and the second one did not pass the analysis. Analysis performed with the use of scanning electron microscopy showed that both these structures were very similar. It was found that unsatisfactory tool was a steel prepared by powder metallurgy, while the highly reliable tool was made by forging technology. Multi-forming, carried out repeatedly in the directions of all three spatial coordinates with using backward operation, can eliminate banding and can ensure a very fine grained structure comparable to steel powder, but it exhibits higher reliability and stability in extreme machining conditions. When designing forging process and the determination of deformation distribution within the formed body that relates to the state of the structure, the numerical simulation software Deform was used. Steel grade HS-6 to 5-2-5 DIN 1.3243 (EN 419 852) was chosen as experimental forging steel. Forging procedure: a steel rod with a diameter of 50.8 mm was cut out into blocks with a height of 75 mm. The blocks were heated to the temperature of 1150 °C and then upset. Semi-finished products at the time of the forging operations, were suspended in a retaining chamber having a temperature of 700 °C. The upsetting was followed by extension, when the jam-packed disc was rotated by 90 ° and compressed on the shaped anvil to the height of 40 mm, and then again rotated by 90° and forged on the anvil with a square section 40 × 40 mm. For the most deformed samples this procedure was repeated 3 times. Hardness and micro-hardness were measured on the blanks. From the blanks slotting knives were produced and they were subsequently verified in practice. From the structure of the knife, which reported the longest service life a metallographic analysis was made. The tools made from the most deformed steel showed a 26% longer service life in comparison with the instruments made from classically rolled blank.

Key words: forging; backward operation; tool steel; numerical simulation; machine tools

K oživení tématu kování nástrojových ocelí vedla náhoda, kdy na Katedře materiálu a strojírenské technologie Západočeské univerzity v Plzni (ZČU) byly strukturální analýze podrobeny dva nástroje, z nichž jeden byl v praxi při obrábění nerezové oceli přerušovaným řezem vyhodnocen jako vynikající a druhý neobstál. Při analýze pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu vypadaly obě struktury velmi podobně. Později bylo zjištěno, že nevyhovující nástroj je vyroben lisováním z práškové oceli (prášková metalurgie), zatímco vysoce spolehlivý je

starší kovaný nástroj z firem, které vznikly z původních Škodových závodů v Plzni. Ačkoliv se zatím nepodařilo získat dostatečnou podporu pro myšlenku oživení kování rychlořezné oceli, výsledky získané řešením projektu „Inovace nástrojových ocelí pro řezné nástroje“, podpořeného Plzeňským krajem v rámci programu Plzeňské podnikatelské vouchery, jsou zajímavé a naznačují správný směr technologie kování s vysokým stupněm deformace, kdy dochází k pohybu kovacího nástroje ve třech na sebe kolmých směrech.

1. Technologický postup kování nástrojové oceli

Hlavním negativem jednostranně tvářených ocelí je řádkovitá struktura jako důsledek toku materiálu v jednom směru. Řádkovitost (někdy se hovoří o tzv. vláknitosti) tvářené struktury je způsobena tím, že zatímco zrna austenitu a případně feritu podléhají rekrytalizaci, karbidické částice nerekrystalizují a pouze se rozlamují a přemísťují ve směru toku materiálu (tj. ve směru maximálního smykového napětí). Pro odstranění řádkovitosti je nutno zajistit rozdrčení karbidických částic na velmi jemné a jejich homogenní rozložení ve směrech všech tří prostorových os při opakovaném petchování a prodlužování. Protváření struktury je určeno velikostí deformace (anglicky „strain“), která je v objemu kovaného tělesa proměnlivá. Rozložení deformace uvnitř tělesa je ovlivněno vnějším třením.

Kování rychlořezných ocelí je velmi specifickou záležitostí. Rychlořezné oceli patří mezi obtížně tvářitelné materiály s úzkým rozmezím tvářecích teplot v intervalu od 1 150 °C (horní kovací teplota) do 900 °C (dolní

kovací teplota). Jejich deformační odpor při těchto teplotách je až 350 MPa, což odpovídá hodnotám pevnosti běžných ocelí při pokojové teplotě. Nároky na sílu vyvinutou kovacím lisem jsou tedy extrémní. Úzké rozmezí kovacích teplot, kdy při poklesu pod dolní kovací teplotu hrozí popraskání kovaného kusu, a to jak z důvodu teplotního pnutí, tak z důvodu fyzikálně-metalurgických dějů, které probíhají ve struktuře, klade vysoké nároky na rychlost při přesunu ohřátého polotovaru z pece, při manipulaci s ním i při vlastním kování, kdy je třeba mít k dispozici stroj s dostatečně vysokou rychlostí pohybu beranu. Rychlořezné oceli jsou kalitelné na vzduchu a při rychlém ochlazení z dotvářecích teplot mohou vznikat kalící trhliny.

1.1 Volba materiálu

Pro experimentální kování byla zvolena ocel HS6-5-2-5 DIN 1.3243 (ČSN EN 419852). Je to vysoce výkonná rychlořezná ocel s vysokou stálostí proti popuštění a vysokou tvrdostí za vyšších teplot, s velmi dobrou houževnatostí a dobrou odolností proti opotřebení [1]. Volba této oceli vyplynula z rozboru chemického složení kovaného nástroje metodou GDOES. Chemické složení oceli [2] je uvedeno v tab. 1.

Tab. 1 Chemické složení oceli DIN 1.3243

Tab. 1 Chemical composition of the steel DIN 1.3243

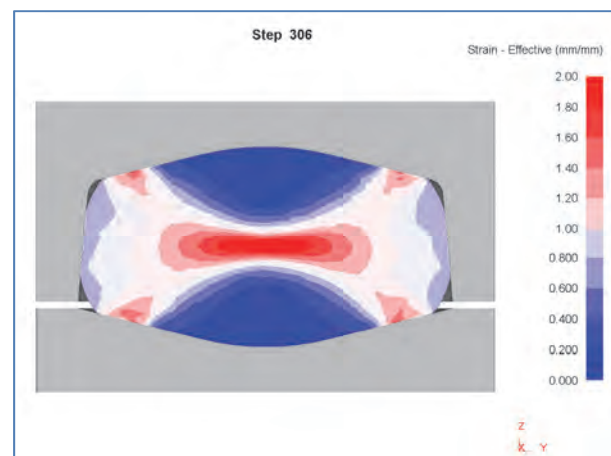
Značka oceli	Chemické složení (hm. %)										Tvrdost ve stavu	
											žíhaném na měkko	zušlechtném
	C	Mn	Si	Cr	W	Mo	V	Co	Pmax.	Smax.	HBmax.	HRCmin.
DIN HS6-5-2-5	0,88-0,96	0,40	0,45	3,80-4,50	6,00-6,70	4,70-5,20	1,70-2,00	4,50-5,00	0,03	0,03	240	64
ČSN 419852	0,80-0,90	0,45	0,45	3,80-4,60	5,50-7,00	4,50-5,50	1,50-2,20	4,30-5,20	0,035	0,035	275	63

1.2 Návrh postupu tvářením pomocí numerického modelování

Vysoce protvářené struktury lze dosáhnout opakováním operací petchování a prodlužování. K tomu je třeba navrhnout nástroje tak, aby zajišťovaly kvalitní výkovek bez přeložek a dalších vad, tvarově bez konvexních ploch, které by se v následující operaci zavalily. Katedra materiálu a strojírenské metalurgie ZČU disponuje softwarem Deform [3] pro numerickou simulaci, který byl využit při návrhu kovacích nástrojů, aby toto bylo zaručeno. Dále je možné zjistit sílu, potřebnou pro tvářením, a přizpůsobit se tak možnostem dostupného zařízení [4].

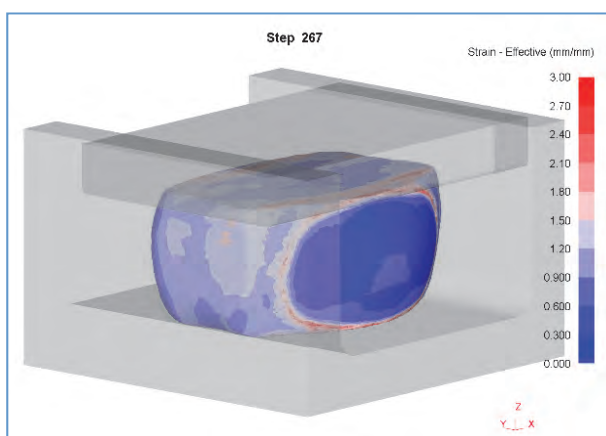
Na základě simulací byla navržena sada 3 párů speciálních kovádel, doplněných samostatnou úhlovou vložkou a dalšími pomocnými díly, pro model kovacího lisu CKW6000 s maximální silou 1 MN, který je k dispozici na pracovišti autorů. Součástí vybavení je také dvoukomorová ohřívací pec s maximální teplotou 1 200 °C. Sada kovádel byla vyrobena ve firmě Pilsentools a.s. Ukázky výstupů ze simulací jsou uvedeny na obr. 1 až 3.

Postup při kování byl následující: Z tyčoviny o průměru 50,8 mm byly nařezány špalky o výšce 75 mm. Tento rozměr byl zvolen s ohledem na maximální sílu lisu a vyplynul ze simulačních výpočtů. Špalky byly ohřáty na teplotu 1 150 °C a následně radiálně petchovány.

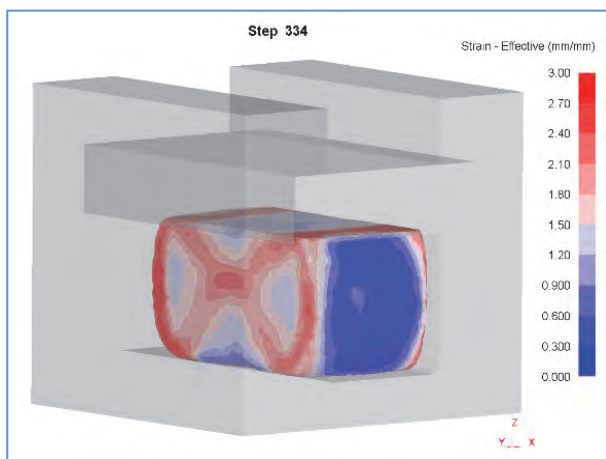


Obr. 1 Petchování
Fig. 1 Upsetting

Polotovary byly v době mezi kovacími operacemi, kdy bylo nutné vyměnit kovádkla na lisu, odloženy do udržovací komory o teplotě 700 °C, aby nedošlo k nežádoucím metalurgickým procesům, např. ke zhrubnutí zrna při vysokých teplotách při dlouhých časech v hlavní ohřívací komoře nebo k popraskání kusu při ochlazování na vzduchu. Po pěchování následovalo prodlužování, kdy napěchovaný kotouč byl otočen o 90° a axiálně stlačen v tvarovém kovádle o šířce 84 mm na výšku 40 mm (obr. 2), a následně opět otočen o 90° a v kovádle překován na těleso o čtvercovém průřezu 40 × 40 mm (obr. 3). V prvním případě bylo kování ukončeno. Druhá série kovaných vzorků byla následně překována na osmihran s výškou cca 100 mm a proces pěchování a prodlužování byl opakován, ve třetí sérii byl čtyřhran ještě jednou překován na osmihran a následovalo třetí pěchování a prodlužování.



Obr. 2 Prodlužování – první fáze
Fig. 2 Extension – the first stage



Obr. 3 Prodlužování – druhá fáze
Fig. 3 Extension – the second stage

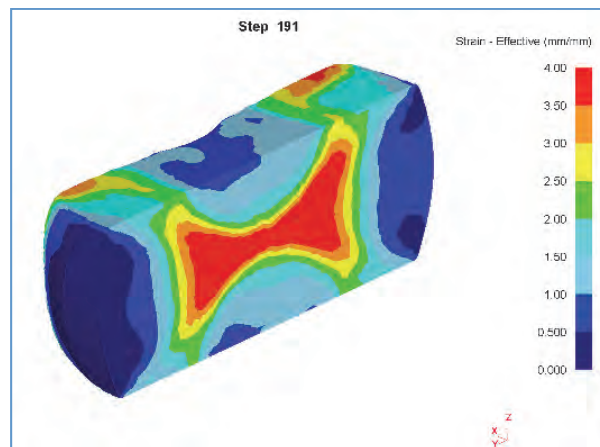
Tímto způsobem bylo vykováno celkem 9 špalků o průřezu 40 × 40 mm, kdy tři špalky byly pěchovány 1×, tři 2× a tři špalky byly pěchovány 3× s následným prodlužováním. Hotové vzorky byly vloženy do udržovací komory a ponechány k chladnutí v této komoře s vypnutým příkonem do druhého dne. Po cca 22hodinovém chladnutí byla teplota vzorků cca 260 °C, rychlost ochlazování činila přibližně 20 °C·h⁻¹.

