

ROČNÍK/VOL. LXX
ROK/YEAR 2017

5

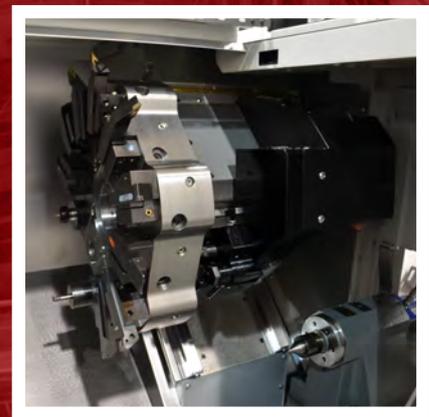


Hutnické listy

METALLURGICAL
JOURNAL

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

WWW.HUTNICKELISTY.CZ
ISSN 0018-8069



Zařízení pro provádění zkoušek v plynném nebo kapalném prostředí za zvýšeného tlaku

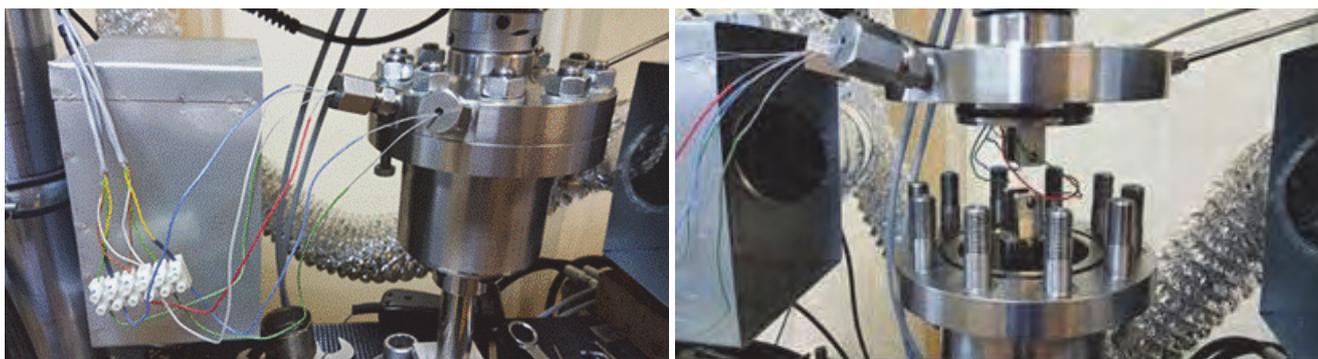
Zařízení slouží k provádění zkoušek v plynném nebo kapalném prostředí za zvýšeného tlaku, zejména vodíku, pro získání informací o mechanických vlastnostech materiálu. Zařízení, obsahující zkušební stroj, v jehož pracovním prostoru je umístěna zkušební komora, je možné využívat ve zkušebních laboratořích a vědeckých pracovištích provádějících destruktivní zkoušení, pro získání informací o mechanických, metalografických a chemických vlastnostech zkoušeného materiálu vystaveného degračnímu působení plynného nebo kapalného média.

- Autokláv je možné zabudovat do servohydraulického zkušebního zařízení MTS a provádět statické i dynamické zkoušky v plynném prostředí, tzn. tahové zkoušky, únavové zkoušky, měření lomové houževnatosti nebo rychlosti šíření únavové trhliny,
- typické využití – měření rychlosti šíření trhliny u materiálu na výrobu tlakových lahví na vodík potenciometrickou metodou,
- tlak plynu v autoklávu do 200 bar,
- soustava ventilů v přívodní a odvodové větvi umožňuje regulaci tlaku v autoklávu, popř. jeho vakuování,
- při vyjmutí z rámu zkušebního stroje je použitelný jako tlaková nádoba pro expozici zkušebního materiálu v plynném prostředí při pokojové teplotě i zvýšených teplotách.



Zařízení pro provádění zkoušek v plynném nebo kapalném prostředí za zvýšeného tlaku je chráněno užitným vzorem č. 30730 ze dne 6.6.2017.

Majitel užitného vzoru: MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o.
Pohraniční 693/31, 703 00 Ostrava-Vítkovice



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
VítkoviceRegistrace v obchodním rejstříku Krajského soudu v Ostravě, oddíl C, vložka 30879 Česká republika**Redakce / Editorial Office**OCELOT s.r.o.
Redakce časopisu Hutnické listy
Pohraniční 693/31, 706 02 Ostrava-
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**Tisk / Printing**Printo, spol. s r.o.
Gen. Sochora 1379
708 00 Ostrava-Poruba**Grafika titulní strany / Graphic design of the title page**

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

Podkladová fotografie / Underlying photograph

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

Redakční rada – Předseda / Editorial Board – Chairman

prof. Ing. 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
ŽĐAS, a.s., Žďár nad Sázavou, Česká republika
VŠB – Technická univerzita Ostrava, 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 6x ročně. Cena jednotlivého čísla 200 Kč. K ceně se připočítává DPH. Roční předplatné základní 1190 Kč, studentské 20 % sleva proti potvrzení o studiu. K předplatnému se připočítává poštovné vycházející z dodávek každému odběrateli. Po dohodě se zahraničními odběrateli je možno stanovit cenu v Euro (€) jako souhrnnou včetně poštovného. Předplatné se automaticky prodlužuje na další období, pokud je odběratel jeden měsíc před uplynutím abonentního období písemně nezruší prostřednictvím listinné nebo elektronické pošty. Objednávky na předplatné přijímá redakce nebo SEND Předplatné, spol. s r.o., Ve Žlíbku 1800/77, hala A3, 193 00 Praha 9-Horní Počernice, Česká republika (+420 225 985 225, 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., 2017

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 1190, 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., 2017

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. Eubomíra Drozdová; doc. Ing. Bedřich Smetana, Ph.D.; Ing. Simona Zlá, Ph.D.* 4
Ing. Mario Machů; prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.; doc. Ing. Lenka Řeháčková, Ph.D.
prof. Ing. Karel Michalek, CSc.; doc. Ing. Karel Gryc, Ph.D.
Thermal Analysis of Alloys Based on Fe-C-Cr in High-Temperature Area
Termická analýza zliatin na báze Fe-C-Cr vo vysokoteplotnej oblasti
- Ing. Vratislav Mareš; Lukáš Horský* 11
Crack Growth Rate of R7T Steel under Uniaxial Loading
Rychlost růstu trhliny oceli R7T při jednoosém namáhání
- Ing. Martin Pohludka, Ph.D.; Ing. Daniel Petlák; Ing. Martin Kraus, Ph.D.* 16
Prediction of Deformation Behaviour of the Al-35Ta Master Alloy Using the Digimat Software
Predikce deformačního chování předslitiny Al-35Ta v software Digimat

Recenzované výzkumné články / Peer-reviewed Research Papers

- Ing. Radek Tomášek; Ing. Vratislav Mareš* 21
Dynamic Behavior of High Strength Armor Steel Plates
Dynamické chování vysokopevných pancéřových ocelových plechů
- prof. Dr. RNDr. Jiří Luňáček; doc. Ing. Ondřej Životský, Ph. D.* 27
Plates Magnetic Properties of Sorbents Based on the Fe₂O₃/ CeO₂
Magnetické vlastnosti sorbentů na bázi Fe₂O₃/ CeO₂
- Ing. Vladan Geryk; prof. Ing. Libor Hlaváč, Ph.D.* 31
Dependence of the Abrasive Water Jet Cutting Quality on Steel Properties
Závislost kvality řezání abrazivním vodním paprskem na vlastnostech oceli
- doc. Ing. Vladimír Tomášek, CSc.; Ing. Barbora Thomasová, PhD.; prof. Ing. Jana Seidlerová, CSc.* 35
Ing. Marie Kociánová
Chemical Analysis of Friction Composites Used in Automotive Brake Systems Using Energy Dispersive XRF Method
Chemická analýza třecích kompozitů používaných v brzdových systémech automobilů, využívající energodisperzní XRF metodu

Informační články / Informative Articles

Zprávy z Ocelářské unie a.s. / Information of Steel Union

- Ondřej Štec* 39
Hutní výroba v ČR a SR. Meziroční porovnání měsíčních a postupných hutních výrob roku 2016 a 2017

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

doc. Ing. Václav Kafka 40
Taviči a mistři byli školeni ve ŽĎASU

Ze života škol / Information on Activities of Universities

Forming 2017 42
IRON AND STEELMAKING 2017 44

Historie hutnictví / History of metallurgy

Ing. Ladislav Jílek, CSc.; Ing. Jan Počta, CSc. 45
Historie výroby kovů a její obraz v bibli. 7. část: Šperky a liturgické předměty – prvotní kovové výrobky v historii

Dodavatelé příspěvků ve všeobecné části

- VŠB – Technická univerzita Ostrava, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum
- VŠB – Technická univerzita Ostrava, Centrum nanotechnologií • Ocelářská unie a.s. • redakce

Inzerce

- VŠB – Technická univerzita Ostrava, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum
- VŠB - Technická univerzita Ostrava, Centrum nanotechnologií • MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o.

Recenzované vedecké články

Thermal Analysis of Alloys Based on Fe-C-Cr in High-Temperature Area

Termická analýza zliatin na báze Fe-C-Cr vo vysokoteplotnej oblasti

Ing. Lubomíra Drozdová; doc. Ing. Bedřich Smetana, Ph.D.; Ing. Simona Zlá, Ph.D.; Ing. Mario Machů; prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.; doc. Ing. Lenka Řeháčková, Ph.D.; prof. Ing. Karel Michalek, CSc.; doc. Ing. Karel Gryc, Ph.D.

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

Three alloys based on Fe-C-Cr were studied. These alloys contained carbon in a range of 0.28 – 0.38 wt.% and chromium 1.06 – 4.99 wt.%. Temperatures of solidus (T_S), liquidus (T_L) and peritectic transformation (T_P) were studied in the high-temperature region. These temperatures were obtained using two thermal analysis methods: Differential Thermal Analysis (DTA) and direct Thermal Analysis (TA). The Setaram Setsys 18_{TM} was used for experiments with the use of DTA method. Measurements were done in an inert atmosphere of pure argon at a heating rate of 10 °C·min⁻¹. The instrument Netzsch STA 449 F3 Jupiter was used for experiments with the use of direct TA method. Measurements were done in an inert atmosphere of pure argon by a heating and cooling rate of 5 °C·min⁻¹. Phase transformation temperatures were obtained by heating and cooling process and they were also approximated to “equilibrium conditions”. The experimental data were compared and discussed with the calculation results using IDS (solidification analysis package), SW Thermo-Calc with the use of the TCFE8 (Thermo-Calc Fe-based alloys) database. Two alloys were compared with the published data on similar steels.

Key words: Fe-C-Cr alloys; DTA; “direct” TA; temperatures of phase transformations; Thermo-Calc; IDS

Študované boli tri zliatiny na báze Fe-C-Cr. Tieto zliatiny obsahovali uhlík v rozmedzí 0,28 – 0,38 hm. % a chróm 1,06 – 4,99 hm. %. Vo vysokoteplotnej oblasti bola sledovaná teplota solidu (T_S), likvidu (T_L) a peritektickej transformácie (T_P). Tieto teploty boli získané pomocou dvoch metód termickej analýzy: diferenciálnej termickej analýzy (DTA) a priamej termickej analýzy (TA). Zariadenie Setaram Setsys 18_{TM} bol použitý pre experimenty s DTA metódou. Merania boli prevádzkané v inertej atmosfére čistého argónu s rýchlosťou ohrevu 10 °C·min⁻¹. Zariadenie Netzsch STA 449 F3 Jupiter bol použitý pre experimenty s použitím priamej TA metódy. Merania boli prevádzkané v inertej atmosfére čistého argónu s rýchlosťou ohrevu a ochladzovania 5 °C·min⁻¹. Teploty fázových transformácií boli získané pri ohreve a ochladzovaní. Hodnoty získané pri ohreve boli aproximované k rovnovážnym podmienkam. Experimentálne dáta boli porovnávané a diskutované s výsledkami vypočítanými SW IDS (solidification analysis package), SW Thermo-Calc s použitím databázy TCFE8 (Thermo-Calc, zliatiny na báze Fe). Dve zliatiny boli porovnávané s publikovanými podobnými ocelami. S rastúcim obsahom uhlíka (v rozmedzí od 0,308 do 0,380 hm. %) a chrómu (rozmedzie 1,058 až 4,990 hm. %) sa teplota solidu, likvidu a peritektickej transformácie znižuje. Najväčší rozdiel medzi výsledkami experimentálnych metód bol pozorovaný pre teplotu solidu pre zliatinu s najvyšším obsahom C, Si, Cr a Mo medzi DTA a TA (ochladzovanie), teplotný rozsah 1397 – 1410 °C. Najmenší rozdiel medzi výsledkami experimentálnych metód bol v prípade teploty peritektickej transformácie pre zliatinu s najnižším obsahom C, Cr a Ni (teplotný rozsah 1484 – 1486 °C) a zliatinu s obsahom legujúcich prvkov v rozmedzí medzi dvomi vyššie uvedenými zliatinami (teplotný rozsah 1471 – 1473 °C). Rozdiel medzi experimentálnymi a teoretickými hodnotami teploty likvidu bol relatívne nízky. S rastúcim obsahom uhlíka a chrómu vzrástol rozdiel medzi teoretickými a experimentálnymi hodnotami teploty solidu a peritektickej transformácie. Obe vyššie menované zliatiny boli porovnávané s podobnými ocelami publikovanými inými autormi. Publikované výsledky sú nižšie ako experimentálne získané. Výsledky ukazujú, že kvôli svojej jednoduchosti sú výpočty efektívnym nástrojom na získanie požadovaných údajov, ale môžu sa považovať iba za orientačné. Vypočítané výsledky by mali byť vždy overované experimentálnymi meraniami. Pri experimentálnych meraniach boli presnejšie špecifikované teploty fázových transformácií vo vysokoteplotnej oblasti. Tento postup je okrem iného prínosný pre reálne technologické procesy (napr. odlievania a tuhnutie) prostredníctvom optimalizácie procesov pomocou simulačného SW (Procast, Magmasoft); mohla by sa dosiahnuť väčšia homogenita výrobkov a zníženie tolerancií medzi výslednými hodnotami vypočítanými a experimentálne zistenými.

KLúčové slová: zliatiny Fe-C-Cr; DTA; „priama“ TA; teploty fázových transformácií; Thermo-Calc; IDS

One of the most important binary systems of engineering practice is Fe-C system (a base of many steels) [1, 2]. At present days, they are most often used for obtaining thermophysical and thermodynamic properties of steels (phase transition temperatures, heat effects of phase transformations, heat capacity and others), empirical relationships [3] and thermodynamic calculations [4]. Experimental measurements are used much less. The confrontation of theoretical and experimental data shows that there are differences between them, often significant [5].