2. Rozložení deformace uvnitř tělesa

Při numerické simulaci o úrovni protváření struktury nejlépe vypovídá efektivní deformace ε_{ef} neboli intenzita deformace=definovaná vztahem [5]

$$\varepsilon_{ef} = \sqrt{\frac{2}{3}} \left[(\varepsilon_1 - \varepsilon_2)^2 + (\varepsilon_2 - \varepsilon_3)^2 + (\varepsilon_3 - \varepsilon_1)^2 \right]^{1/2} \quad (1)$$

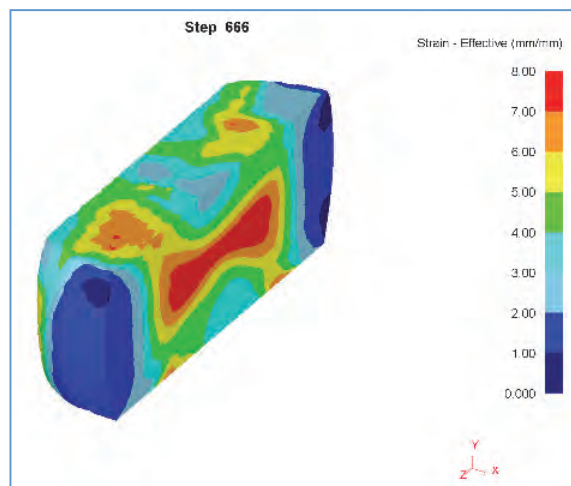
kde jsou symbolem ε_1 , ε_2 a ε_3 označeny hlavní deformace. Rozložení efektivní deformace v objemu kovaných vzorků je uvedeno na obr. 4 až 6.



Obr. 4 Efektivní deformace; 1× pěchování, 1× prodluž., podélný řez vedený středem

Fig. 4 Effective strain; 1× upsetting, 1× extension, longitudinal section taken through the center

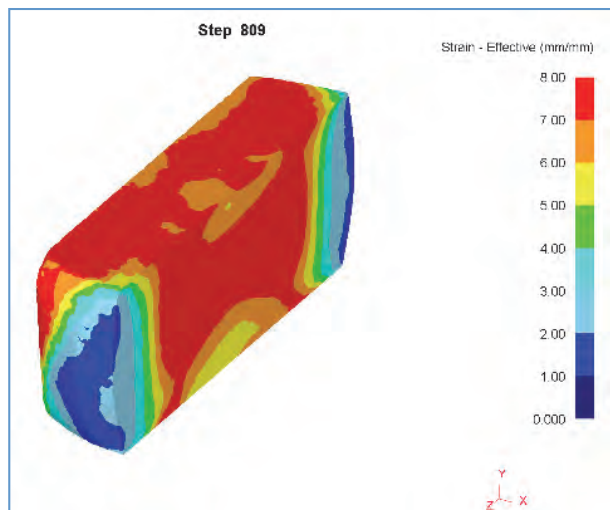
U vzorku, který byl 1× pěchován a následně prodloužen (obr. 4), je patrná výrazná nehomogenita deformace, pro niž jsou typické symetrické obrazce, kde středová část je vysoce deformovaná (červené označení, efektivní deformace $\varepsilon_{ef} = 4$), zatímco oblasti na čele výkovku jsou nedeformované a zasahují do hloubky cca 15 mm pod povrch (tmavě modrá barva). Toto rozložení deformace je typické pro běžné zpracování a nedá se očekávat eliminace řádkovitosti.



Obr. 5 Efektivní deformace; 2× pěchování, 2× prodluž., podélný řez vedený středem

Fig. 5 Effective strain; 2× upsetting, 2× extension, longitudinal section taken through the center

Efektivní deformace u vzorku, který byl pěchován 2× (obr. 5), je efektivní deformace značně vyšší a je třeba si povšimnout, že deformace $\varepsilon_{ef} = 4$, která byla po prvním prodlužování označena červenou barvou, je po druhém prodlužování značena světle modrou barvou. Takto vysokým a vyšším stupněm protváření se vyznačuje celé těleso s výjimkou oblasti na čele, která nezasahuje do hloubky. Stále je patrná nerovnoměrná deformace s maximem ve středové oblasti.



Obr. 6 Efektivní deformace; 3× pěchování, 3× prodluž, podélný řez vedený středem

Fig. 6 Effective strain; 3× upsetting, 3× extension, longitudinal section taken through the center

U vzorku, který byl pěchován 3× (obr. 6), typická symetrie rozložení deformace zmizela a s výjimkou čel (modrá barva), které nezasahují do hloubky, má celé těleso efektivní deformaci vyšší než 5, červená oblast s deformací vyšší než 7 zasahuje přes celý průřez vzorku. U této struktury lze očekávat vysokou homogenitu s eliminovanou řádkovitostí.

3. Vyhodnocení vlastností a ověření v praxi

Na vzorcích bylo provedeno měření tvrdosti. Během přípravy vzorků pro měření tvrdosti a mikrotvrdosti bylo zjištěno, že po prokování dochází i při velmi pomalém chladnutí v peci ke vzniku struktury, která má podobné vlastnosti jako po kalení. Ze zbývajících šesti špalků byly vyrobeny obrážecí nože, které byly testovány v praxi. Z nože, který vykázal nejdelší životnost, byla provedena metalografická analýza.

3.1 Mechanické vlastnosti – tvrdost a mikrotvrdost

U všech vzorků v příčném i podélném směru byla určena tvrdost podle Vickerse HV30, a to měřením na pěti místech vzorku (tab. 2).

Úroveň tvrdosti souvisí se způsobem tepelného zpracování. Po kování došlo k částečnému zakalení vzorků. Proto jsou tvrdosti výrazně vyšší než v původním válcovaném stavu vyžíhaném na měkko.

Nejvyšší tvrdost je u vzorku po jednom pěchování s velkým rozptylem v příčném směru.

Tab. 2 Tvrdost podle Vickerse HV30

Tab. 2 Vickers hardness HV30

Stav oceli	Tvrdost podle Vickerse HV30	
	podélný řez	příčný řez
Válcovaný	271 ± 2	257 ± 1
1x pěchovaný	584 ± 2	584 ± 15
2x pěchovaný	564 ± 7	551 ± 3
3x pěchovaný	559 ± 3	559 ± 9

Úroveň tvrdosti souvisí se způsobem tepelného zpracování. Po kování došlo k částečnému zakalení vzorků. Proto jsou tvrdosti výrazně vyšší než v původním válcovaném stavu vyžíhaném na měkko. Nejvyšší tvrdost je u vzorku po jednom pěchování s velkým rozptylem v příčném směru.

Mikrotvrdost byla měřena na podélném řezu, vedeném ve vzdálenosti cca 10 mm od stěny čtyřhraného špalku, a na příčném řezu vedeném ve vzdálenosti 10 mm od jednoho konce prokovaného špalku. Hodnoty $HV_{m0,1}$ jsou uvedeny v tab. 3.

Tab. 3 Mikrotvrdost podle Vickerse $HV_{m0,1}$

Tab. 3 Vickers Micro-hardness $HV_{m0,1}$

Stav oceli	Mikrotvrdost $HV_{m0,1}$	
	podélný řez	příčný řez
Válcovaný stav	382; 344,5	323; 323
1x pěchovaný	710; 630	675; 678
2x pěchovaný	788; 787; 789; 761	779; 758
3x pěchovaný	730; 755; 768; 682	821; 854

Na příčných řezech je patrný nárůst mikrotvrdosti, přičemž střed má nižší mikrotvrdost než okrajové části. U podélných řezů je mikrotvrdost měřená ve středu plochy řezu také výrazně nižší než u okrajů. Výsledky nasvědčují tomu, že mikrotvrdost je ovlivněna složením fází při ochlazování v peci, kdy došlo k částečnému zakalení. Rohy a hrany se ochlazují rychleji než středy stěn, mikrotvrdosti ve středu ploch jsou tedy vesměs nižší než v okrajových částech. Výrazně vyšší tvrdost na příčném řezu u 3× pěchovaného vzorku souvisí pravděpodobně s jeho umístěním v peci při ochlazování blízko dveří pece, kde teplota pravděpodobně klesala rychleji než uvnitř pece z důvodu případné netěsnosti dveří. Parametry prokovaných vzorků se ovšem výrazně liší od hodnot vstupního materiálu, což je dáno způsobem zpracování válcovaného materiálu v žíhaném stavu na měkko.

3.2 Výroba a testování obrážecích nožů

Ověření chování prokovaného materiálu v praxi bylo dohodnuto u firmy Pilsentools a.s., kde byly z celkem osmi dodaných vzorků vyrobeny obrážecí nože (obr. 7).

Před vlastním zpracováním byly vzorky vyžehány na měkko, aby bylo možné vyrobit geometrii nástrojů. Dále byly obrážecí nože zakaleny a popuštěny ve vakuových pecích Aichelin podle režimu, uvedenému v tab. 4.



Obr. 7 Obrážecí nůž
Fig. 7 Slotting knife

Tab. 4 Režim tepelného zpracování obrážecích nožů
Tab. 4 Heat treatment of slotting knives

Režim tepelného zpracování:	
1.	předehřev 450 °C/20 min.
2.	předehřev 840 °C/25 min.
3.	předehřev 1 050 °C/20 min.
4.	austenitizace 1 190 °C/10 min.
5.	ochlazování přetlak. N ₂ (4 atm, 0,4 MPa)
6.	popouštění 3 × 560 °C/1,5 hod./vzduch
7.	popouštění 530 °C/1,5 hod./vzduch; výsledná tvrdost 63,5 HRC;

Nástroje byly testovány na hůře obrobitelném materiálu ČSN EN 4 15142.7 (obrobitelnost 10b) za ztížených řezných podmínek proti doporučení norem (řezná rychlost $vc = 9 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$, šířka řezu $ap = 10 \text{ mm}$, bez procesní kapaliny).

V tab. 5 jsou uvedeny průměrné hodnoty naměřených výsledků, vždy ze dvou nožů, a jejich vzájemné porovnání. 1× pěchované nástroje byly vyřazeny z hodnocení z důvodu menšího upínacího rozměru a nemožnosti nastavit stejné řezné podmínky.

Tab. 5 Vyhodnocení naměřených výsledků z obrábění
Tab. 5 Evaluation of the measured results of mechanical working

Zpracování materiálu	Ujetá dráha nástroje v řezu	Doba řezu	Porovnání s normovanými parametry
	(mm)	(s)	(%)
Válcovaný	33,29	3,70	100,00
2× pěchovaný	37,80	4,20	113,55
3× pěchovaný	42,24	4,69	126,88

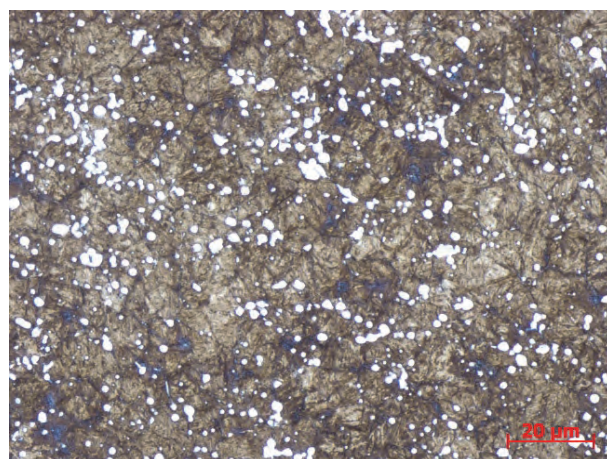
3.3 Metalografický rozbor

Na obr. 8 je struktura oceli v původním válcovaném stavu. Struktura je jemnozrná, avšak s výraznou řádkovitostí. Na obr. 9 až 11 je struktura obráběcího nože, jehož materiál byl zpracován trojnásobným pěchováním a vykázal největší životnost. Na obr. 9 je strukturní snímek, pořízený na mikroskopu ZEISS AXIO Observer.Z1m – světlé pole, zvětšení 500×, na obr. 10 je ana-

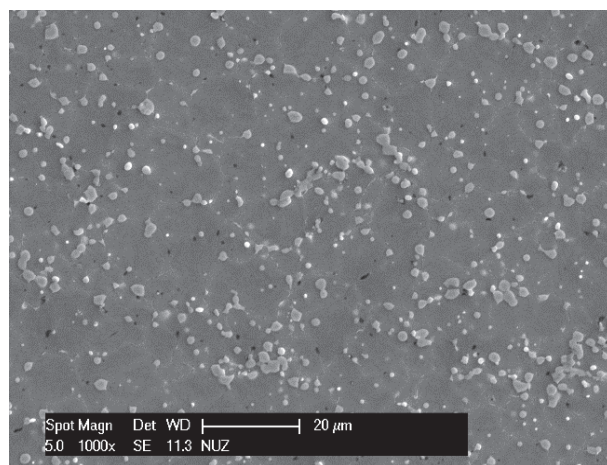
logická struktura znázorněná pomocí elektronového mikroskopu Philips ESEM XL30 při zvětšení 1000×. Jsou zde patrné jemné neostrohranné karbidy o velikosti cca 5 μm – hranice zrn jsou téměř bez karbidů. Uvnitř zrn jsou patrné martenzitické jehlice.