The Fig. 1, shows section of metastable diagram of Fe-Fe₃C (full line) and Fe-Cr-C (dashed line), content of chromium is 5 wt. %. In the high-temperature region, several important phase transformations take place. During cooling, at the first solidification of melt, it takes place according to the curve AB (a curve of liquidus). During solidification, δ ferrite is formed in the limited region. The whole system is in a solid state on the curve AHB (a curve of solidus). A peritectic reaction can be expressed schematically by the following equation: LIQUID + $\delta \rightarrow \gamma$. Liquid and δ ferrite transform to solid austenite in point J (peritectic point) by an isothermal reversible reaction which applies for the area under the HJB curve [6].

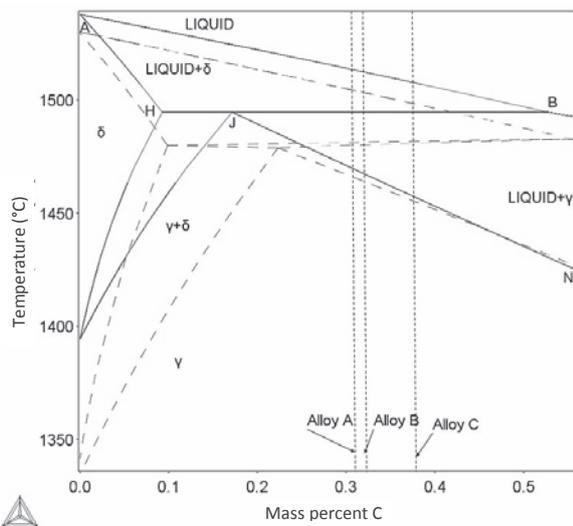


Fig. 1 Fe-C (full line) and Fe-Cr-C (dashed line) metastable equilibrium diagram

Obr. 1 Metastabilný rovnovážny diagram Fe-C (plná čiara) a Fe-C-Cr (přerušovaná čiara)

In the high-temperature region (for alloys based on Fe-C), there are the most important temperatures of the solidus, liquidus, and peritectic transformation. These temperatures are important, for example, for adjustment of casting conditions and for simulations of real technological production processes of steels [7, 8]. In the low-temperature area, many authors deal with studies of temperatures of the eutectoid transformation, temperature of the end of the ferrite to austenite transformation and temperature of the start of the pearlite formation [5].

To obtain thermophysical and thermodynamic properties, thermal analysis methods [9] are often used. This paper presents results obtained by two thermal analysis methods: Differential Thermal Analysis (DTA) and "direct" Thermal Analysis (TA). By Differential Thermal Analysis (DTA) temperature effects during continuous linear heating or cooling in the controlled atmosphere are studied. The temperature of the analyzed sample is measured in respect to the temperature of the reference sample [9]. The direct thermal analysis (TA) is based on direct measurement of the temperature of the sample. Influence of temperature is studied in the dependence on time during the heating or cooling of the sample in the controlled atmosphere [10].

The temperatures of solidus (T_s), liquidus (T_L) and peritectic transformation (T_p) were obtained experimentally. These data were discussed and compared with the results calculated using SW Thermo-Calc (ver. 2015b) and database TCFE8 and with results obtained using kinetic SW IDS.

1. Theoretical calculation

Temperatures of phase transformation can be calculated by thermodynamic software, such as Thermo-Calc [4], MT DATA [11], Pandat [12], FACT Sage [13]. They differ in the user interface, graphical level and optimization [14]. In the simulation, this software usually use the CALPHAD method. The accuracy of the numerical simulation depends on the accuracy of thermodynamic databases, thermophysical and thermodynamic properties depending on temperature [15].

Theoretical calculations were performed using thermodynamic SW Thermo-Calc, version 2015b and database TCFE8 for alloys of steels and cast irons and kinetic SW IDS (InterDendritic Solidification). The CALPHAD method is used for calculation by SW Thermo-Calc [16]. Elements Sn, As, Sb, Pb, Bi (this element is not defined in software database) are not included in the calculation; diamond and graphite phases are also excluded. The IDS module simulates the solidification phenomena from liquid down to 1000 °C [17]. The calculation did not include elements Sn, B, As, Sb, Pb, Bi.

1.1 Thermo-Calc

The software uses the CALPHAD method (thermodynamic properties are described through the use of the Gibbs free energy) and it is used for calculations of stable and meta-stable heterogeneous phase equilibria, amounts of phases and their compositions, thermochemical data, such as enthalpies, heat capacity and activities, transformation temperatures, such as liquidus and solidus, driving force for phase transformations, phase diagrams (binary, ternary and multi-component) and more [4].

1.2 IDS

SW IDS (InterDendritic Solidification) is a thermo-dynamic-kinetic-empirical tool for simulation of the solidification including phase transformations from the melt down to the room temperature of low-alloyed steels and stainless steels containing chromium up to 26 wt.%. Temperatures of phase transformations are dependent on a steel composition, a cooling rate, and a dendrite arm diameter. The calculations are made in one volume element set on the side of a dendrite arm. The SW is used for calculation of important thermophysical material properties (enthalpy, thermal conductivity, density, etc.) [17].

Theoretical calculations present a quick and relatively inexpensive form of obtaining results, but they can often be inaccurate or totally misleading. For this reason, it is necessary to verify, supplement and refine them with original experimental results for a particular studied alloy.

2. Experimental

In the experimental part, the samples and experimental conditions are characterized. The experimental and theoretical results and their discussions are given below.

2.1 Samples characterization

Three alloys based on Fe-C-Cr were studied. These alloys contained carbon in a range of 0.308 – 0.380 wt. % and chromium 1.058 – 4.990 wt.%. Alloys are marked in the Fe-Fe₃C system at Fig. 1. The content of these alloys is presented in Tab. 1. Samples for analysis were mechanically cut from the heavy steel forging ingot.

Tab. 1 Content of studied alloys (wt.%)

Tab. 1 Zloženie skúmaných zliatin (hm. %)

Alloy	C	Cr	Mn	Si	P	Mo	Ni
A	0.308	1.058	0.750	0.265	0.016	0.243	0.040
B	0.320	1.540	0.460	0.270	0.008	0.190	0.890
C	0.380	4.990	0.380	0.940	0.008	1.160	0.260

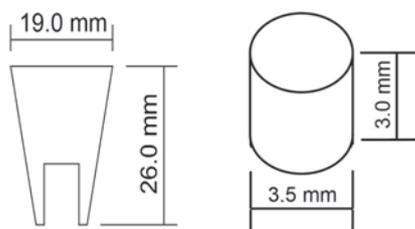


Fig. 2 Characterization of analysed samples; left - for DTA method; right - for TA method

Obr. 2 Charakteristika analyzovaných vzoriek; vľavo – pre DTA metódu; vpravo – pre TA metódu

The samples for DTA analysis were processed into the form of cylinders with a diameter of 3.5 mm and a height of approx. 3 mm (Fig. 2 left). The mass of the cylinders was 190 ± 5 mg. The samples for TA analysis

were processed into the form of a cone with a conical shape; their dimensions are presented in Fig. 2 on the right. The samples were polished (in order to remove a possible oxidation layer) and cleaned by ultrasonic impact in acetone before analysis.

Temperature calibration was performed using Ni (4N5) or Pd (5N). Corrections were performed with respect to the influence of the heating rate and the sample mass.

2.2 Experimental conditions

For obtaining the phase transformations temperatures with help of Differential Thermal Analysis (DTA) using the instrument **Setaram Setsys 18_{TM}** (with DTA sensor, S-type, tri-couple, Fig. 3), the measurements were carried out in alumina crucibles with a volume of 100 μ l. An empty corundum crucible served as a reference sample. Dynamic atmosphere of argon was maintained in the furnace during analysis in order to protect the sample against oxidation. The purity of argon was higher than 99.9999 %. The heating rate was $10 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. Each type of alloy was analyzed by three measurements at the same conditions at the heating process. DTA sensor have one thermocouple with three thermocouple "ends" in series and TA sensor has one thermocouple, see the arrangement in Fig. 4.

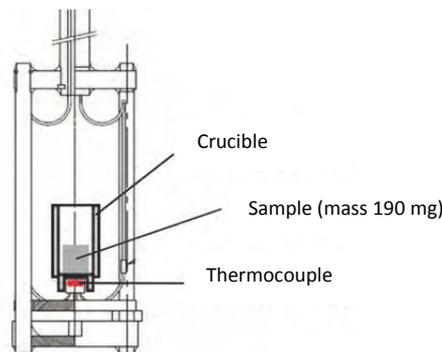


Fig. 3 Arrangement of DTA sensor

Obr. 3 Usporiadanie DTA senzoru

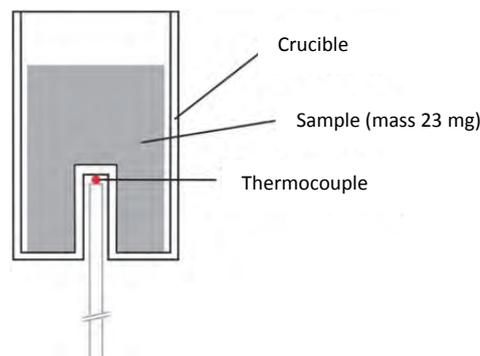


Fig. 4 Arrangement of TA sensor

Obr. 4 Usporiadanie TA senzoru

For obtaining the values of temperatures of phase transformations by use of "Direct" Thermal Analysis (TA) the instrument **Netzsch STA 449 F3 Jupiter** (TA, S - type, thermocouple, Fig. 4) was used. The

measurements were carried out in alumina crucibles with the volume of 14 ml. Dynamic atmosphere of argon was maintained in the furnace during analysis in order to protect the sample against oxidation. The purity of argon was higher than 99.9999 %. The heating and cooling rate was $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. Each type of alloy was observed by two measurements under the same conditions at the controlled cycling experiments – two heating runs and two cooling runs.

Temperatures of phase transformations were obtained on the basis of DTA curves (Fig. 5), and evaluation of the heating (Fig. 6) and cooling (Fig. 7) curves. Fig. 5 shows the DTA curves obtained for the analyzed alloys at the heating rate of $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. On the DTA curve, two thermal effects (peaks) are observed in each alloy.

3. Results and discussion

The peaks correspond to melting. The temperature of solidus (T_S) corresponds to the start of the first peak. The temperature of liquidus (T_L) corresponds to the end of two peaks. Between temperatures of solidus and liquidus, there is visible peritectic transformation, which is represented by a temperature of peritectic transformation (T_P). Temperatures T_S , T_P and T_L were also obtained on the basis of heating and cooling curves (Fig. 6, 7) by TA method at the heating and cooling rate of $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. Experimental phase transition temperatures and theoretical values are presented in Tab 2.

Tab. 2 Experimental and theoretical temperatures of phase transformations of alloys, $^{\circ}\text{C}$

Obr. 2 Experimentálne a teoretické teploty fázových transformácií, $^{\circ}\text{C}$

Temperature	Experimental			Theoretical	
	DTA	TA ¹	TA ²	Thermo-Calc ³	IDS ⁴
Alloy A					
T_S	1447	1449	1451	1442	1446
T_P	1486	1484	1458	1486	1482
T_L	1498	1503	1499	1503	1502
Alloy B					
T_S	1445	1447	1437	1452	1438
T_P	1471	1473	1449	1487	1461
T_L	1498	1501	1495	1504	1500
Alloy C					
T_S	1397	1405	1410	1396	1386
T_P	1438	1441	1416	1449	1432
T_L	1474	1480	1476	1480	1475
¹ heating					
² cooling					
³ elements not included for calculation: Sn, As, Sb, Pb, Bi					
⁴ elements not included for calculation: Sn, B, As, Sb, Pb, Bi					

In the T_A cooling curve, the undercooling effect is evident. The equivocal trend of undercooling (also under the identical experimental conditions), in the case

of nucleation of the secondary phase (austenite), was observed from T_A curves obtained at the cooling process. For that reason T_P temperatures obtained at cooling were not included for discussion (they are not representative).

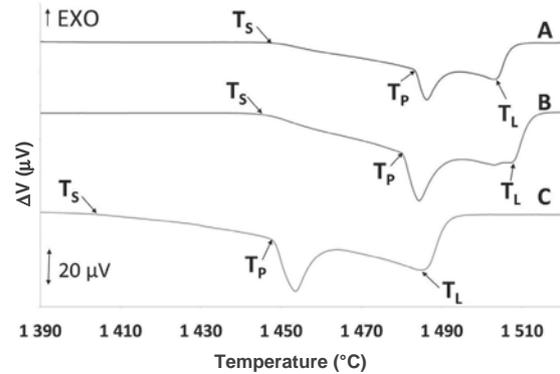


Fig. 5 DTA curves of analyzed alloys, heating rate $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, melting

Obr. 5 DTA krivky skúmaných zliatin, rýchlosť ohrevu $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, tavení

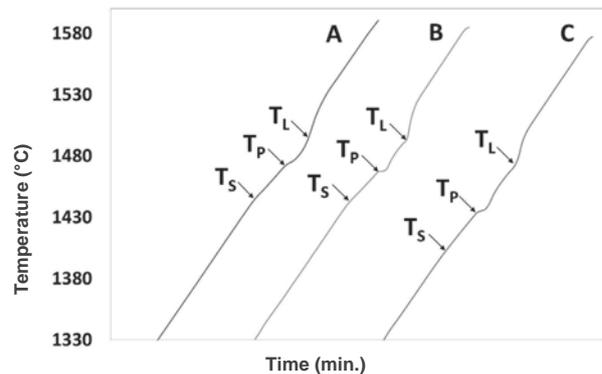


Fig. 6 Heating curves of analyzed alloys, heating rate $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, melting

Obr. 6 Krivky ohrevu skúmaných zliatin, rýchlosť ohrevu $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$

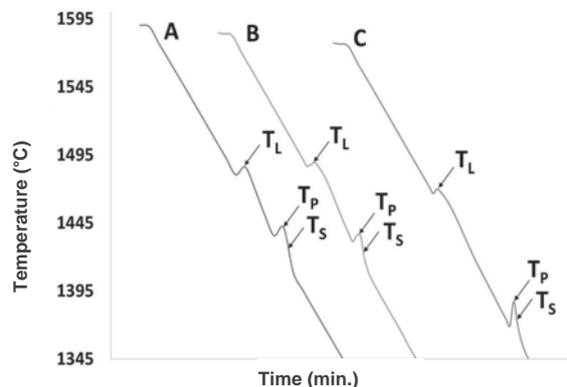


Fig. 7 Cooling curves of analyzed alloys, cooling rate $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, melting

Obr. 7 Krivky ochladzovania skúmaných zliatin, rýchlosť ochladzovania $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, tuhnutie

3.1 Alloy A

The temperature of solidus obtained by DTA for the alloy A is $1447\text{ }^{\circ}\text{C}$, by TA (heating) it is $1449\text{ }^{\circ}\text{C}$ and by

TA (cooling) regime it is 1451 °C. Solidus temperature calculated using SW Thermo-Calc is 1449 °C and using SW IDS it is 1446 °C. The temperature interval of detected solidus temperature is 1447 – 1451 °C. The theoretical interval for solidus temperature is 1446 – 1451 °C. These intervals almost overlap. In the case of the temperature T_S a good agreement between the temperatures determined by both methods was achieved. The maximal temperature difference is 4 °C.