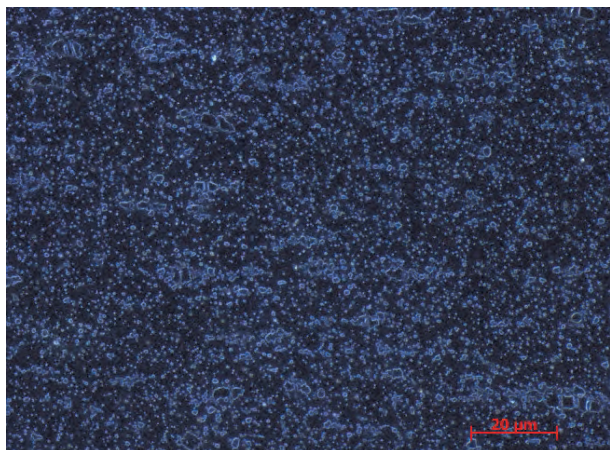
Obr. 8 Struktura ve válcovaném stavu
Fig. 8 Structure in the rolled state



Obr. 9 Struktura obrážecího nože po trojnásobném pěchování
Fig. 9 Slotting knives structure after 3× upsetting



Obr. 10 Struktura obrážecího nože po trojnásobném pěchování, elektronový mikroskop
Fig. 10 Slotting knives structure after 3× upsetting, electron microscope



Obr. 11 Rozložení karbidů v podélném směru
Fig. 11 Carbide distribution in the longitudinal direction

Na obr. 11 je strukturní stav zdokumentovaný na mikroskopu ZEISS AXIO Observer.Z1m – tmavé pole – při zvětšení 500× s cílem znázornit rozložení karbidů v podélném směru. Řádkovitost je minimalizována, avšak stále ještě není zcela potlačena. Velké primární karbidy jsou však rozrušeny vysokou plastickou deformací.

Závěr

Provedené kování rychlořezné nástrojové oceli potvrdilo výrazné zvýšení životnosti nástrojů v porovnání s životností nástrojů, vyrobených z válcovaného polotovaru. Eliminace řádkovitosti u nástrojových ocelí vyrobených klasickým metalurgickým procesem je možná za předpokladu všestranného tváření ve směru všech tří prostorových os. Numerická simulace umožní stanovit

stupeň vnitřní deformace a s tím související potlačení řádkovitosti a vznik velmi jemnozrné struktury, která odpovídá struktuře oceli vyrobené práškovou metalurgií, a to s tím, že u ní byla zjištěna vysoká stabilita řezného nástroje v podmínkách extrémního obrábění. Provedený experiment otvírá prostor pro další výzkum v oblasti tváření polotovarů tzv. na míru s ohledem na budoucí tvar nástroje, s vizí vyhnout se kalení, což by bylo možné za předpokladu, že by se našel způsob, jak vykovat tvar nástroje, který by se nadále zpracovával pouze popouštěním a broušením na konečný tvar. Složitý proces opakovaného kování, který byl nahrazen technologií práškové metalurgie, získá novou ekonomickou dimenzi v případě využití kováčích kyberneticky řízených robotů.

Poděkování

Tento článek vznikl na základě řešení studentského projektu SGS-2016-036 „Analýza, vývoj a modifikace strojírenské technologie v oblasti objemového zpracování moderních materiálů, využívaných v oblasti energetických strojů, dopravních prostředků a souvisejících strojírenských aplikací.“

Literatura

- [1] PŘIBIL, E. *Technická příručka*. [online] [cit. 10. 4. 2014]. Dostupné z: <http://www.bolzano.cz>
- [2] JKZ Bučovice a.s. [online] [cit. 18. 4. 2014]. Dostupné z: <http://www.jkz.cz>
- [3] *Scientific Forming Technologies Corporation* [online]. ©2016 [cit. 18. 4. 2016]. Dostupné z: <http://www.deform.com>
- [4] ALTAN, T., NGAILE G., SHEN G. *Cold and Hot Forming, Fundamentals and Applications*. 1. vyd. Materials park, Ohio: ASM International, 2005. ISBN-13: 978-0-87170-805-2.
- [5] POČTA, B. *Základy teorie tváření kovů*. Praha: SNTL, 1966.

Spoutání starými sliby

Süddeutsche Zeitung

08.06.2016

EU se v budoucnu bude moci bránit obtížněji proti čínským nízkým cenám. Co vypadá na první pohled jako téma pro univerzitní přednášku, je ve skutečnosti problém vysoké politické brizance. Do konce roku musí EU rozhodnout, zda uzná Čínu jako tržní ekonomiku. To bylo Číně při jejím vstupu do WTO (Světová obchodní organizace) v roce 2001 přislíbeno. Když to EU neudělá, hrozí těžký konflikt. Signály z Pekingu jsou jednoznačné. Bude-li se EU bránit udělit Číně status tržní ekonomiky, poškodí to obchodní vztahy. Nejhorším scénářem by bylo vyhlášení obchodní války. V Bruselu jsou si tohoto nebezpečí vědomi. Problémem je, že dostane-li Čína tento status, nebude už možné tak jednoduše vyhlašovat antidumpingová cla a opatření, zejména u oceli. Není žádným divem, že ocelářští dělníci, ale i manažeři v Bruselu (a nejen tam) demonstrují. Během léta by měly být vyjasněny podmínky, za kterých by EU tento status Číně udělila. Jasně „ne“ z Bruselu je téměř vyloučeno, protože i právní služba EU již řekla, že pokud by EU tento status Číně neudělila, WTO by to s největší pravděpodobností zvrátila. Navenek ovšem zatím EU zastává tvrdá stanoviska, což musí, protože mnohé EU státy jsou nedůvěřivé, zejména pak Itálie a Francie. Evropský parlament již přijal usnesení, že Čína tržní ekonomikou není. Přesto musí být nalezeno řešení. Jak by to mohlo vypadat, popisuje jeden unijní diplomat: „Čína status dostane. Současně ale EU zpřísní antidumpingové zákonodárství“. Bude-li to ocelářům stačit, nikdo neví.

Zvýšení tvrdosti cementovaných dopravníkových řetězů za použití zmrazování

Hardness Increasing of Casehardened Chain Hoists by Using Freezing Treatment

Ing. Lukáš Pindor, Ph.D.¹; Ing. Vratislav Bártek, Ph.D.²; Ing. Miroslav Melkus²; Ing. Petr Kleiner²

¹ TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a. s., Průmyslová 1000, 73970 Třinec, Česká republika

² ŘETĚŽÁRNA, a.s., Polská 48, 790 81 Česká Ves, Česká republika

Cementované řetězy pro dopravníky jsou jedním ze špičkových výrobků Řetězárny, a.s., jejichž hlavní předností je vysoká odolnost proti otěru. S ohledem na rostoucí požadavky zákazníků je snaha také u tohoto výrobku zvyšovat kvalitu. V tomto směru a v rámci interního výzkumného projektu Třineckých železáren, a.s. zaměřeného na zvyšování užitečných vlastností vysokopevných řetězových ocelí a řetězů samotných byl proveden experiment, kdy bylo do konvenčního tepelného zpracování dopravníkových řetězů zařazeno zmrazování. Účelem tohoto experimentu bylo ověřit, zdali zmrazování pomocí tekutého dusíku nebo suchého ledu přinese zvýšení tvrdosti a tím i otěruvzdornosti cementovaných dopravníkových řetězů. Obdržené výsledky ukázaly, že oba typy zmrazování, které byly provedené po kalení do oleje, přinesly nárůst tvrdosti v nauhličené vrstvě těchto řetězů.

Klíčová slova: dopravníkové řetězy; otěruvzdornost; tekutý dusík; suchý led

Casehardened chain hoists are one of the top products of the chain making company Řetězárna, a.s., The main advantage of these chains is their high abrasion resistance. However, due to the growing demands of customers it is also necessary to strive to enhance the quality of this product. In this regard and in the context of an internal research project of the steelmaking company Třinecké železáren, a.s., which was focused on increasing the service properties of high strength chain steels and chains themselves, an experiment was conducted, in which freezing was included in the conventional thermal treatment of conveyor chains. The goal of this experiment was to determine, whether the freezing by liquid nitrogen or dry ice will increase the hardness and thus wear resistance of the casehardened chain hoists. The obtained results then showed that both types of freezing, which were included after oil hardening, brought an increase in the hardness of the carburized layer of these chains.

As part of the experiment was a conveyor chain 30×108 type R35C14 was manufactured from the conventional case hardening steels 18CrNiMo7-6 (Wr. n. 1.6587). Three groups of samples were prepared from this chain, which were collectively carburized and quenched in oil. Two groups of these samples were then frozen after quenching by dry ice and liquid nitrogen. The final heat treatment was the same for all three groups and it consisted of conventional tempering. All the samples were then subjected to a tensile test, hardness measurement and measurement of the width of the hardened layer after etching.

The results showed that the use of freezing with dry ice and/or in liquid nitrogen increased hardness in the surface layer of these samples. For the samples that were frozen in liquid nitrogen the surface hardness increased up to 250 HV and the hardness of the core also increased. This is attributed to the transformation of residual austenite to martensite in the carburized surface layer.

Key words: chain hoists; wear resistance; liquid nitrogen; dry ice

Zmrazováním se označuje operace při tepelném zpracování oceli, kdy je zakalený ocelový výrobek ochlazován na teplotu pod bodem mrazu. Tato operace se používá hlavně u nadeutektoidních ocelí, jejichž teploty konce martenzitické přeměny (Mf) leží pod 0 °C. Tedy při kalení např. do předpisově zahřáté olejové lázně nedochází u těchto ocelí ke kompletní martenzitické přeměně, a po ochlazení tak ve struktuře zůstává zbytkový austenit. Zbytkový austenit je většinou nežádoucí, neboť jeho přítomnost snižuje tvrdost zakalené oceli a dále zároveň dochází k jeho pozvolné přeměně na martenzit, která může probíhat při normální teplotě i několik let. Je

provázena objemovými změnami, které zvyšují vnitřní pnutí, způsobují deformace a změny rozměrů. Přeměna zbytkového austenitu může být také podpořena i dynamickým zatěžováním dané oceli [1].

Zmrazování však také způsobuje precipitaci jemných, v celém objemu vyloučených karbidů, které přispívají ke zvýšení pevnosti a tvrdosti materiálu vlivem precipitačního zpevnění [2].

Zmrazování se provádí tak, že se daný předmět ochladí na teplotu nižší než Mf. Pro účely zmrazování se v praxi používá směs lihu a tuhého CO₂ (-78 °C), nádob

s tekutým vzduchem (-183 °C) nebo nejčastěji dusíkem (-196 °C). Doba ochlazování by měla být přiměřeně dlouhá, aby došlo k vyrovnání teploty v celém průřezu předmětu. Po zmrazování je nezbytně nutné zařadit popouštění [3].

Lze tedy říci, že zmrazování komplikuje tepelné zpracování ocelí, ale může být účelné tam, kde snížení podílu zbytkového austenitu přináší výhody (zvýšení oteřuvzdornosti, tvrdosti, pevnosti) a kde jej nelze odstranit popouštěním. Proto je vhodné zejména u výrobků, kde je vyžadována větší rozměrová stálost, hlavně u legovaných ocelí s vyšším obsahem uhlíku (přesné nástroje, měřidla) a u cementovaných součástí ze slitinových ocelí [4].

V rámci interního výzkumného projektu Třineckých železáren, a.s. zaměřeného na zvyšování užitečných vlastností vysokopevných řetězových ocelí a řetězů samotných byl v Řetězárně, a.s. proveden experiment, kdy bylo do konvenčního tepelného zpracování po cementaci dopravníkových řetězů zařazeno zmrazování. Cílem této operace bylo ověřit možnosti a hlavně přínos technologie zmrazení na tvrdost nauhličené povrchové vrstvy dopravníkových řetězů.

Dopravníkové řetězy

Dopravníkové řetězy jsou standardním výrobkem Řetězárny, a.s. patří do skupiny Třinecké železářny - Moravia Steel.

Jedná se o cementované článkové řetězy pro dopravníky se speciálními vlastnostmi, které jsou určeny zejména pro korečkové dopravníky a dopravní zařízení v různých odvětvích průmyslu a zemědělství. Tyto řetězy nesmí být použity jako součást vázacích řetězů a prostředků pro uchopení a manipulaci s břemeny.

Řetězy pro dopravníky mají logicky v důsledku cementace povrchovou tvrdost vyšší než je tvrdost ve středu článku. Konkrétní hodnoty povrchové tvrdosti, hloubky zakalení a použitého materiálu nejsou dány jednotnou normou a každá řetězárna vydává tyto parametry pod svou podnikovou normou: např. Řetězárna a.s. pod PN 36-15 (typ řetězu R40C9 a R35C14) a PN 40-13 (typ řetězu RC4 a RC5). Požadavky na řetěz jsou však u většiny řetězárny stejné. Rozměrové parametry jsou převážně převzaté z norem DIN 764, DIN766 a DIN 22 252.

Za špičkový dopravníkový řetěz lze označit typ R35C14. Požadavky na dopravníkové řetězy jsou uvedeny v tab. 1.

Tab. 1 Vlastnosti dopravníkových řetězů dle PN 36-15 a PN 40-13

Tab. 1 Properties of chains hoists according to the PN 36-15 and PN40-13

Typ řetězu	RC4	RC5	R40C9	R35C14
zkušební napětí (N·mm ⁻²)	140	185	240	210
napětí při přetržení (N·mm ⁻²)	280	370	400*	350*
povrchová tvrdost v ohbí (HV30)	min. 800		800 ± 40	
tvrdost jádra (HV30)	cca. 450		-	-
hloubka nauhličení HTÄ (mm)	0,1·d ± 0,1·d		0,09·d ± 0,1·d nad ø28 = 0,085·d	0,14·d ± 0,1·d nad ø28 = 0,12·d
hloubka cementace Eht (min. 550 HV30)	0,06·d nad ø28 = 0,05·d		0,05·d nad ø28 = 0,045·d	0,09·d nad ø28 = 0,08·d

Jak je z tab. 1 patrné, jednou z nejdůležitějších vlastností u těchto typů řetězů je povrchová tvrdost měřená v ohbí.

Experiment

Vlastní experiment byl proveden na dopravníkovém řetězu 30×108 typu R35C14 (rozměry dle DIN 22 252), který byl vyroben z cementační oceli 18CrNiMo7-6 (rozsah chemického složení v tab. 2).

Tab.2 Rozsah chemického složení oceli 18CrNiMo7-6

Tab.2 The range of chemical composition of the steel 18CrNiMo7-6 (wt. %)

Ocel		(hm. %)					
		C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni
18CrNiMo7-6	Min	0,15		0,50	0,50	0,25	1,40
	Max	0,21	0,40	0,90	1,80	0,35	1,70

Z daného řetězu byly vyrobeny 3 skupiny vzorků, přičemž každou skupinu tvořil 4× pětičlánkový a 4× jednočlánkový vzorek (uvedený počet vzorků byl volen z důvodů opakovatelnosti), které se lišily následujícím způsobem:

skupina č. 1: vstup řetěz 30×108 dle PN 36-15, typ R35C14, standardně vyroben;

skupina č. 2: vstup řetěz 30×108 dle PN 36-15, typ R35C14, standardně vyroben a do tepelného zpracování zařazeno zasypání vzorků suchým ledem po dobu cca 30 min, teplota cca -78 °C;

skupina č. 3: vstup řetěz 30×108 dle PN 36-15, typ R35C14, standardně vyroben a do tepelného zpracování zařazeno ponoření vzorků do nádoby s tekutým dusíkem po dobu cca 15 min, teplota lázně cca -196 °C.

Všechny vzorky byly cementovány a kaleny do oleje najednou, dále však bylo pouze u dvou skupin vzorků (skupina č. 2 a č. 3) použito zmrazování v suchém ledu a tekutém dusíku (snímek vzorků vytažených z tekutého dusíku na obr. 1). Konečné tepelné zpracování se skládalo z konvenčního popouštění.

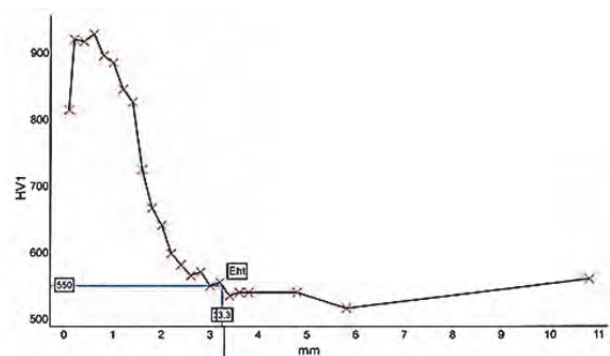


Obr. 1 Vzorky řetězu 30x108 vytažené z tekutého dusíku
Fig. 1 Samples of chain 30x108 extracted from liquid nitrogen

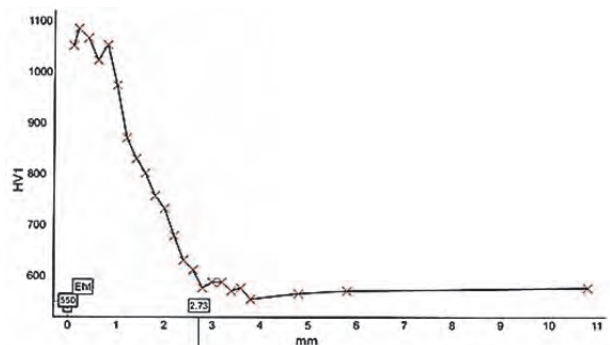
Výsledky a diskuse

Vzorky po konečné operaci byly podrobeny měření tvrdosti a šířky cementační vrstvy po makroleptu. Výsledky měření tvrdosti HV1 dle ČSN EN ISO 2639 jsou graficky shrnuty na obr. 2.

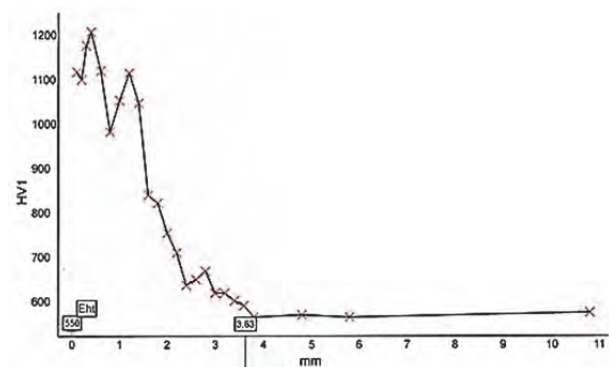
Skupina č. 1



Skupina č. 2



Skupina č. 3



Obr. 2 Výsledky měření tvrdosti nauhličené vrstvy
Fig. 2 Results of hardness measurement of carburized layer

Z průběhu tvrdosti po průřezu vzorků na obr. 2 je patrné, že vlivem zmrazování se zvýšila významně tvrdost v povrchové vrstvě těchto vzorků řetězů.

V tab. 3 je uveden souhrn získaných výsledků. Ukázalo se, že zmrazením vzorků řetězů 30x108 v tekutém dusíku došlo k výraznému vzrůstu povrchové tvrdosti, avšak také se zvýšila tvrdost jádra. Zajímavá je i skutečnost, že se zvýšila u skupiny č. 3 hloubka nauhličení. Tento poznatek lze však považovat za orientační, protože hloubka nauhličení byla odvozena pouze z měření tvrdosti.

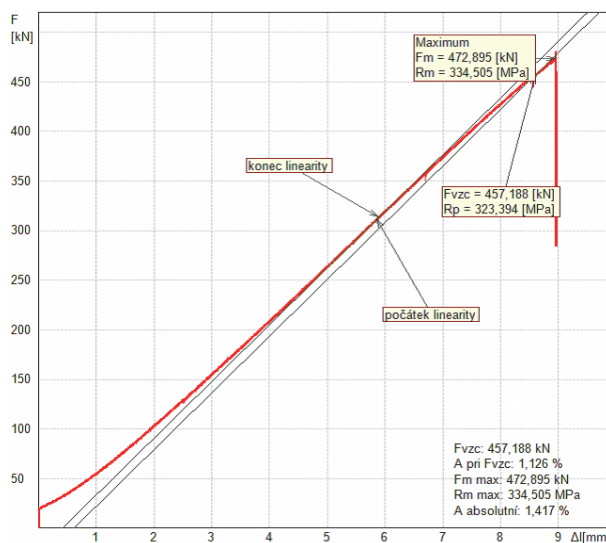
Tab. 3 Vlastnosti řetězů PN 36-15, jakost R35C14
Tab. 3 Properties of chains PN 36-15, quality R35C14

Vlastnost	Skupina č. 1	Skupina č. 2	Skupina č. 3
max. povrchová tvrdost v ohbí (HV30)/hloubka (mm)	920/0,2	1085/0,2	1206/0,4
tvrdost jádra (HV1)	541	574	568
hloubka nauhličení HTA (mm)	3,5	3,5	3,7

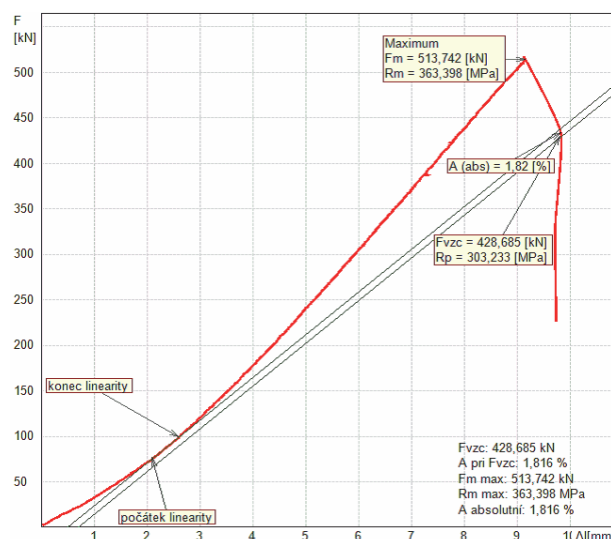
Tepelně zpracované pětičlánekové řetězy byly podrobeny tahové zkoušce (obr. 3). Výsledky ukázaly, že i napětí při přetržení F_m a mez pevnosti R_m je stejné nebo nepatrně větší u vzorků, které byly zmrazené (skupina č. 2 a skupina č. 3). Zkoušky byly provedeny na automatickém zkušebním zařízení Labortech 400 t.

Lze tedy předpokládat, že dané zvýšení tvrdosti, potažmo i pevnosti (u vzorků skupiny č. 2) bylo způsobeno rozkladem zbytkového austenitu v důsledku použití zmrazování. Protože se však jednalo o pilotní zkoušky, které byly zaměřeny pouze na ověření mechanických vlastností, nebyla provedena metalografická analýza vzorků před a po zmrazování. Důslednější ověření bude součástí dalších prací v tomto výzkumu.