The start of peritectic transformation temperature for the alloy A is at 1486 °C (DTA), 1484 °C (TA, heating), when calculated using SW Thermo-Calc it is 1486 °C and using SW IDS it is 1482 °C. A temperature interval of the detected temperature of peritectic transformation is 1484 – 1486 °C. The theoretical interval for the temperature of peritectic transformation is 1482 – 1486 °C. These intervals overlap. In the case of the temperature T_P , a very good compliance between the temperatures determined by both methods was achieved. The temperature difference is 2 °C.

The temperature of liquidus for the alloy A obtained by DTA is 1498 °C, by TA (heating) it is 1503 °C and by TA (cooling) it is 1499 °C. The theoretical value obtained by SW Thermo-Calc is 1503 °C and by SW IDS it is 1502 °C. The temperature interval of the detected temperature of liquidus is 1498 – 1503 °C. The theoretical interval for the temperature of liquidus is 1502 – 1503 °C. These intervals overlap. In the case of the temperature T_L , a good compliance between the temperatures determined by both methods was achieved. The maximal temperature difference is 5 °C.

In the accessible literature, some values of phase transition temperatures were found. In the work [10], there was published the temperature of solidus and liquidus for similar steel with the carbon content of 0.29 wt.% and the chromium content of 1.02 wt.%. The analysis was performed by direct thermal analysis for a sample with the mass of approximately 35 g at the cooling process with the cooling rate of 2 °C s⁻¹. The temperature of solidus was 1415 °C, and the temperature of liquidus was 1486 °C. The smallest difference between the experimentally obtained data and the published values of T_L is for the DTA method. The difference is 12 °C. The largest difference between the experimental and published values of T_S is for the TA cooling. The difference is 36 °C. The temperatures stated by the authors in [9] are lower than the experimentally determined temperatures.

3.2 Alloy B

The temperature of solidus obtained by DTA for the alloy B is 1445 °C, by TA (heating) it is 1447 °C and by TA (cooling) regime it is 1437 °C. The solidus temperature calculated using SW Thermo-Calc is 1451 °C and using SW IDS it is 1438 °C. The temperature interval of detected solidus temperature is 1437 – 1447 °C. The theoretical interval for the solidus temperature is 1438 – 1451 °C. These intervals are

overlapped with small deviations. In the case of the temperature T_S , a lower compliance between the temperatures determined by both methods was achieved. The maximal temperature difference is 10 °C.

The start of peritectic transformation temperature for the alloy B is at 1471 °C (DTA) and at 1473 °C (TA, heating). Temperature calculated using SW Thermo-Calc is 1458 °C and using SW IDS it is 1461 °C. The temperature interval of the detected temperature of peritectic transformation is 1471 – 1473 °C. The theoretical interval for the temperature of peritectic transformation is 1458 – 1461 °C. These intervals do not overlap. The detected temperatures are higher than theoretical ones. In the case of the temperature T_P , a very good compliance between the temperatures determined by both methods was achieved. The temperature difference is 2 °C.

The temperature of liquidus for the alloy B obtained by DTA is 1498 °C, by TA (heating) it is 1501 °C and by TA (cooling) it is 1495 °C. The theoretical value obtained by SW Thermo-Calc is 1504 °C and by SW IDS it is 1500 °C. The temperature interval of the detected temperature of liquidus is 1495 – 1501 °C. The theoretical interval for the temperature of liquidus is 1501 – 1504 °C. These intervals do partially overlap. In the case of the temperature T_L , a good compliance between the temperatures determined by both methods was achieved. The maximal temperature difference is 6 °C. For the alloy B, similar steel with phase transformation values was not found in the available literature.

3.3 Alloy C

The temperature of solidus obtained by DTA for the alloy C is 1397 °C, by TA (heating) it is 1405 °C and by TA (cooling) regime it is 1410 °C. The solidus temperature calculated using SW Thermo-Calc is 1395 °C and using SW IDS it is 1386 °C. The temperature interval of the detected solidus temperature is 1397 – 1410 °C. The theoretical interval for the solidus temperature is 1386 – 1395 °C. These intervals are do not overlap. The experimental temperatures of solidus are higher than theoretical ones. In the case of the temperature T_S , a lower compliance between the temperatures determined by both methods was achieved. The maximal temperature difference is 13 °C.

The start of peritectic transformation temperature for the alloy C is at 1438 °C (DTA) and 1441 °C (TA, heating). Temperature calculated using SW Thermo-Calc is 1449 °C and using SW IDS it is 1432 °C. A temperature interval of the detected temperature of peritectic transformation is 1438 – 1441 °C. The theoretical interval for the temperature of peritectic transformation is 1432 – 1449 °C. These intervals do partially overlap. In the case of the temperature T_P , a very good compliance between the temperatures determined by both methods was achieved. The temperature difference is 3 °C.

The temperature of liquidus for the alloy C obtained by DTA is 1474 °C, by TA (heating) it is 1480 °C and by TA (cooling) it is 1476 °C. The theoretical value obtained by SW Thermo-Calc is 1480 °C and by SW IDS it is 1475 °C. The temperature interval of the detected temperature of liquidus is 1474 – 1480 °C. The theoretical interval for the temperature of liquidus is 1475 – 1480 °C. These intervals do overlap. In the case of the temperature T_L , a good compliance between the temperatures determined by both methods was achieved. The maximal temperature difference is 6 °C.

In the work [10], the temperatures of the solidus, liquidus and peritectic transformation for similar steel with the carbon content of 0.35 wt.% and the chromium content of 5.20 wt.% were published. The analysis was performed by “direct” thermal analysis for a sample with the mass of approximately 35 g at the cooling process with the cooling rate of 2 °C·s⁻¹. The temperature of solidus was 1335 °C, the temperature of peritectic transformation was 1370 °C and the temperature of liquidus was 1471 °C. The smallest difference between the experimentally obtained data and the published values of T_L is for the DTA method. The difference is 12 °C. The largest difference between the experimental and the published values are for the temperatures T_S and T_P . The difference for T_S between the published values and TA cooling is 75 °C. The difference for T_P between the published values and TA heating is 71 °C. An excellent compliance was encountered for the experimental values of T_L obtained in this work with the earlier published values of T_L [10]. The difference between the published values and DTA is 3 °C. The temperatures stated by the authors in [10] are lower than the experimentally determined temperatures. Significant differences between the temperatures specified in [10] and those determined by the differential thermal analysis and the direct thermal analysis might have been caused by different melting conditions, different chemical composition (even small changes in chemical composition can significantly affect the results) or by the difficult reading of the critical temperatures from the diagram. These large differences illustrate how difficult it is to find the thermodynamical data for a specific chemical composition and required conditions.

With an increasing C (range 0.308 – 0.380 wt.%) and Cr (range 1.058 – 4.990 wt.%), the temperature of solidus decreases, which complies with the general knowledge. The T_S is the highest for the alloy A, it is lower for the alloy B and it is the lowest for the alloy C; the experimental and theoretical temperature intervals are not mutually covered. It applies for all methods. The temperature intervals between the detected and theoretical values have the best agreement for the alloy A, lower for the alloy B and the lowest for the alloy C. Differences of the solidus temperature between the thermal analysis methods could be (are) very often caused by the problems with proper determination of the start of the melting process, especially by direct thermal

analysis (T_A). For the solidus temperature obtained by TA (cooling), no unequivocal trend of temperature shift (T_S) was observed in dependence on the chemical composition. It could have been caused by different undercooling of the analyzed samples. Similar problems connected with cooling can be encountered in the case of T_P . In the T_A cooling curve, the undercooling effect is evident. The equivocal trend of undercooling (also under the identical experimental conditions), in the case of nucleation of the secondary phase (austenite), was observed from T_A curves obtained at the cooling process. For that reason T_P temperatures obtained at cooling were not included for discussion (they are not representative).

With an increasing C (range 0.308 – 0.380 wt.%) and Cr (range 1.058 – 4.990 wt.%), the temperature of peritectic transformation decreases. The T_P is the highest for the alloy A, lower for the alloy B and the lowest for the alloy C. It applies for all methods. The temperature intervals between the detected and theoretical values have the best compliance for the alloy A, lower for the alloy C and they are not overlapped by the alloy B. The detected temperature of peritectic transformation obtained by T_A (cooling) is unrepresentative and it is influenced by undercooling and by secondary nucleation of the austenite phase; therefore we do not include this value in the results.

Equally, the temperature range between temperatures of solidus and peritectic transformation at heating (DTA and TA¹) and cooling (TA² method) is very different (difference between 26 – 41 °C for heating process, contrary to 6 – 12 °C for cooling process). The relatively large difference between temperatures obtained at heating and cooling process can be attributed mainly to the relatively high undercooling effect. The secondary phase (austenite) nucleates relatively low (at lower temperatures), the undercooling is needed for the start of the nucleation process. Rapid solidification (of remaining melt) follows the start of nucleation. Solidification is terminated (at T_S) very close to the start of nucleation (T_P). So, the temperatures of peritectic transformation and solidus temperatures are very close to each other and the temperature interval of solidification of secondary phase is narrow (kinetics of solidification plays the key role), see differences between T_S and T_P (Figs. 5 – 7 and Tab. 2). There are not taking place such events at heating process.

With an increasing C (range 0.308 – 0.380 wt.%) and Cr (range 1.058 – 4.990 wt.%), the liquidus temperature decreases (except for the value T_L for the alloys A and B obtained by the DTA method, which is invariable) T_L for the alloy C is lower than for the alloys A and B. The temperature intervals between the detected and theoretical values have the best compliance for the alloys A and C and for the alloy B they partially overlap. The values of standard deviations were the smallest for DTA method (interval 0 – 2), average for TA heating (interval 0 – 6) and the highest for T_A cooling (interval 0 – 16). The highest difference for T_A

cooling was by the temperature of peritectic transformation, therefore, this temperature was excluded from the results. The differences between the experimental results obtained by each method might have been caused by a different heating rate (DTA – $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, TA – $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$), by a sample mass (alloy samples for TA analysis were 100 times larger than samples for DTA analysis). **The larger sample requires more heat for the phase transformation, and the phase transformation continues for a longer period of time, i.e. the phase transformation of the larger sample will be terminated at higher temperature**, by cooling effect (undercooling) and by a different arrangement of sensors (Fig. 3, 4).

Differences between the experimental and theoretical values might have been caused by software (calculation method, simplifying assumptions, elements not included in the calculation, and so on) and the databases that were used by the software. The difference between the theoretical and experimental temperatures could have been caused in some cases by chemical, phase, and structural heterogeneity.

Conclusions

The liquidus (T_L) and solidus (T_S) temperatures and temperature of the start of peritectic transformation (T_P) were obtained experimentally by DTA and TA methods. They were discussed and compared with theoretical calculations by SWs Thermo-Calc and IDS. The experimentally obtained transition temperatures are closer to the calculated values.

With an increasing C (range 0.308 – 0.380 wt.%) and Cr (range 1.058 – 4.990 wt.%), the temperature of solidus, liquidus and peritectic transformation decreases. The largest difference between the experimental methods was observed for the solidus temperature for the alloy C between DTA and TA (cooling), temperature range of 1397 – 1410 $^{\circ}\text{C}$. The smallest difference between the experimental methods was in the case of the temperature of peritectic transformation for the alloy A (temperature range 1484 – 1486 $^{\circ}\text{C}$) and alloy B (temperature range 1471 – 1473 $^{\circ}\text{C}$). A difference between the experimental and theoretical values of the liquidus temperatures was relatively low. With an increase of the carbon and chromium content, the difference between the theoretical and experimental values of the solidus temperature and peritectic transformation increased.

The alloys A and C were compared with similar steels published in [10]. The published results are lower than the experimentally investigated data.

The results demonstrate that due to their simplicity, the calculations are an effective tool for obtaining the required data, but they can be considered as indicative only. The calculated results should always be verified by the experimental determination.

The temperatures of phase transformations in the high-temperature region were specified more precisely by experimental measurements. This fact, among others, could bring a benefit for real technological processes (e.g. casting and solidification) via optimization of processes using simulation SW (Procast, Magmasoft); larger homogeneity of products and reduction of defects could be reached.

Acknowledgements

This paper was created at the Faculty of Metallurgy and Materials Engineering within the Project No. LO1203 "Regional Materials Science and Technology Centre – Sustainability Program" funded by the Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic.

Literatura

- [1] TAJIMA, M., UMEYAMA, Y. Latent Heats of Phase Transformations in Iron and Steel. *High Temperatures – High Pressures*, 34 (2002) 91-7.
- [2] EDMONDS, D. V., PERELOMA, E. *Phase Transformations in Steels*, Vol. 1: Fundamentals and Diffusion – Controlled Transformations. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2012.
- [3] MYSLIVEC, T. *Physical-chemical Foundations of Steel Industry*, 2nd ed. Praha: SNTL – Technical literature publishing house, 1971.
- [4] Thermo-Calc Software TCFE8 Steels/Fe-alloys database version 8. Accessed 15 June 2017.
- [5] KAWULOKOVÁ, M., et al. Study of Equilibrium and Nonequilibrium Phase Transformations Temperatures of Steel by Thermal Analysis Methods. *J Therm Anal Calorim.*, 2017; DOI: 10.1007/s10973-016-5780-4.
- [6] RYŠ, P., CENEK, M., MAZANEC, K., HRBEK, A. *Material Science I, Metal Science 4*, 1st ed. Praha: Academia, 1975.
- [7] KALUP, A. et al. Liquidus and Solidus Temperatures and Latent Heats of Melting of Steels. *J. Therm Anal Calorim.*, 2017; DOI: 10.1007/s10973-016-5942-4.
- [8] SMETANA, B. et al. Temperatures of Solidus and Liquidus of Tool Steel. In Proceedings paper, *METAL 2016: 25th anniversary international conference on metallurgy and materials*, pp. 91–6. ISBN 978-80-87294-67-3.
- [9] GALLAGHER, P. K. *Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry: Principles and Practice*, Vol. 1. 2nd ed. Amsterdam: Elsevier, 2003.
- [10] JERNKONTORET. *A Guide to the Solidification of Steels*. Stockholm: Ljungberg Tryckeri AB, 1977.
- [11] MTDATA – Phase Diagram Software from the National Physical Laboratory. <http://www.npl.co.uk/science-technology/mathematics-modelling-and-simulation/mtdata/>. Accessed 16th of June 2017.
- [12] Pandat Software. <http://www.computherm.com/>. Accessed 16th of June 2017.
- [13] FactSage, The Integrated Thermodynamic Databank System. http://www.crct.polymtl.ca/factsage/fs_general.php. Accessed 16th of June 2017.
- [14] SOPOUŠEK, J. Phase Equilibria and Diffusion-Controlled Processes in Selected Systems of Metals and their Alloys (commentary). Brno: MU in Brno, Science Faculty, Chemical Institute, 2002.
- [15] LAŠČEK, M. Specific Heat Capacity of Austenitic Chrome-nickel Steel Cr18Ni9. *Acta Metallurgica Slovaca*. 14 (2008) 1, 34–49, http://www.ams.tuke.sk/data/ams_online/2008/number1/mag04/mag04.pdf. Accessed 17th of June 2017.
- [16] ANDERSSON, J. O. et al. Thermo-Calc & DICTRA, Computational Tools for Materials Science. *Calphad*, 26 (2002), 273–312.
- [17] MIETTINEN, J. *Solidification Analysis Package for Steels-user's Manual of DOS Version 2.0.0*. Helsinki: University of Technology; 1999.

Crack Growth Rate of R7T Steel under Uniaxial Loading

Rychlost růstu trhliny oceli R7T při jednoosém namáhání

Ing. Vratislav Mareš, Lukáš Horskák

VŠB – Technical University of Ostrava, Laboratory of Integration of Material Assembly and Design, Regional Materials Science and Technology Centre, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Czech Republic

Fatigue is a phenomenon affecting most structural components during their operational life. The fatigue process has a direct effect on the lifespan of components, so the study of this degradation process is extremely important. In cases where a component is loaded under its design yield strength, it is very difficult to detect a crack in the early stages and thereby to avoid catastrophic failure. This paper investigates fatigue crack initiation and the fatigue crack growth rate in ferritic-pearlitic steel. It is primarily the microstructure of the material that plays an important role in the initial stages of fatigue cracks. Fatigue cracks in areas close to the threshold stress intensity factor range K_{th} are strongly influenced by the microstructural characteristics of the material, such as grain size, interlamellar distance, etc., as well as by the mean value of the applied stress. In the case of this steel, the microstructure consists of lamellar pearlite and ferrite netting around grain boundaries, where a key role is played by the size of grains and pearlitic colonies, as well as by the interlamellar spacing. In the area subject to Paris' law, the resistance to fatigue crack propagation can be influenced just by controlling the microstructure. Paris' law gives the relations between the amplitude of the stress intensity factor and subcritical crack growth rate. It can be expressed using the Paris law equation.

Key words: fatigue, ferritic-pearlitic steel; R7T steel; crack growth rate; fatigue crack initiation

Únava materiálu je fenomén postihující většinu konstrukčních celků a zařízení během jejich provozního života. Únavový proces má přímý vliv na dobu života konstrukčních částí. Proto je studium tohoto degradačního procesu nesmírně důležité. V případech, kdy je konstrukční část zatěžována pod navrženou mezí kluzu, je velmi obtížné odhalit trhlínu již v raných stádiích, a tím předejít fatálním kolapsům konstrukčních celků. V této práci je studována iniciace únavové trhliny a rychlost jejího šíření ve feriticko-perlitické oceli. Především mikrostruktura materiálu hraje významnou roli v počátečních iniciace únavových trhlin. Únavová trhlinka při namáhání v oblastech blízkých prahové hodnotě faktoru intenzity napětí K_{th} je silně ovlivněna mikrostrukturálními charakteristikami materiálu (velikost zrna, mezilamelární vzdálenost), ale také střední hodnotou aplikovaného napětí. Materiál, který je použit v této práci je podeutektoidní feriticko-perlitická ocel R7T, která se běžně používá pro výrobu železničních kol. Protože konstrukce železničního kola je silně exponována na únavu a okolními podmínkami, je nanejvýš vhodné studovat právě tento uvedený materiál. V případě použité podeutektoidní oceli je mikrostruktura tvořena lamelárním perlitem a feritickým síťovím, kde hraje roli velikost zrna, perlitické kolonie a mezilamelární vzdálenost. Odpor proti šíření únavové trhliny v oblasti platnosti Parisova zákona může být ovlivněn právě mikrostrukturou. Parisův zákon, známý též jako Paris-Erdoganův zákon, dává do relace rozkmit faktoru intenzity napětí s podkritickým růstem trhliny.

Klíčová slova: únava materiálu; feriticko-perlitická ocel; ocel R7T; rychlost růstu trhliny; iniciace únavového poškození

Many researchers studied fatigue behavior and fatigue crack growth. The results were primarily focused on in-situ testing of very small specimens. Most of the works are focused on the effect of microstructure on fatigue initiation and observing changes in the microstructure of tested material, such as slip bands [3, 4]. On the other hand, research regarding the effect of microstructure on fatigue crack growth behavior in the so-called Paris regime has rarely been reported [4]. Although only limited information is available on the detailed influence changing load amplitude on fatigue crack growth rate, some important works on fatigue crack growth behavior of two-phase steels have been reported [4 – 9].

The main objective is to focus on the influence of the applied stress amplitude to the fatigue crack growth rate of commonly used material for railway wheels. The aim of the presented paper is to analyze fatigue crack growth and the evolution of crack path of railway wheel steel R7T under fatigue loading with different amplitude. To this end, fatigue testing was performed on flat specimens, examining of crack at the macroscopic and microscopic levels to determine crack length and path were performed using confocal and electron microscopy.

In the presented study, fatigue crack growth rate tests were carried out on servo-hydraulic testing machine

step by step. Between each step observations and measurements were conducted on the laser scanning confocal microscope and on the electron microscope.

Material

The material employed in this paper is hypoeutectoid ferritic-pearlitic steel R7T (Fig. 1), which is commonly used for the manufacture of railway wheels. This is because the structure of railway wheels is heavily

exposed to the effects of fatigue and environmental conditions. The material is a highly appropriate subject for study. of hypoeutectoid ferrite-pearlite steel R7T, which is used in the production of railway wheels and which is defined in European Standard EN13262. The chemical composition of this steel was obtained by optical emission spectroscopy and is shown in Tab. 1, which does not differ from the commercial standard for this material.

Tab. 1 Chemical composition
Tab. 1 Chemické složení

Element	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Ti	Al
wt. %	0.385	0.824	0.496	0.007	0.003	0.24	0.074	0.010	0.01	0.001	0.022

The R7T steel was heat treated in the following way: austenitization at the temperature of 850 °C/water cooling and tempering at the temperature of 520 °C. The final microstructure resulting from the heat treatment of the commercially produced wheel, in general terms, was a mixture of lamellar pearlite with a small quantity of ferrite.

From the metallographic point of view, it is fine-grained ferritic - pearlitic structure or lamellar pearlite with the ferritic networking. The pearlite as a two-phase material consisting of hard and brittle lamellar cementite in ferritic matrix significantly affects the life of the material exposed by time-varying stress component.

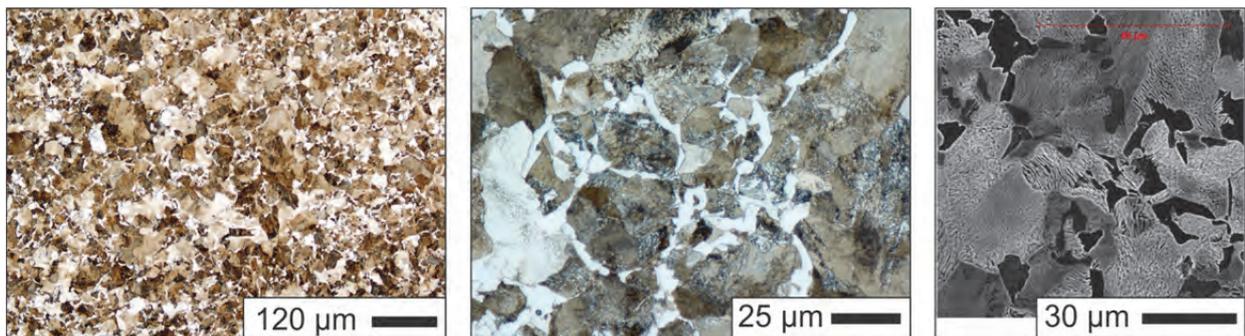


Fig. 1 Microstructure of R7T steel, right-low magnification, center-high magnification (optical microscopy), right - SEM photography, (etched in 3% Nital)

Obř. 1 Mikrostruktura oceli R7T, vlevo malé zvětšení, uprostřed velké zvětšení, vpravo fotografie SEM (leptání v 3% roztoku Nitalu)

Regarding the metallographic analysis, the structure of the material was formed by the lamellar pearlite bounded by ferritic networking. The microstructures in Fig. 1 were obtained by standard metallographic procedure, by grinding - polishing - etching in 3% Nital solution, and the photographs were obtained by using optical and electron microscope. Tab. 2 shows basic microstructural properties of the material.

Tab. 2 Microstructural properties
Tab. 2 Mikrostrukturální vlastnosti

Grain size	G10/11 μm
Average interlamellar distance	0.53 μm
Hardness <i>HV10</i>	228

The mechanical, or tensile properties of R7T are shown below in Tab. 3. Knowledge of this mechanical properties is very beneficial for setting fatigue test parameters.

Tab. 3 Mechanical properties
Tab. 3 Mechanické vlastnosti

Yield strength R_{p02}	515 MPa
Ultimate strength R_m	837 MPa
Elongation A_{l0}	14.1 %
Fracture toughness K_{IC}	87.96 MPa·m ^{1/2}

Specimens and testing procedure

All specimens were tested on fatigue biaxial servohydraulic machine INSTRON 8802. The soft control mode was chosen, typical for high-cycle fatigue. It means that the machine was driven only by force. The tests were conducted using a sinusoidal form of loading with a stress ratio of 0.1 and a frequency of 5 Hz. The shape of varying force corresponded with sinus function.

Single edge cracked plates of tension type specimens with a width of 5 mm and a thickness of 1.5 mm were used for fatigue crack growth tests (Fig. 2). A notch with a width of 0.25 mm and a depth of 0.5 mm was formed by electric discharge machining (EDM) at the edge of the specimen as a starter for fatigue crack growth prior to the fatigue crack growth test.

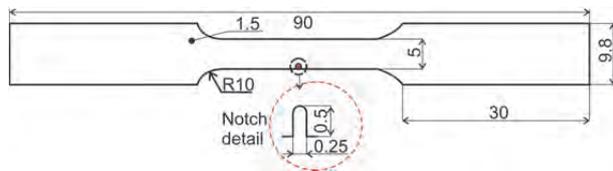


Fig. 2 Specimen geometry for fatigue crack growth test (dimensions in mm)

Obr. 2 Geometrie vzorku pro zkoušky šíření únavových trhlin (rozměry v mm)

The specimen surface was prepared for observation of crack growth by grinding and polishing with the use of 1 μm diamond solution. The whole specimen was etched in 3% Nital solution but the notch area was masked against etching. The masked area around EDM notch was a circle with a diameter of approx. 0.5 mm. Masking was performed because etched surface could have influenced crack growth in initiation stages, because the etched surface locally reinforced. A strain gauge was placed in the center of the selected specimen for deformation monitoring.

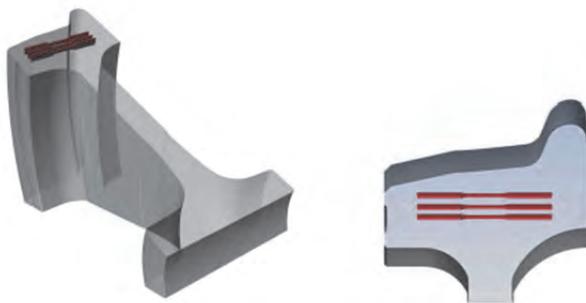


Fig. 3 Specimen location in railway wheel

Obr. 3 Odběr vzorku ze železničního kola

In Fig. 3 location of the specimen in the railway wheel is visible. The main position is in the center of the wreath under the running surface of the railway wheel.

The stress intensity factor K , for the present specimen was calculated according to the following eq. 1 and 2 [2, 5]:

$$K = \sigma\sqrt{\pi a} \cdot F_1(\alpha), \alpha = \frac{a}{W} \quad (1)$$

$$F_1(\alpha) = 1.12 - 0.231\alpha + 10.55\alpha^2 - 21.72\alpha^3 + 30.39\alpha^4 \quad (2)$$

where σ is the stress, a is the crack length, W is the width of the gauge part of the specimen and F_1 is a geometrical correction factor [2, 3, 4].

Tab. 4 shows used stress levels, which were applied during testing of specimens. This table primarily shows the stress amplitude, other values are for information with respect of cycle asymmetry coefficient $R = 0.1$.

Testing was realized step by step. That means that after numbers of cycles the test was stopped and the specimen was measured in the microscope. The specimen measurement was then followed by numbers of test cycles.

Tab. 4 Applied stress levels

Tab. 4 Aplikované úrovně napětí

Load level	Stress amplitude σ_a	Mean stress σ_s	Minimal stress σ_{min}	Maximal stress σ_{max}
	(MPa)			
I	225	275	50	500
II	220.5	269.5	49	490
III	207	253	46	460
IV	202.5	247.5	45	450
V	135	165	30	300
VI	126	154	28	280

Results and discussion

During testing many measurements were conducted and many photos were taken. All results are presented in graphical and tabular form. Fig 4 shows the fatigue crack path and crack growth rate for the specimen No. 4.