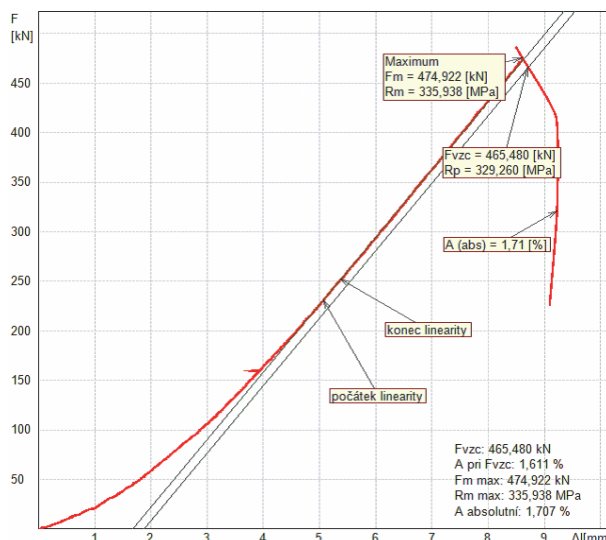
Skupina č. 1



Skupina č. 2



Skupina č. 3



Obr. 3 Výsledky tahových zkoušek pro jednotlivé skupiny řetězů
Fig. 3 Results of tensile tests for individual groups of chains

Závěr

V rámci interního výzkumného projektu Třineckých železáren, a.s. zaměřeného na zvyšování užitečných vlastností vysokopevných řetězových ocelí a řetězů samotných byl proveden experiment, kdy bylo do konvenčního tepelného zpracování dopravníkových řetězů zařazeno zmrazování.

Výsledky ukázaly, že pomocí tekutého dusíku a suchého ledu, kdy byly vzorky dopravníkového řetězu 30×108 typu R35C14 po kalení do oleje zchlazeny, došlo k výraznému nárůstu povrchové tvrdosti i pevnosti, což je připisováno rozkladu zbytkového austenitu na martenzit.

Další práce v této oblasti budou zaměřeny na detailnější zkoumání mikrostruktury dopravníkových řetězů tepelně zpracovaných za použití zmrazování, a to na hodnocení mikrostruktury, měření množství zbytkového austenitu a hodnocení charakteru precipitátů.

Literatura

- [1] RYŠ, P., CENEK, M., MAZANEC, K., HRBEK, A. *Nauka o materiálu*. Praha: Nakladatelství Československé Akademie věd, 1975.
- [2] MENG, F. et al. Role of Eta-carbide Precipitations in the Wear Resistance Improvements of Fe-12Cr-Mo-V1.4C Tool Steel Cryogenic Treatment *ISIJ International*, 34 (1994) 2, 205–210.
- [3] BARRON, F.R. Yes – Cryogenic Treatments Can Save You Money! Here's Why". *Tapi*, 57 (1974), 35–40.
- [4] SUSHEEL, K. Cryogenic Processing: A Study of Materials at Low Temperatures. *Journal of Low Temperature Physics*, 158 (2010) 5-6, 934–945, DOI: 10.1007/s10909-009-0058-x.

Zprávy z HŽ, a.s.

Hutní výroba v ČR a SR

Meziroční porovnání měsíčních a postupných hutních výrob roku 2016 a 2015

	Výroba *)			Výroba	Index	Výroba	Index	Výroba	Index
	květen	červen	leden-červen	květen		červen		leden-červen	
	2016	2016	2016	2015	2016/15	2015	2016/15	2015	2016/15
	tis. t			tis. t	%	tis. t	%	tis. t	%
KOKS									
CELKEM	274,88	261,94	1 533,89	297,40	92,43	287,90	90,98	1 735,44	88,39
z toho (HŽ) ČR	134,60	125,02	734,28	157,96	85,21	151,82	82,35	917,19	80,06
(HŽ) SR	140,29	136,92	799,62	139,43	100,61	136,08	100,62	818,25	97,72
AGLOMERÁT									
CELKEM	889,44	794,09	4 855,20	838,47	106,08	674,75	117,69	4 763,85	101,92
z toho ČR	556,14	474,59	3 033,60	501,47	110,90	367,65	129,09	2 850,85	106,41
SR	333,30	319,50	1 821,60	337,00	98,90	307,10	104,04	1 913,00	95,22
SUROVÉ ŽELEZO									
CELKEM	718,43	700,13	4 034,38	686,91	104,59	692,36	101,12	4 082,58	98,82
z toho ČR	374,73	353,45	2 100,91	378,49	99,01	362,68	97,46	2 095,86	100,24
SR	343,70	346,68	1 933,47	308,42	111,44	329,68	105,16	1 986,71	97,32
SUROVÁ OCEL									
CELKEM	893,28	879,67	5 042,76	876,07	101,96	874,81	100,56	5 197,33	97,03
z toho ČR	485,64	457,58	2 696,01	495,07	98,10	480,31	95,27	2 769,48	97,35
SR	407,64	422,09	2 346,75	381,00	106,99	394,50	106,99	2 427,84	96,66
KONTISLITKY									
CELKEM	854,02	844,19	4 819,72	833,86	102,42	833,14	101,33	4 944,00	854,02
z toho ČR	447,11	422,83	2 477,39	453,76	98,53	439,54	96,20	2 521,56	447,11
SR	406,91	421,36	2 342,33	380,10	107,05	393,60	107,05	2 422,44	406,91
BLOKOVNY									
CELKEM	53,54	51,61	316,06	52,01	102,95	52,42	98,45	285,95	110,53
z toho ČR	53,54	51,61	316,06	52,01	102,95	52,42	98,45	285,95	110,53
SR	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
VÁLCOVANÝ MATERIÁL									
CELKEM	824,77	827,81	4 727,30	802,41	102,79	771,96	107,24	4 711,30	100,34
z toho ČR	468,31	458,02	2 642,67	440,63	106,28	439,75	104,15	2 532,74	104,34
SR	356,46	369,80	2 084,63	361,79	98,53	332,21	111,31	2 178,55	95,69
TRUBKY									
CELKEM	63,95	61,20	360,28	65,60	97,48	65,57	93,34	393,56	91,54
z toho ČR	42,99	41,91	246,78	45,70	94,06	47,01	89,16	280,17	88,08
SR	20,96	19,29	113,51	19,90	105,34	18,57	103,91	113,39	100,10
TAŽENÁ, LOUPANÁ, BROUŠENÁ OCEL									
CELKEM = (HŽ) ČR	19,33	17,69	122,03	17,57	110,01	18,19	97,23	106,76	114,31
STUDENÁ PÁSKA KLASICKÁ									
CELKEM = (HŽ) ČR	1,33	1,17	7,33	1,10	120,91	1,42	82,56	7,98	91,85

POZNÁMKA: *) Za poslední měsíc jsou údaje předběžné.

Zpracoval: Hutnictví železa, a.s. - Ing. Vala

Meziroční porovnání měsíčních a postupných hutních výrob roku 2016 a 2015

	Výroba *)			Výroba	Index	Výroba	Index	Výroba	Index
	červen	červenec	leden- červenec	červen		červenec		leden- červenec	
	2016	2016	2016	2015	2016/15	2015	2016/15	2015	2016/15
	tis. t			tis. t	%	tis. t	%	tis. t	%
KOKS									
CELKEM	261,94	273,17	1 807,06	287,90	90,98	302,96	90,17	2 038,39	88,65
z toho (HŽ) ČR	125,02	133,46	867,73	151,82	82,35	158,87	84,00	1 076,06	80,64
(HŽ) SR	136,92	139,71	939,33	136,08	100,62	144,09	96,96	962,33	97,61
AGLOMERÁT									
CELKEM	794,09	878,25	5 733,45	674,75	117,69	775,23	113,29	5 539,08	103,51
z toho ČR	474,59	549,85	3 583,45	367,65	129,09	465,33	118,16	3 316,18	108,06
SR	319,50	328,40	2 150,00	307,10	104,04	309,90	105,97	2 222,90	96,72
SUROVÉ ŽELEZO									
CELKEM	700,13	701,05	4 735,42	692,36	101,12	706,41	99,24	4 788,99	98,88
z toho ČR	353,45	346,88	2 447,79	362,68	97,46	357,73	96,97	2 453,59	99,76
SR	346,68	354,16	2 287,64	329,68	105,16	348,69	101,57	2 335,40	97,95
SUROVÁ OCEL									
CELKEM	879,67	847,07	5 888,82	874,81	100,56	873,53	96,97	6 070,86	97,00
z toho ČR	457,58	436,93	3 131,94	480,31	95,27	465,74	93,81	3 235,22	96,81
SR	422,09	410,14	2 756,89	394,50	106,99	407,79	100,57	2 835,64	97,22
KONTISLITKY									
CELKEM	844,19	820,99	5 640,71	833,14	101,33	838,04	97,97	5 782,03	97,56
z toho ČR	422,83	411,57	2 888,96	439,54	96,20	431,14	95,46	2 952,70	97,84
SR	421,36	409,42	2 751,75	393,60	107,05	406,89	100,62	2 829,34	97,26
BLOKOVNY									
CELKEM	51,61	46,52	362,58	52,42	98,45	51,75	89,90	337,70	107,37
z toho ČR	51,61	46,52	362,58	52,42	98,45	51,75	89,90	337,70	107,37
SR	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
VÁLCOVANÝ MATERIÁL									
CELKEM	830,52	817,34	5 583,16	771,96	107,59	731,80	111,69	5 443,09	102,57
z toho ČR	460,73	445,99	3 127,08	439,75	104,77	432,53	103,11	2 965,28	105,46
SR	369,80	371,35	2 456,08	332,21	111,31	299,26	124,09	2 477,82	99,12
TRUBKY									
CELKEM	61,21	50,85	411,12	65,57	93,34	60,72	83,74	454,28	90,50
z toho ČR	41,91	31,87	278,64	47,01	89,17	41,41	76,97	321,58	86,65
SR	19,29	18,98	132,49	18,57	103,91	19,32	98,25	132,71	99,83
TAŽENÁ, LOUPANÁ, BROUŠENÁ OCEL									
CELKEM = (HŽ) ČR	17,69	20,59	142,62	18,19	97,23	17,38	118,50	124,13	114,89
STUDENÁ PÁSKA KLASICKÁ									
CELKEM = (HŽ) ČR	1,17	0,86	8,18	1,42	82,56	1,27	67,77	9,24	88,55

POZNÁMKA: *) Za poslední měsíc jsou údaje předběžné.

Zpracoval: Hutnictví železa, a.s. - Ing. Vala

Z hospodářské činnosti podniků, institucí a řešitelských pracovišť

Návrh pro pokročilou výrobu vysokopevnostních kompozitních pružin

Design of advanced production of high-strength composite alloys

Ing. Radek Páleník¹; doc. Ing. Soňa Rusnáková, Ph.D.²

¹ HŽP a.s., Dolní 100, 797 11 Prostějov, Česká republika

² Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, nám. T. G. Masaryka 5555, 760 01 Zlín, Česká republika

Iniciace projektu

V roce 2009 začal být komerčně dodáván nový dopravní letoun Boeing 787. Uvádí se, že jeho konstrukce je až z 80 % vyrobena z kompozitních materiálů. Letectví a kosmonautika jsou všeobecně považovány za pionýry v používání nových vyspělých materiálů. Jakmile nějaký materiál přejde z vojenského letectví a kosmonautiky do civilního sektoru, dá se očekávat jeho následné rozšíření i do automobilového průmyslu. Stalo se tak u GPS navigace, stává se tak u průhledových displejů, trend směřuje i k autopilotům (autořidičům). U Boeingu 787 se tak stalo s kompozitními materiály. Zdá se, že kompozitní materiály překonaly fázi experimentu a vyspěly pro vysoké zatížení, značnou odolnost vůči vysokým teplotám a nepříznivým klimatickým vlivům. Mají také velmi nízkou hmotnost.

V HŽP jsme s myšlenkou na výroby pružin z kompozitních materiálů začali v roce 2013, hledali jsme partnera pro spolupráci. Po zběžném hledání jsme našli jen společnosti schopné vyrobit běžné laminátové díly. Technologie vhodné pro tuningové díly a surfovací prkna však nestačí ani zdaleka na požadavky automobilového průmyslu. Zdálo se, že projekt skončí neúspěšně.

Nový impuls projekt získal v roce 2014 po naší návštěvě veletrhu INNOTRANS v Berlíně. Japonská společnost Kawasaki zde vystavovala revoluční železniční podvozek nové generace. Mnoho ocelových komponent bylo nahrazeno kompozitními a podvozku dominovala kompozitní pružina (obr. 1). Společnost zdůrazňovala úsporu hmotnosti a snížení hlučnosti. Naše pochybnosti o kompozitech se rozplynuly a přešly do příznivého pohledu na tyto materiály.