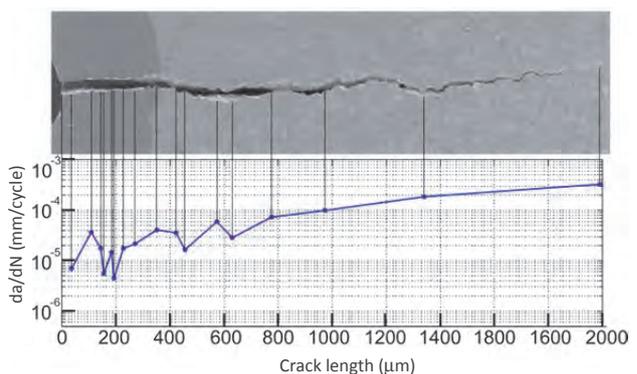


Fig. 4 Relation between the crack growth rate and crack length in combination with visual documentation of total length of crack before fracture

Obr. 4 Závislost mezi délkou a rychlostí růstu trhliny s vizuální dokumentací celkové délky trhliny těsně před porušením

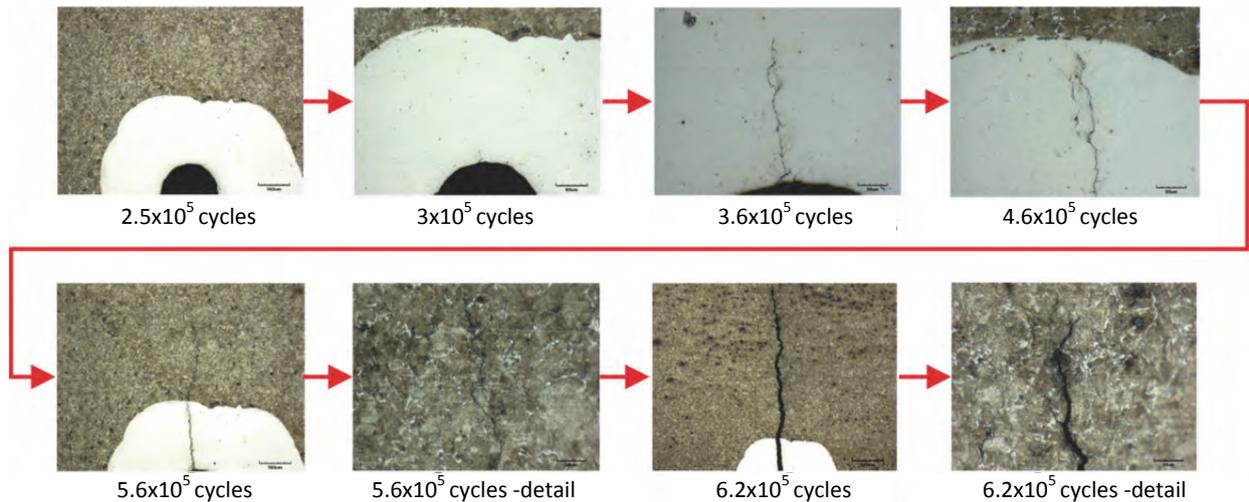


Fig. 5 Visualized crack path step by step
Obr. 5 Vizualizovaný růst trhliny

Fig. 5 shows the detailed crack propagation step by step from the initiation stage to the final crack length. The masked area around the EDM notch is well visible.

Calculations were conducted according to Paris-Erdogan law [2, 5]:

$$\frac{da}{dN} = C \cdot \Delta K^m \quad (3)$$

Tab.5 shows all acquired and measured results. Material constants of Paris law, i.e. C and m were obtained by nonlinear fit [6] by least squares method using the MATLAB software.

Tab. 5 Final results for all specimens
Tab. 5 Finální výsledky pro všechny vzorky

Specimen	Load level	Cycles to failure N_f	ΔK (MPa·m ^{1/2})	C	m
1	I	5,454	33.47	8.84e-10	3.67
2	II	7,100	53.26	2.72e-9	3.12
3	III	7,882	23.74	2.72e-8	2.96
4	IV	46,276	74.35	2.72e-8	2.41
5	V	49,204	76.99	2.46e-8	2.41
6	VI	62,765	62.58	2.72e-8	2.27
7	VI	72,238	97.59	4.60e-8	2.25

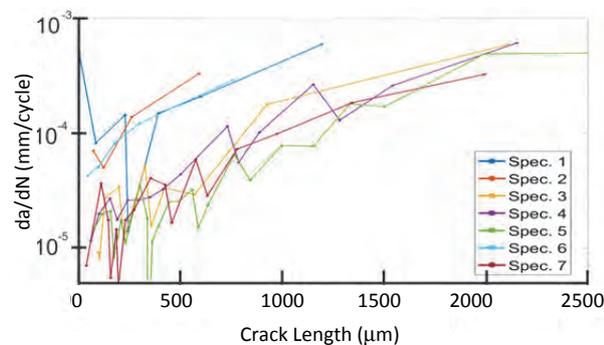


Fig. 6 Comparison of the average crack growth rates vs. crack length
Obr. 6 Porovnání průměrné rychlosti růstu a délky trhliny

Comparison between crack growth rates vs crack length is presented in Fig. 6. The differences between specimens and their loading state are clearly visible. Generally, curves have an increasing trend in relation to the applied load. The observed declines (piles down) are caused by interruptions for measurement during testing, or by fastening of specimens [6, 7].

Fig. 7 shows crack paths in the microstructure of the R7T steel. Red arrows basically highlight crack path. Left photograph demonstrates the crack growth along the grain boundaries – for specimens loaded with low-stress amplitudes. The right photograph shows the crack growth across the grain due to higher stress amplitudes and local overloading. This is caused by the brittleness of cementite lamellae, which not carry over greater load [8, 9].

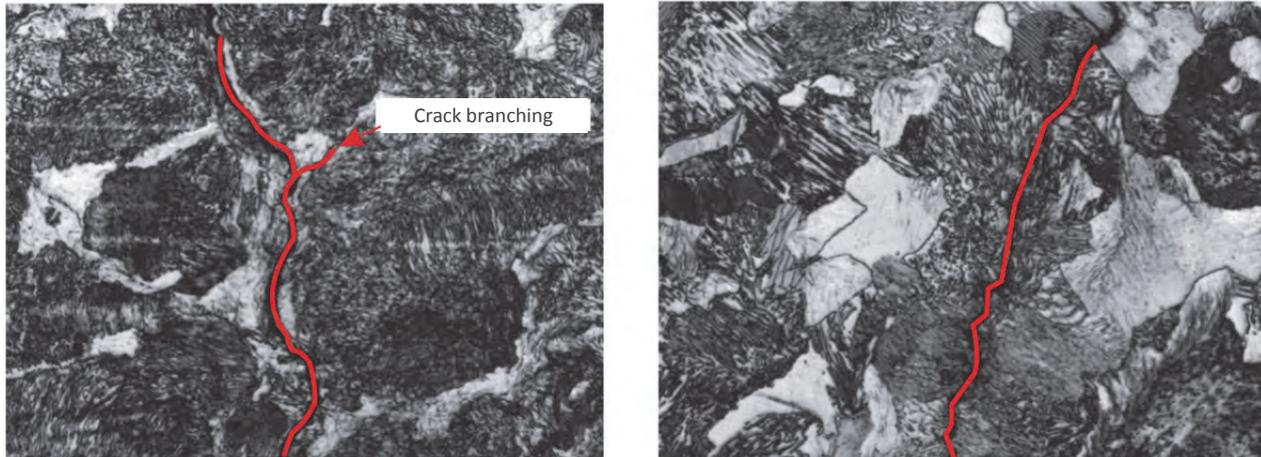


Fig. 7 Two cases of crack paths, left-along the grain, right-across the grain
Obr. 7 Dva případy růstu trhliny vlevo – podél hranice zrna, vpravo - přes zrna

Conclusions

During experimental testing of notched specimens of steel, R7T a large amount of images and numerical data was obtained that were processed and gradually explained. From results relationships were compiled of the obtained parameters and crack growth rate. Crack under cyclic stress growth along the grain boundaries across ferrite network – were simply slip system. Sometimes, crack growth occurred across the grain with pearlite lamellae - probably due to effect of multi-axis stress state. The above-obtained data enabled an optimized design and predictions of fatigue behavior.

A lot of tests were performed in order to verify the crack growth rate of R7T steel. Fatigue cracks initiation stages was studied. Micromechanism of initiation, which would increase fatigue strength, was investigated. Samples without a notch were tested. Application of influence of multiaxial stress state was studied. Summary of the experimentally obtained data led to the preparation of material model for the simulation of fatigue crack growth in the steel R7T.

The presented results will help to improve or clarify the effect of fatigue damage in the real structure of the railway wheels. Despite large of amount of acquired a lot of issues has still remained unresolved, both in the existing and new materials. Therefore, it is important to continue to carry out measurement and experimental study of fatigue damage mainly in the initiation stages. [7-9]

Acknowledgement

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

Literature

- [1] BEDEN, S. M., ABDULLAH, S., ARIFFIN, A. K. Review of Fatigue Crack Propagation Models for Metallic Components. *European Journal of Scientific Research*, (2009) 3, 364–397.
- [2] ELLYIN, F. *Fatigue Damage, Crack Growth and Life Prediction*, Chapman & Hall, 1997, 468 pp.
- [3] KHEN, R., ALTUS, E. Micro-macro Relations for Fatigue Crack Growth. *Mechanics of Materials*, (1995) 2(3), 89–101, ISSN 0167-6636.
- [4] KORDA, AA., MIYASHITA, Y., MUTOH, Y., SADASUE, T. Fatigue Crack Growth Behavior in Ferritic-pearlitic Steels with Networked and Distributed Pearlite Structures. *International Journal of Fatigue*, 29 (2007) 6, 1140–1148, ISSN 0142-1123.
- [5] LAWSON, L., CHEN, EY, MESHII, M. Near-threshold Fatigue: a review. *International Journal of Fatigue*, (NOV 1999) 21, Supplement S, S15–S34, ISSN 0142-1123.
- [6] LIU, Y., STRATMAN, B., MAHADEVAN, S. Fatigue Crack Initiation Llife Prediction of Railroad Wheels. *International Journal of Fatigue*, 28 (2006) 7, 747–756, ISSN 0142-1123.
- [7] MUGHRABI, H. Microstructural Fatigue Mechanisms: Cyclic Slip Irreversibility, Crack Initiation, Non-linear Elastic Damage Analysis. *International Journal of Fatigue*, 57 (2013) SI, 2–8. ISSN 0142-1123.
- [8] LADOS, D. A., APELIAN, D. Relationships between Microstructure and Fatigue Crack Propagation Paths in Al-Si-Mg Cast Alloys. *Engineering Fracture Mechanics*, 75 (2008) 3-4, 821–832. ISSN 0013-7944.
- [9] TORIBIO, J., GONZALES, B., MATOS, J.C. Fatigue and Fracture Paths in Cold Drawn Pearlitic Steel. *Engineering Fracture Mechanics*, 77 (2010) 11, 2024–2032. ISSN 0013-7944.

Predikce deformačního chování předslitiny Al-35Ta v software Digimat

Prediction of Deformation Behaviour of the Al-35Ta Master Alloy Using the Digimat Software

Ing. Martin Pohludka, Ph.D.; Ing. Daniel Petlák; Ing. Martin Kraus, Ph.D.

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

Práce má dva cíle – přípravu předslitiny Al-35Ta (hm. %) a predikci jejího deformačního chování s pomocí software Digimat. První cíl byl uskutečněn pomocí procesu plazmové metalurgie a vakuového indukčního lití. Výsledkem byl kompaktní vzorek předslitiny s takovou teplotou tavení, která byla blízká teplotám tavení přechodových kovů, jako je titan či nikl. Mikrostruktura předslitiny byla tvořena hliníkovou maticí a nahodile orientovanými dendrity fáze Al_3Ta . Provedená tlaková zkouška prokázala nízkou mechanickou pevnost předslitiny a určila hodnoty Youngova modulu pružnosti $E = 20,26$ GPa a smluvní meze kluzu $R_{p0,2} = 93,19$ MPa. Simulace deformačního chování předslitiny byla provedena v modulu FE-Digimat, který umožňuje generovat tzv. reprezentativní objemový element. Výsledky simulace vedly k závěru, že při maximální nastavené deformaci vznikají ložiska s maximálním napětím mezi styčnými plochami dendritů fáze Al_3Ta , které jsou zároveň možnými místy iniciace trhliny. Srovnání napětíově deformačních křivek získaných z experimentu a simulace potvrdilo dobrou shodu – hodnota indexu korelace činila $I = 0,8923$.

Klíčová slova: software Digimat; tlaková zkouška; předslitina Al-35Ta

Metals with a high melting point, such as tungsten, molybdenum or tantalum, etc. are very important part of commercial alloys applied in an aircraft or automotive industry. Alloying of these alloys with these metals positively affects their high-temperature mechanical properties. However, high melting temperatures of these metals make a use of classic processes of an alloy preparation impossible. A solution to this problem can be a preparation of a suitable master alloy by plasma metallurgy. The aim of this paper was a preparation of the Al-35Ta (wt. %) master alloy and a prediction of its deformation behaviour using the Digimat software. The master alloy was prepared by a process of plasma metallurgy and vacuum induction melting. The final sample of the master alloy had such melting temperature, which was close to melting temperatures of transition metals, such as titanium or nickel. The microstructure of the master alloy consisted of an aluminium matrix and random oriented dendrites of the Al_3Ta -phase. A compression test has confirmed low mechanical strength of the master alloy and estimated values of the Young's modulus $E = 20.26$ GPa and the nominal yield strength (0.2 % offset) $YS_{0.2} R_{p0.2} = 93.19$ MPa. A simulation process of the master alloy deformation behaviour was carried out using the modulus of FE-Digimat which made it possible to generate the so-called representative volume element. The results of the simulation led to a conclusion that special places with maximal stress situated among contact areas of the Al_3Ta -phase dendrites formed at the maximal set strain. These places can be initiatory places for cracks. A comparison of the stress-strain curves for experimental and simulation data has confirmed correctness of fitting – the value of correlation index was $I = 0.8923$.

Key words: Digimat software; compression test; Al-35Ta master alloy

Moderní slitiny aplikované např. v leteckém nebo automobilovém průmyslu, případně v biomedicíně, jsou často legovány tzv. vysokotavitelnými kovy, které zlepšují jejich mechanické vlastnosti. Do této skupiny kovů náleží také tantal. Aplikace tantalu jako legujícího prvku jsou rozsáhlé. V medicíně se využívá pro své biokompatibilní vlastnosti [1, 2], zatímco v niklových superslitinách zlepšuje vysokoteplotní pevnost a odolnost vůči creepu [3, 4].

Hlavní problém přípravy těchto slitin představují vysoké teploty tavení vysokotavitelných kovů (T_M pro tantal je

3017 °C). Efektivním řešením problému je využití plazmové metalurgie [5], pomocí níž lze připravit vhodné předslitiny, jejichž teplota tavení není tak vysoká, a proto mohou být použity při přípravě komerčních slitin běžnými postupy, jako např. vakuovým indukčním tavením [6].

Digimat je softwarovým produktem výrobce e-Xstream engineering [7] určeným pro modelování materiálů. Využívají jej hlavně projektanti, materiáloví vědci a specialisté ve výrobě kompozitních materiálů k přesné predikci nelineárního mikro-mechanického chování

komplexních mnohofázových kompozitních materiálů a struktur, tvořených kompozity s polymerní, pryžovou nebo kovovou maticí [7, 8].

Digimat využívá několik pracovních modulů. Nejběžnější z nich je modul FE-Digimat, který pracuje na principu homogenizace metodou konečných prvků [8, 9]. Používá se ke generování reprezentativního objemového elementu velkého druhu materiálových mikrostruktur (např. plastů, pryží, kovů atd.). Modul FE-Digimat má zabudovaný vlastní generátor síťový, výpočetní zařízení i procesor pro zpracování výsledků. Umožňuje také připojení na software Abaqus/CEA [10], ANSYS Workbench [11] a Marc [12].

1. Experiment

1.1 Příprava předslitiny Al-35Ta

Předslitina Al-35Ta (hm. %) byla připravena tavením vstupních komponent čistého hliníku a tantalu v plazmové peci s horizontálním krystalizátorem na Katedře neželezných kovů, rafinace a recyklace VŠB – Technické univerzity Ostrava. Vsázka byla umístěna na měděný krystalizátor a roztavena argonovým plazmovým obloukem o pracovní teplotě přibližně 4800 °C. K utužení předslitiny došlo účinkem intenzivního chlazení krystalizátoru vodou.

Z důvodu nízké homogenity předslitiny Al-35Ta po plazmovém tavení, byl ingot sekundárně přetaven ve vakuové indukční peci Supercast 13 v ústavu Regionálního materiálově technologického výzkumného centra VŠB – Technické univerzity Ostrava. Pracovní teplota výhřevu pece nepřesáhla 1800 °C. Předslitina byla odstředivě odlita do grafitové kokily. Byly tak získány kompaktní odlitky tvaru válců o průměru podstavy 20 mm (obr. 1)



Obr. 1 Odlitky předslitiny Al-35Ta (hm. %) po vakuovém indukčním tavení

Fig. 1 Castings of the Al-35Ta (wt. %) master alloy after a vacuum induction melting process

Z příčného řezu odlitku předslitiny Al-35Ta byl připraven metalografický vzorek za účelem ověření chemického složení, zdokumentování mikrostruktury a provedení jeho kvantitativní obrazové analýzy. Všechna pozorování byla použita při simulaci struktury předslitiny Al-35Ta v software Digimat a predikci jejího deformačního chování, které bylo ověřeno provizorní tlakovou zkouškou. Jednotlivé závěry jsou shrnuty v následující kapitole.

2. Výsledky

2.1 Chemické složení a mikrostruktura

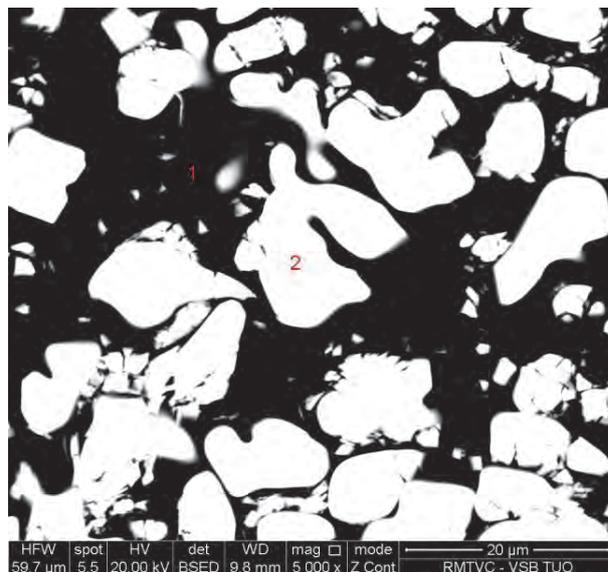
Chemické složení předslitiny Al-35Ta bylo ověřeno pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu QUANTA FEG 450 vybaveného sondou APOLLO X. Výsledky plošné analýzy jsou uvedeny v tab. 1 a potvrzují shodu s nominálním složením.

Tab. 1 Výsledky plošné analýzy EDS

Tab. 1 Results of an area EDS analysis

Norm. složení	w _{Al}	w _{Ta}
	(hm. %)	
Al-35Ta	67,33 ± 0,76	32,67 ± 0,76

Bodová analýza EDS prokázala přítomnost dvou fází – matriční, kterou tvoří prakticky čistý hliník (bod 1 na obr. 2), a dendritickou, tvořenou fází Al₃Ta (bod 2 na obr. 2). Přesné hodnoty chemického složení jednotlivých fází jsou shrnuty v tab. 2.



Obr. 2 Mikrostruktura předslitiny Al-35Ta, režim zpětně odražených elektronů

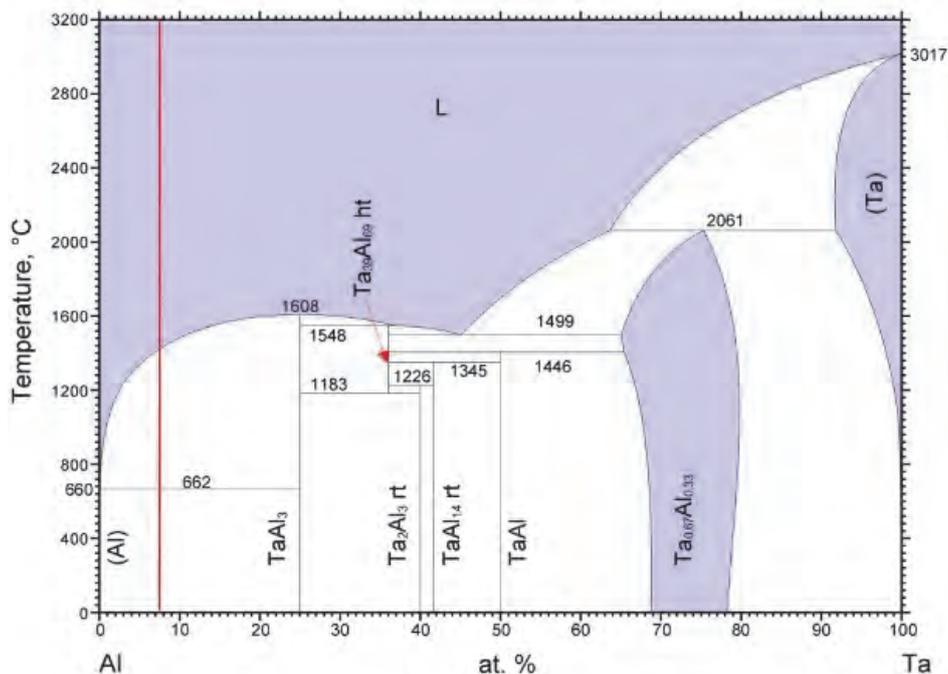
Fig. 2 Microstructure of the Al-35Ta master alloy, back-scattered electron mode

Tab. 2 Výsledky bodové analýzy EDS

Tab. 2 Results of a spot EDS analysis

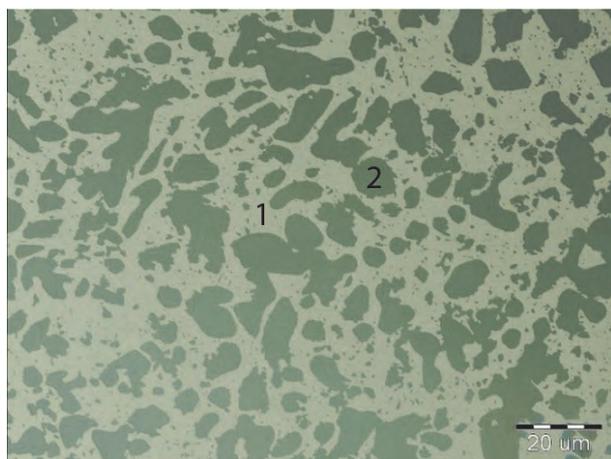
Analyzovaný bod	w _{Al}	w _{Ta}
	(hm. %)	
1	100,00 ± 0,00	0,00 ± 0,00
2	32,20 ± 0,13	67,80 ± 0,13

Zjištěné závěry jsou v souladu s binárním fázovým diagramem Al – Ta (obr. 3), podle něhož sestává mikrostruktura předslitiny Al-35Ta hm. % (tj. Al-7,43Ta at. %) ze dvou fází – tuhého roztoku tantalu v hliníku a fáze Al₃Ta [13].



Obr. 3 Binární fázový diagram Al-Ta
Fig. 3 Binary phase diagram of Al-Ta

Fotodokumentace mikrostruktury předslitiny Al-35Ta byla provedena pomocí optického světelného mikroskopu OLYMPUS GX51 vybaveného digitálním fotoaparátem OLYMPUS DP12. Příklad zdokumentované mikrostruktury je znázorněn na obr. 4. Plocha popsaná číslicí 1 představuje matici předslitiny tvořenou hliníkem a plocha popsaná číslicí 2 dendrity fáze Al_3Ta .



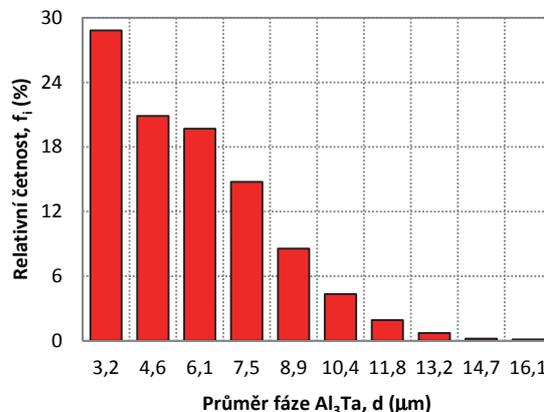
Obr. 4 Mikrostruktura předslitiny Al-35Ta
Fig. 4 Microstructure of the Al-35Ta master alloy

2.2 Kvantitativní obrazová analýza

Pro účely simulace deformačního chování předslitiny Al-35Ta v software Digimat bylo nezbytné statisticky popsat dendrity fáze Al_3Ta pomocí kvalitativní obrazové analýzy. K tomu posloužil software ImageJ [14]. Počátečním předpokladem bylo nahradit komplikova-

nou strukturu dendritů tvořenou jejich vzájemně se křížícími primárními a sekundárními větvemi jednoduchými elipsoidy a následně stanovit jejich objemový podíl, velikost a tvarový faktor, definovaný podílem délky a šířky elipsoidu.

Objemový podíl fáze Al_3Ta činil $48,98 \pm 1,49 \%$. Statistickou analýzou bylo prokázáno, že plocha předslitiny o rozměru $61\,524 \mu\text{m}^2$ obsahuje průměrně 5708 zrn fáze Al_3Ta o velikosti náležející do intervalu od 2,5 do $16,8 \mu\text{m}$. Rozdělení těchto zrn je exponenciální, jak dokazuje obr. 5, s maximem v intervalu od 2,50 do $3,93 \mu\text{m}$. V tomto intervalu leží rovněž střední hodnota, která činí $2,60 \pm 0,13 \mu\text{m}$. Těmto zrnům odpovídá tvarový faktor o střední hodnotě $1,45 \pm 0,01$.



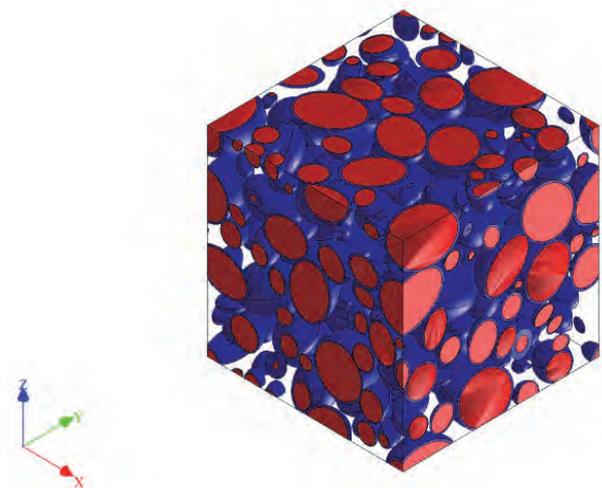
Obr. 5 Rozdělení dendritů fáze Al_3Ta v matici předslitiny Al-35Ta
Fig. 5 Distribution of the Al_3Ta -phase dendrites in the matrix of the Al-35Ta master alloy

2.3 Simulace v software Digimat

Pro definování reprezentativního objemového elementu je nezbytné charakterizovat jeho matriční a inkluzní složku. V případě struktury předslitiny Al-35Ta byla matrice tvořena hliníkem a inkluze dendrity fáze Al₃Ta. Inkluze byly následně definovány těmito parametry:

- objemový podíl 40 %,
- tvar: elipsoid o tvarovém faktoru 1,45,
- distribuce: načteno rozdělení z obr. 5,
- orientace: nahodilá.

Protože reálnou mikrostrukturu předslitiny Al-35Ta tvořily tvarově složité dendrity a nikoli jednoduché elipsoidy, byly povrchy inkluzí v reprezentativním objemovém elementu pokryty vrstvou mezifáze Al₃Ta o celkovém objemovém podílu 10 %, u níž bylo povoleno vzájemné překrývání. Vzhledem k nahodilé orientaci inkluzí mohla být velikost reprezentativního objemového elementu shodná pro všechny osy $x = y = z = 48,25 \mu\text{m}$. Výsledná podoba reprezentativního objemového elementu je znázorněna na obr. 6.



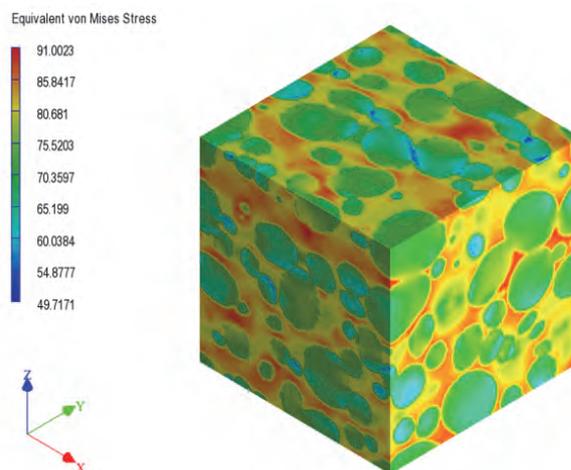
Obr. 6 Reprezentativní objemový element předslitiny Al-35Ta
Fig. 6 Representative volume element of the Al-35Ta master alloy

Reprezentativní objemový element byl zatěžován mechanicky v tlaku ve směru osy x do maximální deformace 20 %. Výsledky průběhu simulace tlakové zkoušky předslitiny Al-35Ta v software Digimat jsou znázorněny na obr. 7 a 8 pomocí rozdělení von Misesova napětí na reprezentativním objemovém elementu.