Obr. 1 Podvozek Kawasaki (zdroj <http://www.virtualmarket.innotrans.de/de/efWING,p1452834>)

Spolupráce s univerzitou

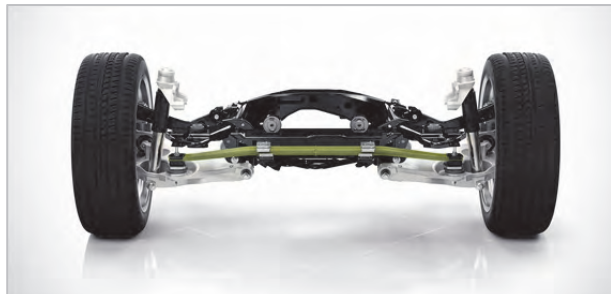
V počáteční fázi reinkarnovaného projektu jsme hledali vhodného partnera. Kontaktovali jsme dvě univerzity a rozhodli se pro spolupráci s Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně. Specializované pracoviště univerzity sestavilo tým odborníků v čele se spoluautorkou této publikace se znalostmi v oblastech pevnostních výpočtů, materiálových vlastností a cyklické únavy. Za stranu HŽP máme v týmu vývojáře Ing. Pavla Nekoksu.

Cíle projektu

Cílem projektu je zjištění schopností kompozitních pružin, jejich návrhu následné průmyslové výroby. Pro návrh první pružiny jsme vybrali prototyp pružiny s vysokým namáháním. Její výroba je na hranici našich technologických možností a vyžaduje vysoce kvalitní ocel. Z běžné pružinové oceli není možné tuto pružinu vyrobit. Věříme, že pokud zvládneme takto obtížný produkt, budeme následně schopni vyrobit jakoukoliv

myslitelnou pružinu. Kompozitní pružina bude navíc výrazně lehčí, měla by být tišší a odolná vůči korozi.

V průběhu řešení projektu se objevily i další příklady, které nás utvrzují, že jsme na správné cestě. Automobilka Volvo oznámila využití kompozitní pružiny v osobním automobilu XC-90 (obr. 2).

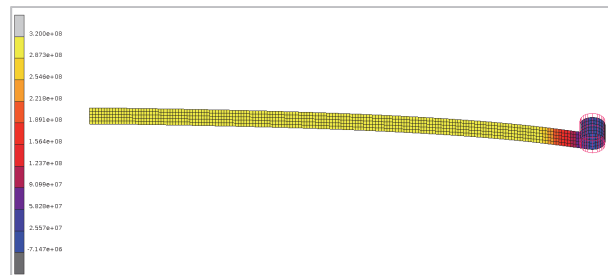


Obr. 2 Kompozitní pružina v automobilu Volvo XC-90 (Zdroj http://auto.idnes.cz/listove-pero-volvo-0o1-/automoto.aspx?c=A160408_140906_automoto_fdv)

Stav projektu

V současné době máme podánu žádost o dotaci u Technologické agentury České republiky v programu TH – Program na podporu aplikovaného výzkumu a experimentálního vývoje EPSILON. Zatím nemáme vyjádření ze strany TAČR. Sami považujeme projekt za pokrokový s potenciálem vzniku úplně nových technologií a výrobků. Máme však i první technické výsledky. Příkladem budiž výpočet napětí a rozložení v navržené kompozitní pružině (obr. 3). V projektu se soustředíme

na vývoj parabolické pružiny. Parabolický tvar zajišťuje konstantní průběh napětí v materiálu při zatížení pružiny. Získané poznatky ale využijeme i pro návrh kompozitních pružin šroubových. Kompozitní materiály jsou anizotropní. Napětí se tudíž nerozkládá v materiálu ve všech osách stejně. Tato vlastnost nezbytně povede k neobvyklým průřezům materiálů. Kruhové průřezy u šroubových pružin a obdélníkové průřezy u parabolických pružin se mohou změnit v eliptické.



Obr. 3 Rozložení napětí v pružině

Ukazuje se, že kritickým prvkem je volba materiálu. Běžná skleněná vlákna, hojně využívaná pro výrobu kompozitních dílů, nesnesou uvažované zatížení. Napětí v pružině překračuje možnosti těchto vláken. Kompozitní pružina ze skleněných vláken se shodnými mechanickými vlastnostmi jako ocelová by nevydržela ani jeden pracovní cyklus. Ve spolupráci s univerzitou pokračujeme v projektu a náš společný cíl zůstává stejný: kompozitní pružina s nízkou hmotností, požadovanými vysokými mechanickými vlastnostmi a značnou životností.

Vzniká největší dálková síť rozvodu tepla v Evropě

Westdeutsche Allgemeine Duisburg

02.06.2016

Do konce roku 2019 vznikne v Porúří největší dálková síť rozvodu tepla v Evropě. Stavba potřebného potrubí mezi elektrárnou Walsum a připojovacím místem v Bottropu by měla začít v roce 2017. Potrubí bude dlouhé 25 km, spojí obě již existující dálkové sítě Niederrhein a Ruhr a bude v něm cirkulovat voda o teplotě 180 °C. Potrubí o průměru 120 cm bude vedeno převážně nad zemí. Z tohoto důvodu je projekt kritizován ochránci životního prostředí. V oblasti Duisburgu se jako dodavatelé tepla zúčastní elektrárna Walsum, výrobce oceli ThyssenKrupp v Bruckhausen/Marxloh a chemický závod Huntsman v Hombergu. Všichni tři již dnes dodávají teplo do existující sítě Niederrhein. Projekt je podporován zemskou vládou Severního Porýní-Vestfálska.

Německý trh se širokým pásem, válcovaným za tepla: Na trhu panuje velký neklid

Stahl Aktuell

06.06.2016

Německý trh se širokým pásem válcovaným za tepla se v květnu dostal do velice neklidných vod. Na prahu třetího čtvrtletí stojí před prahem výrazné zvyšování cen. Kdo objednává dodatečná množství na spotovém trhu, musí sáhnout hlouběji do kapsy. Hlavním důvodem pro vzestup cen jsou chybějící importy z Asie. Ale jako ceny zvyšující faktor působí také ceny surovin a polotovarů. Nákupci informují, že výrobci při prosazování svých požadavků na trzích vystupují velmi rozhodně a velmi jednotně. Stav v zásobování je částečně napjatý. Nejednotnost ale panuje v tom, zda se vyšší cenová úroveň udrží dlouhodobě.

Stanovení charakteristických teplot tavitelnosti paliv v podmínkách hutní laboratoře

Determining the Characteristic Temperatures of Fuel Ash Fusibility in the Conditions of a Metallurgical Laboratory

Mgr. Jitka Petrová, MBA; Ing. Jiří Vojník; Zuzana Rusnoková

ENVIFORM a.s., divize Analytické laboratoře, Závodní 814, 739 61 Třinec- Staré Město, Česká republika

The laboratory of chemical and physical analyses that is part of the ENVIFORM a.s. company, started determining the characteristic temperatures of ash fusion in 2014 in connection with the project of injecting dust ash into blast furnaces. The method for determining the temperatures of fusibility of coal and coke ashes provides information on the physical-chemical changes in the structure of ash material and on the behavior of inorganic components of ash at high temperatures. The ash used in the laboratory testing is a homogeneous mixture made from a representative sample of coal or coke, and the test is performed at a controlled warm-up pace either in a reducing or in an oxidizing atmosphere. The results of the test of ash fusibility can indicate tendencies for the ash to form molten sediments and slag in a blast furnace, into which very finely ground coal is blown.

In today's world, hand in hand with the growing usage of fuels other than the traditional fossil fuels, the question of determining the characteristic temperatures of ash fusibility from alternative fuels (bio-fuels, solid alternative fuels, etc.) is getting more and more attention. The temperatures of fusibility of ash from a particular type of fuel are influenced by the chemical composition of the ash and by the alkaline to acidic oxides ratio in the ash mixtures. The eutectic areas of the ash material are significantly affected by their composition (for example, the presence of alkaline metals and chlorides in the ash material of the fuels).

The temperatures of ash fusibility are characterized by four basic phases of physical-chemical changes in the structure of the ash material: the sintering, softening, melting, and creep temperatures. Each of these observable phases corresponds to a characteristic temperature, at which the test object undergoes the changes; in this process, the test object is placed in a test apparatus, in which it is subjected to temperature degradation under the continuous visual observation using photo or camera recording. The tests can be performed in various types of atmospheres – oxidizing, semi-reducing, or reducing atmospheres. The measured values of the typical temperatures of ash fusion and the chemical composition of ash material allow the technologists in both the metallurgical industry and power engineering to correctly conduct their procedural technological practices, and they draw the technologists' attention to the potential risks related to possible sediment forming in critical zones of the monitored technological devices.

V laboratoři chemických a fyzikálních analýz společnosti ENVIFORM a.s. se začalo stanovení charakteristických teplot tavení popela provádět v roce 2014 v souvislosti s projektem injektáže prachového uhlí do vysokých pecí. Metoda stanovení teplot tavitelnosti popela z uhlí a koksu poskytuje informace o fyzikálně-chemických změnách ve struktuře popelovin a chování anorganických složek popele při vysokých teplotách. Popel používaný ke zkoušce v laboratoři je homogenní směs připravená z reprezentativního vzorku uhlí nebo koksu a zkouška se provádí při řízené rychlosti zahřívání buď v redukční, nebo v oxidační atmosféře. Zkouška tavitelnosti popela může indikovat jeho tendenci k vytváření roztavených nánosů ve vysoké peci, do které je výfukami foukáno velmi jemně mleté uhlí.

V současné době se v souvislosti s rozvojem využívání jiných než klasických fosilních paliv dostává do popředí problematika stanovení charakteristických teplot tavitelnosti popela také u alternativních paliv (biopaliva, tuhá alternativní paliva apod.). Teploty tavitelnosti popela jednotlivých paliv jsou ovlivňovány jeho chemickým složením a poměrem mezi zásaditými a kyselými oxidy těchto směsí. Eutektické oblasti popelovin výrazně ovlivňuje jejich chemické složení (např.: výskyt alkalických kovů a chloridů v popelovinách paliv).

Teploty tavitelnosti popela jsou charakterizovány čtyřmi základními fázemi fyzikálně-chemických změn ve struktuře popelovin – jedná se o teploty spékání, měknutí, tání a tečení. Každé této pozorovatelné fázi je přiřazena charakteristická teplota vypovídající o právě probíhajících změnách ve zkušebním tělísku, které je podrobováno teplotní degradaci ve zkušebním přístroji za kontinuálního vizuálního pozorování současně s fotografickým nebo kamerovým záznamem. Zkoušky mohou probíhat v různých typech atmosfér – od oxidační až po redukční atmosféru. Získané hodnoty typických teplot tavení popela a chemického složení popelovin slouží technologům v hutním

průmyslu i energetice pro správné řízení jejich procesních technologických postupů a upozorňují je na možná úskalí spojená s tvorbou nánosů a nálepů v kritických oblastech technologických zařízení.

Požadavky na paliva v hutnických a energetických provozech

Technologie foukání jemně mletého uhlí přes výfučny vysokých pecí se používá jako náhrada metalurgického koksu při redukčních pochodech při výrobě surového železa ve vysokých pecích Třineckých železáren, a.s. (TŽ, a.s.). Záměnou metalurgického koksu za jemně mleté uhlí dochází k významným změnám v průběhu oxidačních i redukčních pochodů v oblasti tavení vysokopecní vsázky a k případné tvorbě natavenin. Jednou z analytických metod, která dokáže problémy vzniku takových nežádoucích produktů predikovat, je kromě stanovení chemického složení také stanovení tavitelnosti popela.

Metalurgický (vysokopecní a slévárenský) koks je nejpoužívanějším druhem paliva při výrobě surového železa, litiny a izolačních materiálů. Tyto výrobní pochody jsou souborem velkého počtu fyzikálně-chemických, tepelných a mechanických dějů. Uvedené děje neprobíhají odděleně, ale v jedné časové rovině v určitých vzájemných souvislostech. Metalurgický koks je ve vysoké peci zdrojem tepla, redukčním činidlem, zabezpečuje prodyšnost a oporu sloupce vsázky při vysokých teplotách a zároveň slouží jako nahličovadlo surového železa.

Tyto požadavky kladou na použitý koks vysoké nároky v oblasti termoplasticity a termodynamiky. Injektáž jemně mletého uhlí přes výfučny vysoké pece do jejího oxidačního prostoru přináší nové pohledy nejen na kvalitu koksu, ale také na kvalitu přidávaného prachového uhlí především ve vztahu ke kvalitě vysokopecní strusky.