K interpretaci výsledků simulace je nezbytné vyjít z několika předpokladů:

- 1) reprezentativní objemový element představuje kompozit sestávající z hliníkové matrice a inkluzí tvořených dendrity fáze Al₃Ta,
- 2) jednotlivé kompozitní složky mají různé mechanické vlastnosti,
- 3) dendrity obsahující Ta jsou tvrdší a pevnější než hliníková matrice.

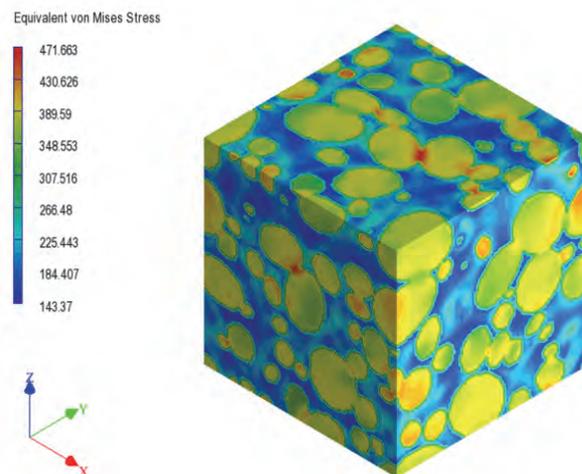
Deformace matrice v intervalu elastické deformace tlakové zkoušky je větší než deformace inkluzí. To se projevívá výskytem maxim von Misesova napětí na styčných plochách mezi maticí a inkluzemi. Minimální von Misesovo napětí se naopak nachází na styčných plochách mezi inkluzemi fáze Al₃Ta, protože se jako pevnější složka kompozitu deformují méně (obr. 7).



Obr. 7 Rozdělení von Misesova napětí na reprezentativním objemovém elementu pro mez kluzu

Fig. 7 Von Mises stress distribution in a representative volume element at the yield stress

Po přechodu meze kluzu, tedy v intervalu plastické deformace, slouží inkluze fáze Al₃Ta jako zpevňující částice, mezi jejichž společnými styčnými plochami se kumuluje maximální von Misesovo napětí (obr. 8). V těchto místech se pravděpodobně iniciují trhliny.



Obr. 8 Rozdělení von Misesova napětí na reprezentativním objemovém elementu při maximální deformaci 20 %

Fig. 8 Von Mises stress distribution in a representative volume element at the maximal strain of 20 %

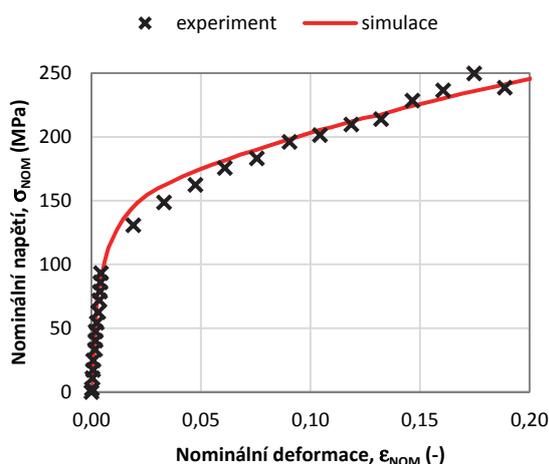
Simulacemi v software Digimat se zabývají publikace [15, 16].

2.4 Tlaková zkouška

Nakonec byla provedena provizorní tlaková zkouška, pro ověření přesnosti výsledků simulace. Z odlitku

předslitiny Al-35Ta byl vysoustružen malý válec o průměru 5 mm a délce 8 mm, který byl podroben tlakové zkoušce na univerzálním testovacím zařízení Walter Bai TMS Lfv na VŠB – Technické univerzitě Ostrava. Tlaková zkouška proběhla při pokojové teplotě a rychlosti posunu přičníku $2 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$.

Na obr. 9 jsou srovnány výstupy z tlakové zkoušky předslitiny Al-35Ta v podobě grafické závislosti napětí na deformaci pro experiment i simulaci. Korelační index mezi oběma soubory dat nabývá hodnoty $I = 0,8923$, což dokazuje dobrou shodu mezi experimentálním měřením a výsledky provedené simulace.



Obr. 9 Grafické srovnání výsledků tlakové zkoušky předslitiny Al-35Ta pro experiment a simulaci

Fig. 9 Graphical comparison of results of compression test of the Al-35Ta master alloy for experiment and simulation

Hodnoty vybraných inženýrských konstant, které byly odečteny z obou křivek na obr. 9, jsou uvedeny v tab. 3. Jedná se o Youngův modul pružnosti a smluvní mez kluzu.

Tab. 3 Hodnoty vybraných inženýrských konstant
Tab. 3 Values of chosen engineering constants

Druh analýzy	E	R _{p0,2}
	(GPa)	(MPa)
experiment	20,26	93,19
simulace	16,59	102,77

Závěr

Procesy plazmové metalurgie a vakuového indukčního tavení byla připravena předslitina Al-35Ta (hm. %). Vyšetření mikrostruktury pomocí elektronové mikroskopie prokázalo, že předslitina sestává ze dvou strukturních útvarů – matrice, tvořené hliníkem, a dendritů, tvořených fází Al₃Ta. Tlaková zkouška prokázala nízkou mechanickou pevnost předslitiny a pomohla stanovit některé inženýrské konstanty, jako jsou Youngův modul pružnosti $E = 20,26 \text{ GPa}$ a smluvní mez kluzu $R_{p0,2} = 93,19 \text{ MPa}$.

Výsledky simulace deformačního chování předslitiny provedené v software Digimat napomohly pochopit způsob jejího porušení. Do meze kluzu je hliníková matrice předslitiny namáhána více než dendrity tvořené fází Al₃Ta, avšak při maximální nastavené deformaci se koncentrátoři napětí kumulují na styčných plochách mezi jednotlivými dendrity. Tato místa lze proto pokládat za pravděpodobné lokality iniciace trhlin. Grafický výstup tlakové zkoušky předslitiny Al-35Ta pro experimentální a simulační data prokázal dobrou shodu (hodnota indexu korelace $I = 0,8923$). Software Digimat lze proto pokládat za hodnotný nástroj pro predikci deformačních chování materiálů.

Poděkování

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

Literatura

- [1] LIU, J. et al. Microstructure, mechanical behavior and biocompatibility of powder metallurgy Nb-Ti-Ta alloys as biomedical material. *Materials Science and Engineering C*, 71 (2017) 512–519.
- [2] HUSSEIN, A. H. et al. Biocompatibility of new Ti-Nb-Ta base alloys. *Materials Science and Engineering C*, 61 (2016) 574–578.
- [3] POHLUDKA, M. et al. Ni₃Al-B alloys and their mechanical properties at high temperatures. In *Metal 2016: 25. výroční mezinárodní konference o metalurgii a materiálech*, 25. – 27. května 2016, Hotel Voroněž I, Brno Česká republika, EU, roč. 25, s. 1498–1503.
- [4] UCHIC, M. D. et al. Sigmoidal creep of Ni₃(Al, Ta). *Intermetallics*, 9 (2001), 1053–1061.
- [5] JUŘICA, J. et al. Preparation and properties of master alloys Nb-Al and Ta-Al for melting and casting of γ -TiAl intermetallics. *Materiálův inženýring: Materials and Technologies*, 49 (2015) 1, 27–30.
- [6] POHLUDKA, M. et al. Microstructure and properties of the Ni-Al-B alloys after directional solidification. *Chemické listy*, 109 (2012) S13, 511–512.
- [7] Digimat – The Nonlinear Multi-scale Material and Structure Modeling Platform [on-line], [cit. 2017-10-11]. Dostupný z WWW: <http://www.mscsoftware.com/product/digimat>
- [8] Digimat – Documentation [on-line], [cit. 2017-10-11]. Dostupný z WWW: <http://www.mscsoftware.com/product/digimat>
- [9] YALIN, Y. et al. Stress transfer analysis of unidirectional composites with randomly distributed fibers using finite element method. *Composites: Part B*, 69 (2015) 278–285.
- [10] Abaqus/CEA [on-line], [cit. 2017-10-11]. Dostupný z WWW: <http://www.3ds.com/products-services/simulia/products/abaqus/>
- [11] ANSYS Workbench [on-line], [cit. 2017-10-11]. Dostupný z WWW: <http://www.ansys.com/Products/Platform>
- [12] Marc [on-line], [cit. 2017-10-11]. Dostupný z WWW: <http://www.mscsoftware.com/product/marc>
- [13] Alloy phase diagram database [online], [cit. 2017-10-11]. Dostupný z WWW: <http://www1.asminternational.org/asmenterprise/apd/>
- [14] ImageJ [on-line], [cit. 2017-10-11]. Dostupný z WWW: <https://imagej.nih.gov/ij/>
- [15] POHLUDKA, M. et al. Modelování progresivních materiálů v software Digimat. *Hutnické listy*, 69 (2016) 6, 22–27, ISSN 0018-8069.
- [16] AMIRMALEKI, M. et al. 3D Micromechanical modelling of dual phase steels using the representative volume element method. *Mechanics and Materials*, 101 (2016), 27–39.

Recenzované výzkumné články

Dynamické chování vysokopevných pancéřových ocelových plechů

Dynamic Behavior of High Strength Armor Steel Plates

Ing. Radek Tomášek; Ing. Vratislav Mareš

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

Příspěvek je zaměřen na vyhodnocení chování pancéřových ocelí a změn jejich mechanických vlastností při vysokorychlostním tahovém testu. Ke studiu byly zvoleny dvě oceli Armox 500T a Secure 500. Jedná se o nízkolegované středně uhlíkové oceli s mikrostrukturou popuštěného martenzitu obdobných mechanických vlastností určených zejména pro ochranu lehce pancéřovaných vozidel v komerční sféře. V rámci experimentálního programu byla nejprve provedena zkouška tvrdosti a vyhodnocena mikrostruktura. Před vlastním vysokorychlostním tahovým testem byla provedena kvazistatická tahová zkouška, kdy získané hodnoty posloužily zejména jako referenční pro zkoušky při vysoké rychlosti deformace, které byly provedeny při vybraných rychlostech deformace 100 – 400 s⁻¹. Zaznamenané změny byly zhodnoceny v příslušných grafických závislostech. Vzorky po mechanickém zkoušení byly následně podrobeny fraktografickému rozboru.

Klíčová slova: pancéřová ocel; tahová zkouška; vysoká rychlost deformace; citlivost na rychlost deformace

High strength armor steels are utilized especially for the ballistic and shock protection of automobiles and combat vehicles, therefore knowledge of their behavior under conditions of dynamic loading is required. The authors investigated in this paper response to dynamic loading of the chosen mid-carbon armor steels Armox 500T and Secure 500. Tensile specimens were prepared from steel sheets in order to study and describe change in behavior of steels in terms of their mechanical properties. Set of specimens was tested in the ~~it~~ quasi-static tensile test with the strain rate of 1·10⁻³ s⁻¹ in the first mechanical test. Consequently, high-speed tensile test was conducted on servo hydraulic test machine INSTRON VHS 80-20 capable of producing high deformation speeds. Steel specimens were tested at four different values of strain rate within the range of 100 s⁻¹ to 400 s⁻¹, in the intermediate region, where the data were not well established. Prior to this part of experimental procedure, hardness test HV10 along with microstructure observation was conducted. Results showed higher hardness of the Secure 500 steel with average value of 508 HV while no significant difference was found in terms of steels microstructure, which consisted of tempered martensite. Quasi-static tensile test confirmed material properties specified by the manufacturer. Most importantly its values served as a reference to high strain rate tensile test. Obtained stress-strain diagrams from high speed tensile test showed very low strain-rate hardening effect at investigated strain rates and next to zero strain rate sensitivity of the yield strength value. Behavior of rising total elongation at fracture with an increasing strain rates was observed. Steel Armox 500T reached higher elongation values for the whole applied strain rate range. Deformation energy density was calculated from the area under stress-strain curves and temperature rise due to adiabatic heating was estimated. Due to higher total elongation, the steel grade Armox 500T was able absorb higher deformation energy.

Key words: armor steel; tensile test; high strain rate; strain rate sensitivity

Rostoucí požadavky na vysokou houževnatost společně s vynikajícími pevnostními hodnotami ocelí, které zároveň musí splňovat technologické podmínky tvařitelnosti a svařitelnosti, si vynucují často i znalost mechanických vlastností při dynamickém namáhání. Zejména u pokročilých vysoko pevných ocelí [1], určených pro výrobu bezpečnostních dílů a konstrukcí, jakými jsou pancíře osobních automobilů nebo bojových vozidel, je znalost mechanického chování při dynamickém rázu nevyhnutelná. Dosažení požadované bezpečnosti vozidel nezá-

leží jen na tloušťce pancéřování, ale také na odolnosti materiálu proti lokalizované vysokorychlostní deformaci při explozi anebo balistickému dopadu projektilů. Znalost dynamického chování pancéřových plechů v závislosti na rychlosti deformace je jedním ze základních předpokladů optimalizovaného designu pancéřových konstrukčních dílů, vedoucí k redukci tloušťky pancíře a snížení hmotnosti pancéřovaných vozidel. Pancéřové oceli jsou často nízkolegované středně uhlíkové oceli, které jsou tepelně zpracovány tak, aby jejich

mikrostrukturu tvořil popuštěný martenzit, který poskytuje ideální kombinaci pevnosti a tažnosti. Odezva pancéřových ocelí na zatížení po krátký časový interval musí být studována k pochopení fenoménu balistických dopadů a vytváření spolehlivých předpovědí chování.

Oproti kvazistatickému zatěžování se při vysokých rychlostech deformace mikromechanismy plasticity a iniciace lomu velmi výrazně mění. Je známo, že vysokorychlostní deformace je adiabatický proces, při kterém je značná část plastické práce přeměněna na teplo, které nemá dostatek času k disipaci předtím, než skončí vlastní deformační proces. Nárůst teploty při adiabatické deformaci snižuje schopnost materiálu k plastickému toku. Proto bývá velmi důležité stanovit podíl plastické práce přeměněné na teplo [2].