Základním úkolem strusky, tvořící se ve spodní části vysoké pece, je odvést z výrobního agregátu sloučeniny, které nezredukovaly na kov. Struska také vyplňuje prostor mezi rozžhavenými kusy vysokopecního koksu. Protože se nachází v silně redukčním prostředí, musí umožňovat prodyšnost vsázkového sloupce a zároveň vytvářet tepelně vodivé prostředí pro ohřev surového železa. V této spodní části vysoké pece nedochází k interakci strusky s uhlíkovou vyzdívkou, avšak při nevhodných technologických podmínkách může ve výše položených horizontech způsobovat vznik nasazenin a tím narušovat pravidelný chod vysoké pece.

Termoplastické vlastnosti koksu při foukání redukčních látek přes výfučny nabývají na významu a velmi významně ovlivňují celý technologický proces výroby surového železa. Předčasné měknutí koksu by způsobovalo zhroutení prodyšné zóny a následný těžký chod vysoké pece.

K obdobným procesům dochází také při výrobě litiny v klasických kuplovnách nebo při výrobě izolačních materiálů na bázi čediče v šachtových pecích za použití

slévárenského koksu. V kupolové peci se při vysokých teplotách taví vstupní suroviny a výstupem z pece je roztavená láva, ze které se na rozvláknovacím stroji vyrábí jemné vlákno. Při těchto procesech je velmi důležitá odolnost slévárenského koksu vůči teplotní degradaci. Jedná se o jeho reaktivitu ke kyslíku. Jak vysokopecní, tak i slévárenský koks plní tedy několik funkcí současně.

Analýza tavitelnosti popela se stává zásadní také v oblasti energetiky při zavádění nových biopaliv a tuhých alternativních paliv do spalovacích procesů, kdy může docházet ke spékání popela a dalším nežádoucím chemickým a fyzikálním reakcím v prostoru spalování. Popel biopaliv obsahuje velké množství látek snižujících teplotu tavení (především sloučeniny draslíku a vápníku), které se za teplot kolem 1 000 °C podobají nízkotavitelným sklům a způsobují např. neprůchodnost roštů spalovacích agregátů.

Identifikace technologických charakteristik popela

Jednou z analytických metod pro kvalitativní hodnocení tuhých průmyslových paliv v Laboratoři chemických a fyzikálních analýz společnosti ENVIFORM a.s. je stanovení tavitelnosti popele. Tavitelnost popela patří mezi důležité fyzikální charakteristiky pevných paliv, které dokážeme určit analýzou při zvyšující se teplotě za specifických podmínek. Teploty tavitelnosti popela jsou rozhodující kvalitativní parametry, které určují, jak se bude palivo chovat v průmyslových podmínkách a zda má tendenci tvořit nežádoucí eutektické soustavy s nízkou teplotou tavení.

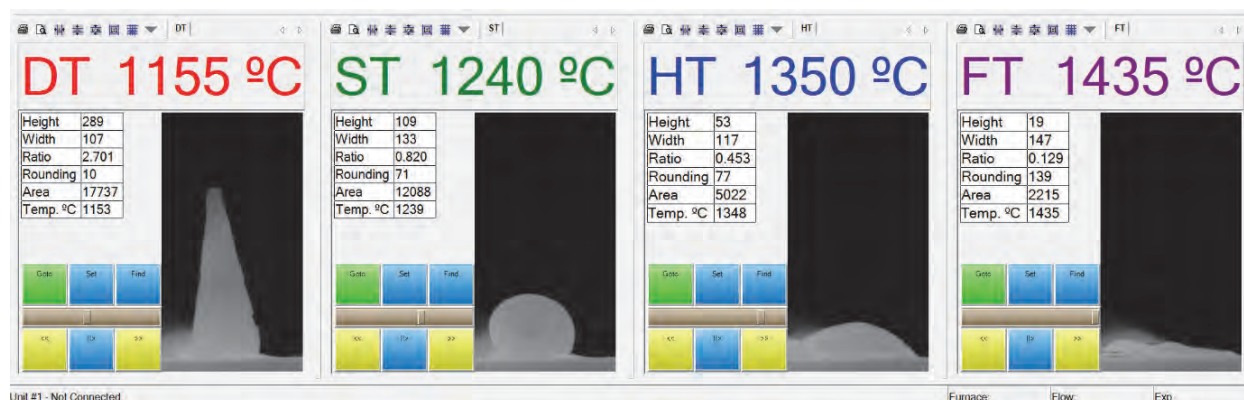
K tomuto stanovení v laboratoři ENVIFORM a.s. se využívá přístroj Leco AF700, který byl pořízen v souvislosti s projektem injektáže prachového uhlí do vysokých pecí společnosti TŽ, a.s., a to právě pro zjišťování hodnot tavitelnosti popele jemně mletého uhlí. Analyzátor Leco AF700 pro stanovení teplot tavitelnosti popela sleduje proces deformace tělísek vzorků popela v závislosti na teplotě a zároveň automaticky vyhodnocuje charakteristické deformační teploty. To umožňuje speciální funkce software pro automatické vyhodnocení obrazu získaného z digitální kamery, která objektivně zaznamenává a ukládá kompletní průběh analýzy.

Názvosloví jednotlivých deformačních teplot různých druhů paliv se mírně liší, nicméně charakteristické teploty tavitelnosti popela jsou čtyři a jedná se o teplotu deformace – tzv. sintrace (DT), teplotu kulovitého tvaru – tzn. měknutí (ST), teplotu polokulovitého tvaru – tzn. tání (HT) a teplotu tečení (FT). Jednotlivé názvy v podstatě dobře vystihují počátky změn probíhajících v popelu. Tvary zkušebních tělísek se mohou lišit (jehlan, váleček,

hranol, kužel). Pro biopaliva a tuhá alternativní paliva jsou preferována zkušební tělíska ve tvaru válečku a příprava vzorku popela se provádí při nižší teplotě než u pevných fosilních paliv. Analyzátor Leco AF700 provádí analýzy v souladu s normou pro uhlí a koks ČSN ISO 540 – Stanovení tavitelnosti popela. Jako zkušební tělísko se používá jehlan.

Připravená zkušební tělíska se přilepí na keramickou podložku a vloží do vysokoteplotní rampovací pece. Uživatel zvolí vhodnou analytickou metodu a požadovanou atmosféru (oxidační nebo redukční) a definuje

nárůst teploty ($^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$) podle předepsaného postupu. Před aplikováním zvolené atmosféry se pecní část vyčistí proudem dusíku. Po dosažení startovací teploty (pro pevná fosilní paliva typicky 700°C) začne vysokorychlostní digitální kamera přes systém zrcadel uvnitř pecní části snímat děj s frekvencí 30 obrázků za minutu. Po dosažení všech definovaných teplotních bodů deformace (DT, ST, HT, FT), které software automaticky vyhodnocuje, je celý proces analýzy zároveň automaticky ukončen. Příklad záznamu z měření je uveden na obr. 1.



Obr. 1 Záznam měření charakteristických bodů deformace

Fig. 1 Example of the measurement of characteristic points of deformation

Analýza teplot tavitelnosti popela v laboratoři se provádí v oxidační i redukční atmosféře. Proto laboratoř ENVIFORM a.s. provedla srovnání výsledků podle použité atmosféry. Z porovnání získaných výsledků vyplývá, že charakteristické teploty tavitelnosti popela v redukční atmosféře dosahují nižších hodnot, než v atmosféře oxidační a tato skutečnost úzce souvisí se složením popelovin.

Závěr

Laboratoře chemických a fyzikálních analýz ENVIFORM a.s. poskytují zkoušku stanovení charakteristických teplot tavitelnosti popela ze vzorků pevných paliv již 2 roky. Zkouška probíhá za podmínek požadovaných zákazníkem. Za tu dobu se stala důležitým ukazatelem při monitorování a hodnocení kvality hutního procesu. Nezaměnitelnou roli sehrává rovněž při možnosti prodloužení životnosti vyzdívky agregátů. Stala se tak pozitivním faktorem projektu injektáže prachového uhlí do vysokých pecí přinášejícím nejen cenné technické informace, ale rovněž přispívá k ekonomickému zhodnocení hutního procesu.

Literatura

- [1] ČSN ISO 540 Uhlí a koks – Stanovení tavitelnosti popela.
- [2] ČSN P CEN/TS 15404 Tuhá alternativní paliva - Metody pro stanovení teploty tání popela stanovením charakteristických teplot.
- [3] ČSN P CEN/TS 15370-1 Tuhá biopaliva – Metoda pro stanovení teploty tání popela, část 1: Metoda stanovení charakteristických teplot.
- [4] KRET, J. *Kvalita koksu pro vysoké pece*. Učební text VŠB-TU Ostrava, 2004.
- [5] KRET, J. *Úloha a vlastnosti vysokopecní strusky*. Učební text VŠB-TU Ostrava, VŠB-TU Ostrava, Výzkumné energetické centrum – Charakteristiky paliv, 2007.
- [6] VŠB-TU Ostrava, Výzkumné energetické centrum – Charakteristiky paliv, 2005.
- [7] HORÁK, J., JANKOVSKÁ, Z., BRANC, M.; STRAKA, F., BURYAN, P., KUBESA, P., HOPAN, F., KRPEC, K. Problematika stanovení charakteristických teplot tavitelnosti popela biomasy. *Chemické listy*, 107 (2013) 6, 505–509.
- [8] Manuál fy Leco: Analyzátor AF700.

Redakční článek

Vážení čtenáři a odběratelé Hutnických listů,

na poslední textové stránce a třetí (vnitřní) obálkové stránce časopisu jste pravidelně sledovali technicko-historický seriál „Stručná história kovohutnictva na Slovensku“ autora prof. Ing. Karla Tomáška, CSc. Tento seriál ukázal obraz výroby neželezných kovů od jejího počátku do současnosti: mědi, zlata, stříbra, olova, zinku, rtuti, antimonu, niklu, kobaltu, manganu, hliníku a galia. Autor s vysokou odbornou erudicí vyplynulší z jeho dlouholetého působení v oboru kovohutnictví, a to ve výzkumu, průmyslové praxi i ve vysokoškolské výuce, dovedl historii výroby neželezných kovů na Slovensku podle přísného a nevděčného požadavku redakce ztvárnit do 14 stručných dílů, v nichž popsal samé počátky oboru v dávných dobách, jeho moderní koncipování v době Habsburské monarchie i v dohledné době nedávné historie a v současnosti. Neopominul přitom připomenout autory technologií a vynálezů, majitele závodů a další jména vázající se k rozvoji oboru, což dává onomu technicko-historickému seriálu duši, neboť na začátku každého technického pokroku je vždy konkrétní osoba obětavého technika. Střední Slovensko bylo vždy významné území pro těžbu rud a výrobu neželezných kovů. Vděčí za to svému unikátnímu geologickému původu a bohaté a pestré horninové stavbě těžitelných vrstev zemské kůry. Toto specifikum středního Slovenska bylo vždy významné, a to nejen v rámci monarchie, ale i celé Evropy. Proto se zde koncentrovaly těžební a výrobní aktivity spojené s přísunem domácího i zahraničního kapitálu. Toto území se tak stalo centrem pro výzkum nových, zcela původních technologií, které mnohdy určovaly směr dalšího vývoje v oboru ve světě, a tím i centrem pro výchovu mnoha generací významných odborníků.

Publikace slovenského kovohutnictví trvala nepřetržitě po dobu vydávání Hutnických listů od 5. čísla LXVII. ročníku v r. 2014 do tohoto vydání Hutnických listů, tedy do 4. čísla LXIX. ročníku v r. 2016.

Redakce Hutnických listů si je vědoma, že posláním odborného časopisu je podle dnešních pravidel řízení vědy a výzkumu především prezentace výsledků tvůrčí práce řešitelských pracovišť, ale také že odborný časopis má i edukační a všeobecně vzdělávací poslání. Z toho důvodu již od 3. čísla LXIV. ročníku v r. 2011 do 4. čísla LXVII ročníku v r. 2014, tedy v publikovaných 20 dílech, zařadily Hutnické listy na stejné místo (třetí obálková stránka) jednoduché články o historických památkách na hutnickou technologii z různých míst České republiky. Byly to stručné, jednostránkové texty s fotografiemi, které doplňovaly oddíl „historie hutnictví“, v němž se mnohdy objevovaly kromě jiných pravidelných dopisovatelů i články profesora Tomáška. Za tyto články i za ukončený technicko-historický seriál patří profesorovi Tomáškově dík, který mu redakce vyslovuje svým jménem a jistě i jménem čtenářů, kteří v historii hutnictví našli zálibu. Redakce je příznivě nakloněna myšlence o souhrnné publikaci všech dílů v uceleném vydání, což bude mít ještě větší technickou a literární hodnotu.

Vydávání historických pasáží činí Hutnické listy pestřejší a zajímavější. Proto bude redakce i po ukončení zmíněného seriálu v této praxi pokračovat a hned v dalším čísle zařadí do obsahu časopisu další seriál se zajímavou tematikou.

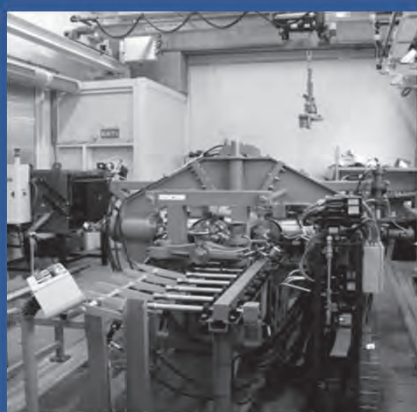
red. JP.

Blíží se cenová korekce směrem dolů

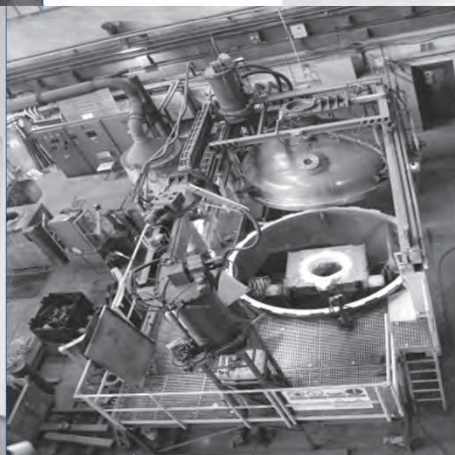
Stahl Aktuell

03.06.2016

Robustní výroba zpracovatelského průmyslu v Německu a slabé euro nebudou stačit na to, aby se zachránily německé ceny oceli. Od poslední prognózy z 19. 05. 2016 ceny železné rudy, koksovatelného uhlí a ocelového šrotu znovu klesly. Tyto tři nejdůležitější ocelářské suroviny zaznamenaly pokles alespoň 6 %. Železná ruda klesla na burze v Dalianu na 52,80 USD/t koksovatelné uhlí zlevnilo na 87 USD/t a ocelový šrot notoval pod značkou 300 USD/t. Čínské importy oceli ztratily v obou předcházejících měsících na evropském trhu na významu. V tomto období zažily ceny oceli v Číně velký vzestup, což vedlo k tomu, že import čínského materiálu pro západoevropské kupce už nevyplácel. Jisté je, že aktivita zpracovatelského průmyslu v Německu je robustní, což ukazuje na slušnou poptávku po oceli. Krátkodobě může proto docházet k problémům v zásobování.



MMV



Kontakt: MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o.
Pohraniční 693/31, Vítkovice, 703 00 Ostrava, CZ

tel.: +420 59 595 6029, +420 59 595 7189, +420 59 595 4366,
fax: +420 59 595 3727, +420 59 595 6168

www.mmvyzkum.cz
www.mmresearch.eu

MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o.

Historický seriál

Na záver príbeh slovenského gália

(Zaniknuté hutnícke technológie na Slovensku – 12. časť)

Gálium ako posledný kov histórie technológií výroby neželezných kovov na Slovensku sme vybrali do záverečnej časti nášho seriálu z viacerých dôvodov. Na Slovensku sa vyrábalo 10 % svetovej produkcie tohto vzácneho kovu jednou z najpokročilejších technológií s vysokou mierou high-tech finalizácie. Máme zámer popísať históriu výroby gália ako apoteózu rozmanitých a často rozporuplných dejín metalurgie neželezných kovov na Slovensku predstavujúcich v svojej dobe svetovo pokročilú a významnú produkciu medi, zlata, striebra, olova, zinku, ortuti, antimónu, niklu, kobaltu, mangánu, hliníka a gália.

Gálium ako vzácny kov bolo objavené v roku 1875. Svojimi fyzikálnymi a chemickými vlastnosťami je podobné ortuti s tým, že ortuť má teplotu tavenia -38°C , zatiaľ čo gálium $+29^{\circ}\text{C}$. Využíva sa pri výrobe zrkadiel v optike, pre teplomery na meraní veľmi vysokých teplôt a ako prísada do ľahkotavitelných zliatin s cínom a indiom. Dnes je gálium nenahraditeľné v podobe monokryštálov gálium-arzenidu v polovodičovej technike. Gálium v prírode nemá vlastné minerály, ale nachádza sa v stopových množstvách v bauxitoch a zinkových rudách. Pri výrobe Al_2O_3 pre elektrolýzu hliníka sa hromadí v roztokoch, z ktorých sa extrahuje hydrometalurgickou cestou. Svetová produkcia gália v roku 1985 predstavovala cca 35 000 kg a aj dnes je obmedzená len na niekoľko krajín s významnou produkciou hliníka resp. zinku.

V Žiari nad Hronom sa výroba gália stala organickou súčasťou výroby Al_2O_3 spekacou metódou. Alkalické hlinité roztoky sa viacnásobne karbonizovali, až bolo možné získať koncentrované roztoky hlinitanu sodného s obsahom 300 – 600 mg gália na liter. Takto koncentrovaný roztok gália sa spracovával v elektrolyzé s pohyblivou ortuťovou katódou a perforovanou niklovou anódou. Následnou extrakciou amalgámu gália sa získaval alkalický roztok galitanu sodného. Z tohto koncentráту sa gálium vylučovalo elektrolyticky. Vývoj výroby na základe vlastnej technológie prebiehal v rokoch 1961 – 1969 a v roku 1981 nová prevádzka vyrábala 3 500 kg gália ročne, čo predstavovalo 10 % svetovej produkcie. Československo sa tak stalo svetovým producentom gália. Zásluhu na tom majú autori pôvodnej technológie Ing. Michal Babinský, CSc. a Ing. Juraj Grexa zo Žiaru nad Hronom. (obr. 1). Technológia je chránená šiestimi československými patentmi v piatich štátoch sveta vrátane originálnych výrobných zariadení. Vedenie Závodu Slovenského národného povstania (ZSNP) a autori technológie v čase vývoja boli nútení znášať viacero prieťahov a ťažkostí spojených najmä postojom Štátnej komisie pre rozvoj vedy a techniky v Prahe a Ministerstvom hutníctva a baníctva (MHD) v Prahe. Tieto vrcholné inštitúcie presadzovali výrobu gália v Kaznějove, kde bola v danom čase intenzívne vyvíjaná technológia výroby germánia, ktorého vstupné suroviny obsahovali aj gálium. Direktívnym rozhodnutím vývoj výroby gália v ZSNP v roku 1963 pozastavili. Dôvody k tomuto rozhodnutiu boli vtedy a napokon aj dnes extrémne kuriózne a nepochopiteľné. Bol to však silný motív pre vedenie ZSNP a autorov technológie vo vývoji pokračovať vlastnými zdrojmi, bez podpory nadriadených pražských orgánov.

Pod vedením Ing. Babinského bolo gálium finalizované do podoby galium-arzenidových monokryštálov v odšepnej prevádzke v Žarnovici. ZSNP reagovalo aj na tlak environmentálnych nárokov a v roku 1990 bola do prevádzky uvedená nová bezortuťová technológia výroby gália, takisto vyvinutá v ZSNP Ing. Ivanom Frémalom. Výroba gália bola v ZSNP v 90. rokoch minulého storočia ukončená spoločne s ukončením výroby Al_2O_3 , a to v súvislosti so zásadnou modernizáciou výroby hliníka. Celkovo sa v rokoch 1966 – 1992 vyrobilo 42 690 kg gália, ktoré sa exportovalo najviac v podobe gálium-arzenidových monokryštálov do Japonska.

Výroba gália v Žiari nad Hronom poukazuje na viacero skutočností. Okrem výroby hliníka bol ZSNP centrom vývoja metalurgie neželezných kovov pre celé Československo. Kovhutníctvo na Slovensku, najmä v období 1918 – 1939 a 1945 – 1990, sa stalo intelektuálne, myšlienkovú a inovačne celkom autonómnym a často ovplyvňovalo všeobecný pokrok výroby neželezných kovov nad rámec jednotlivých československých, presnejšie slovenských metalurgických závodov.

V jednotlivých dieloch seriálu sme boli svedkami striedavého vzostupu a úpadku hutníctva neželezných kovov na našom území. Poukázali sme na to, že dôvody prudkých zmien boli viac socio-politické (objavenie Ameriky, osmanská okupácia, Napoleónske vojny, Rakúsko-Uhorské vyrovnanie atď.) a menej technicko-ekonomické. Písali sme o zaniknutých technológiách v nádeji rozvoja technológií budúcich.



Obr. 1 Ing. František Štulák – podnikový riaditeľ ZSNP, Ing. Juraj Grexa a Ing. Michal Babinský, CSc. – autori technológie výroby gália pri hmotnostnom spektrografe vo vývojových laboratóriách výroby gália

Georgius Fabricius v roku 1555 napísal o Agricolovi, že „vyrval zo zeme početné poklady a učí na čo slúžia a akú majú cenu“. Rovnako je potrebné spomenúť osobnosti slovenskej metalurgie neželezných kovov, najmä z obdobia 50. až 90. rokov minulého storočia, z obdobia najväčšieho novodobého rozvoja. V Žiari nad Hronom to boli: Karel Strnad, Václav Košťál, Michal Babinský, Milan Staš, Richard Kafka, Jozef Pittner, Štefan Tesák, František Štulák a Jaroslav Tóth. V Krompachoch to bol Luboš Weigner, Ľudovít Dušek a Ján Šimko. V Rudňanoch to bol Štefan Bajkai a Kornel Malatinský. V Seredi to bol Vladimír Mišút a Pavol Dúbravčík. V Bratislave na STU a v SAV v obore pracoval Mikuláš Gregor a Milan Malinovský, na Hutníckej fakulte TU v Košiciach Jaroslav Malkovský, Dagmar Kmeťová, Juraj Schmiedl, František Sehnálek a Július Holéczy. Vo Výskumnom ústave kovov v Panenských Brežanoch to bol Miroslav Pedlík, ktorého väčšina prác bola orientovaná na slovenské huty. Aj keď mnohí z nich nezastávali vrcholné manažérske pozície, všetci spomenutí svojou invenciou, originálnym myslením a akceptovaním spoločenského kontextu metalurgie významne ovplyvnili rozvoj hutníctva neželezných kovov v oblasti technologickej praxe, vedy a výskumu alebo akademického vzdelávania. Verme, že tieto osobnosti budú mať nasledovníkov, ktorí v dostatočnom predstihu uvidia, že nastal čas pre nový rozvoj kovohutníctva.

Pod'akovanie

Ing. Jan Počta, CSc., bývalý šéfredaktor *Hutníckych listov* a dnes technický redaktor, akceptoval návrh a podporoval realizáciu tohto historického seriálu. U jednotlivých častí vykonal lektorskú, edičnú a technickú prácu po celú dobu dvoch rokov. Ing. Dávid Medveď, PhD. autorov bývalý spolupracovník z Hutníckej fakulty TU v Košiciach obetavo vykonal všetku prácu pri elektronickom spracovaní textov, často podľa meniacich sa vrtochov autora. Doc. Ing. Martin Tomášek, PhD. z Fakulty elektrotechniky a informatiky TU v Košiciach bol nápomocný pri elektronickom spracovaní textov a pri tvorbe konceptu elektronického a grafického spracovania textov a obrázkov.

Všetkým týmto menovaným, podieľajúcim sa na vydávaní tohto seriálu, autor vyslovuje úprimné pod'akovanie.

Literatúra

- [1] KAFKA, R.; ČAMBALOVÁ, L. *Z dejín výroby hliníka na Slovensku*. Martin: Neografia, 2001
- [2] KMEŤOVÁ, D. *Hutníctvo drahých a vzácnych kovov*. Bratislava: ŠVTL Bratislava, 1967
- [3] BABINSKÝ, M. *Milníky na ceste výroby slovenského gália*. Žiar nad Hronom: autorský rukopis, 2000

prof. Ing. Karel Tomášek, CSc.



**STEEL STRIP
Society**

Hlubinská 917/20, 702 00 Moravská Ostrava, Czech Republic presents

9th International Conference

STEEL STRIP 2016

October 4 - 5, 2016

Hotel Galant - Mikulov

CZECH REPUBLIC



The conference is patronized
by the CEO of BKB Metal, a.s.
Ing. Petr Palička

www.ocelovepasy.cz
www.steelstripsociety.com

B | K | B
metal