Během deformace za adiabatických podmínek se vyskytují dva protichůdné pochody: deformační zpevnění a deformační změkčení, působící za nízkých, respektive vysokých rychlostí deformace. Pro vysokorychlostní plastickou deformaci kovů je v případě extrémní lokalizace deformace typický vznik adiabatických skluzových pásů (ASB) [2 – 4], které vykazují ve srovnání s okolní maticí vysokou lokalizovanou smykovou deformaci. Nárůst teploty v ASB může činit až několik stovek stupňů ve velmi úzkém pásu matrice. U plastických materiálů je rychlost deformace potřebná k jejich výskytu vyšší než u materiálů zpevněných. Jak prokázal Bassim [4], u ocelí vznikají adiabatické skluzové pásy na strukturních defektech a nehomogenitách. Adiabatické skluzové pásy jsou také iniciační místa mikrotrhlin. [3].

Vznik adiabatických skluzových pásů je ovlivněn také koeficientem deformačního zpevnění, citlivostí na rychlost deformace, aplikovanou rychlostí deformace a teplotou. Vliv těchto parametrů na dynamickou mez kluzu se většinou popisuje konstitučními modely, které předpovídají chování materiálů za vysokých rychlostí deformace a zvýšených teplot. Konstituční rovnice lze rozdělit do dvou skupin. První jsou empirické rovnice, které zahrnují vliv deformačního zpevnění, tepelného změkčení a vlivu rychlosti deformace. Asi nejčastěji používaný zástupce této skupiny je Johnson-Cookův model [5]. Druhou skupinu tvoří modely založené na mikrostruktuře a na tepelně aktivovaném pohybu dislokací. Patří sem mimo jiné modely Follansbee a Kockse, Zerilli-Armstrongův model [6], Voyiadjis a Abedův model [7]. Výhodou Johnson-Cookova modelu je relativní snadnost obdržení potřebných materiálových parametrů. Přesto se pro lepší korelaci s experimentálními výsledky dočkal širokého uplatnění zejména Zerilli-Armstrongův model. Potřeba stále přesnějšího popisu chování kovů za vysokých rychlostí deformace vede k neustálému rozvoji nových modelů. Příkladem může být modifikovaný Johnson-Cookův model, modifikovaný Khan-Huangův model nebo model vyvinutý Huhem [8].

Výzkum dynamických vlastností vysokopevných pancéřových ocelí jde ruku v ruce s jejich vývojem. V řadě

prací je testováno jejich chování při vysokorychlostní tahové zkoušce prováděné metodou Hopkinsonovy dělené tyče (SHPB), kterou lze dosáhnout deformačních rychlostí až v rozsahu $10^3 - 10^4 \text{ s}^{-1}$. Lach společně s Nahmem [9] a Koerbrem [10] studovali navíc důsledky takovýchto testů na mikrostrukturu ocelí. Oceli ArmoX 500T a jejímu dynamickému chování na SHPB zařízení za různých teplot se věnovali Iqbal a Senthil [11]. Jejich výzkum zahrnoval také chování materiálu API projektilů a následné nalezení parametrů pro Johnson-Cookův model. Kalibrace modelu byla následně validována numerickou simulací. Nilsson [12] pak provedl experimentální vyšetření a nalezení parametrů pro 4 různé konstituční modely u ocelí ArmoX 500T a 600T při různých rychlostech deformace a různých teplotách.

Tato práce se zaměřuje na chování ocelí ArmoX 500T a Secure 500, stanovení základních mechanických charakteristik a jejich dynamického chování při vyšetřovaných středních rychlostech deformace, nižších než dosahovaných při SHPB metodě.

1. Experimentální procedura

Materiálem použitým v experimentech byly plechy z pancéřových ocelí ArmoX 500T a Secure 500. Jedná se o oceli se středním obsahem uhlíku, které jsou tepelně zpracovány – kaleny a popuštěny. Jejich chemické složení dle specifikace výrobců je uvedeno v tab. 1, mechanické vlastnosti v tab. 2.

Tab. 1 Chemické složení hodnocených ocelí (hm. %) [13, 14]

Tab. 1 Chemical composition of steels (wt. %) [13, 14]

	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni
ArmoX 500T	0,32	0,4	1,2	1,0	1,8	0,7
Secure 500	0,32	0,4	1,0	1,5	0,6	3,7

Tab. 2 Mechanické vlastnosti ocelí [13, 14]

Tab. 2 Mechanical properties of selected steels [13, 14]

Ocel	$R_{p0,2}$	R_m	A	HBW
	(MPa)		(%)	
ArmoX 500T	1250	1450	8	480 – 540
Secure 500	1300	1600	9	480 – 530

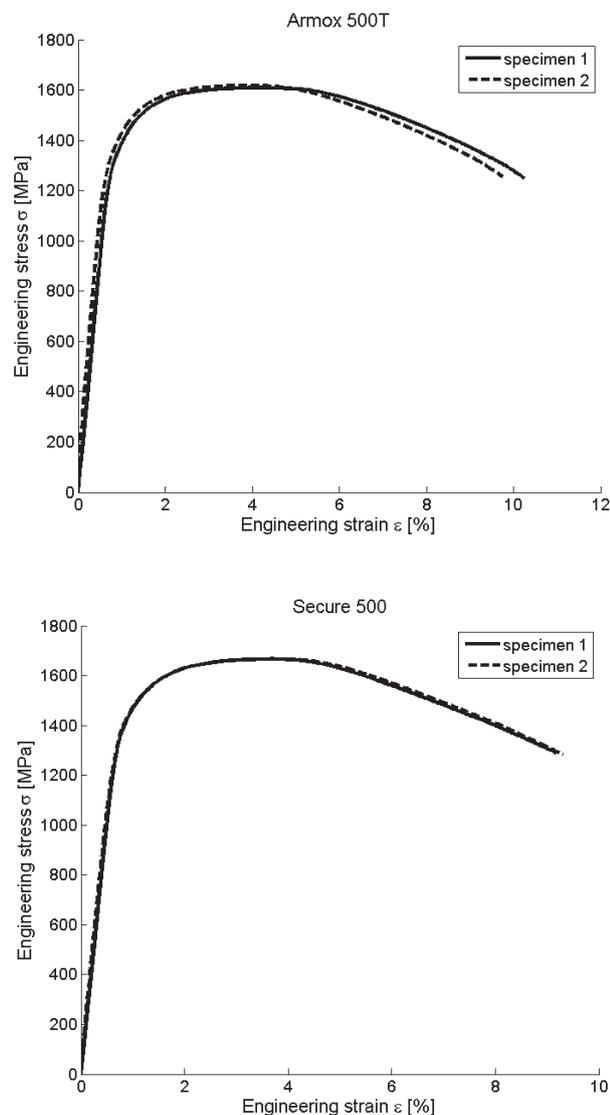
Měření tvrdosti, metalografie

Na přístroji Zwick ZHU2,5 byla měřena tvrdost $HV10$ obou ocelí sérií pěti vpichů v příčném i podélném směru vzhledem ke směru tváření. Ze stanovených hodnot tvrdosti lze empiricky určit přibližnou hodnotu meze pevnosti. Ocel ArmoX 500T byla tvrdší v podélném směru, průměr všech měření je 495,2 $HV10$. Ocel Secure 500 pak tvrdší v příčném směru a průměrná tvrdost $HV10$ je 507,8. Obě hodnoty průměrné tvrdosti jsou ve spodní části spektra tvrdosti garantované výrob-

cem (491, respektive 499 *HBW*) a na základě těchto výsledků lze očekávat vyšší pevnost oceli Secure 500. Byl také proveden metalografický výbrus a pozorována mikrostruktura obou ocelí tvořená martenzitickou popuštěnou strukturou.

Kvazistatický tahový test

Kvazistatický tahový test byl proveden při rychlosti deformace $\dot{\epsilon} = 1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ strojem Zwick Z150 za pokojové teploty. Zkouška byla pro každý materiál provedena dvakrát. Získané tahové diagramy v souřadnicích napětí – deformace pro obě oceli jsou znázorněny na obr. 1. Získané hodnoty mechanických vlastností shrnuje tab. 3. Mez kluzu byla odečtena metodou smluvní meze kluzu 0,2 % celkové deformace. Ocel Secure 500 dosáhla vyšších průměrných hodnot meze kluzu – 1427 MPa a pevnosti 1667 MPa. Ocel ArmoX 500T pak v průměru meze kluzu 1342 MPa a pevnosti 1614 MPa.



Obr. 1 Diagramy napětí – deformace zkoušky tahem
Fig. 1 Stress-strain diagrams of quasistatic tensile test

Tab. 3 Získané mechanické vlastnosti při zkoušce tahem
Tab. 3 Obtained mechanical properties

Ocel	Vzorek č.	<i>E</i>	<i>Rp</i> _{0,2}	<i>R_m</i>	<i>A</i> ₅₀
		(GPa)	(MPa)		(%)
SECURE 500	1	206	1423	1667	9,2
	2	209	1430	1667	9,3
ARMOX 500T	1	208	1309	1609	10,2
	2	211	1374	1618	9,7

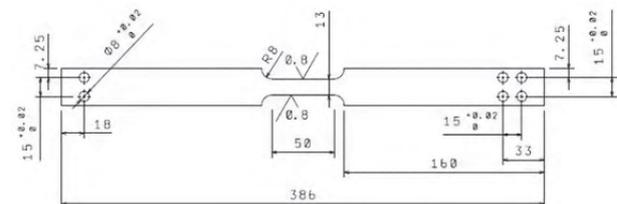
Vysokorychlostní tahový test

Vysokorychlostní tahová zkouška byly provedena na stroji INSTRON VHS 80/20. Je to servo-hydraulický přístroj, který umožňuje pohyb pístu, na kterém jsou upevněny horní čelisti, maximální rychlostí 20 m·s⁻¹. To umožňuje dosáhnout rychlosti deformace $\dot{\epsilon}$ v řádu 10² s⁻¹, a to v závislosti na použité měřené délce těles dle vztahu (1), který uvažuje homogenní deformaci tělesa [15].

$$\dot{\epsilon} = \frac{v}{l_e}, \quad (1)$$

kde *v* je posuvná rychlost pístu a *l_e* zkoušená délka.

Na obr. 2 je vykreslena technická dokumentace vzorků z ocelových plechů použitých při mechanických zkouškách materiálů. Rozměry zkušebních těles pro vysokorychlostní zkoušky nejsou normovány. Existuje řada možných tvarů zkušebních těles s různými zkoušenými délkami a přechodovými poloměry. Zkoušená délka byla zvolena 50 mm při tloušťce vzorků 4 mm.

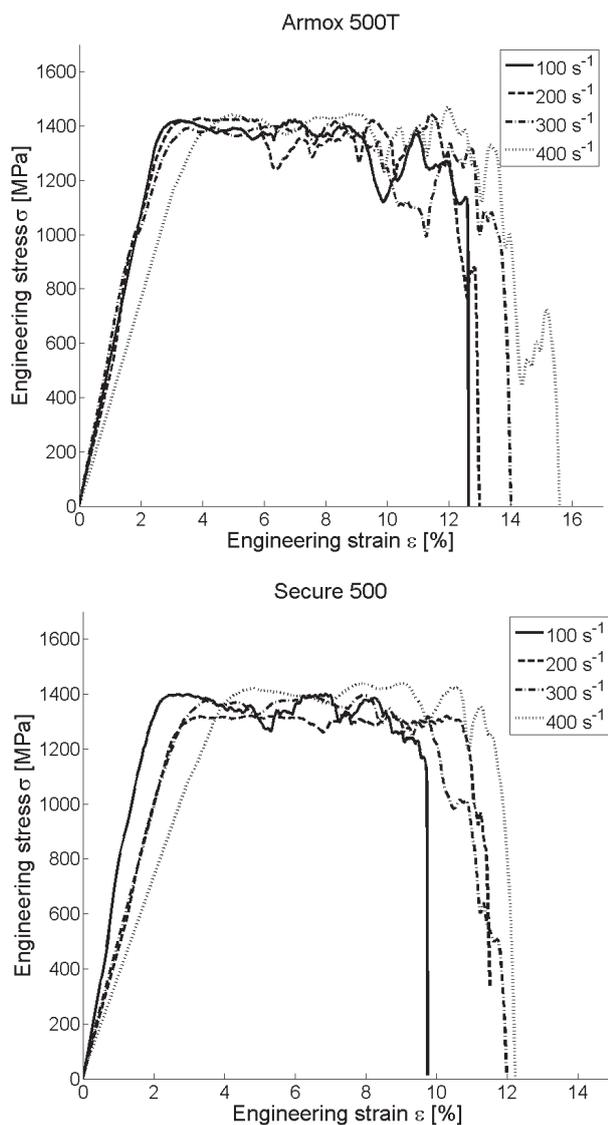


Obr. 2 Geometrie použitých vzorků
Fig. 2 Test specimen geometry

Vysokorychlostní test je vykonáván pístem, který je obsluhován hydraulicky a je upevněn na příčnicku. K dosažení požadované zkušební rychlosti pístu slouží adaptér, který umožňuje volný pohyb čelistí nad zkušebním přípravkem během akcelerace pístu. Čelisti jsou v této pozici udržovány klínem a jsou před každým testem utaženy momentovými šrouby. Po jisté dráze pohybu pístu jsou klíny vyraženy a dojde k sevření čelistí v důsledku předpětí vloženému do šroubů. V této chvíli dochází k vlastnímu působení síly na zkoušený vzorek. Data o průběhu síly jsou snímána piezoelektricky.

Při vysokorychlostním zkoušení se vyskytuje fenomén oscilací silového signálu – tzv. load cell ringing. Když dojde k uvolnění klínů a sevření čelistí, při jejich styku s přípravkem vzniká impuls, který dále putuje vzorkem a způsobuje rezonanci systému na přirozené frekvenci, která se projevuje oscilacemi hodnot síly v závislosti na čase. Navíc, aby byl materiál ve stavu napěťové rovnováhy, musí v něm tam a zpět putovat napěťové vlny [16]

a fenomén je podpořen vzájemnou superpozicí obou vlnění. Pokud není systém patřičně tlumen, impuls vložený zatížením vyvolává zmíněné oscilace, které v extrémních případech můžou způsobit takové napětí, které vyvolá přetržení vzorku na jednom konci, zatímco druhá strana podstoupí pouze malou deformaci. V případě testů pancéřových ocelí v této práci nejsou oscilace signálu významné a jsou považovány za přijatelné dle obecné metodiky vysokorychlostního testování SAE [16].

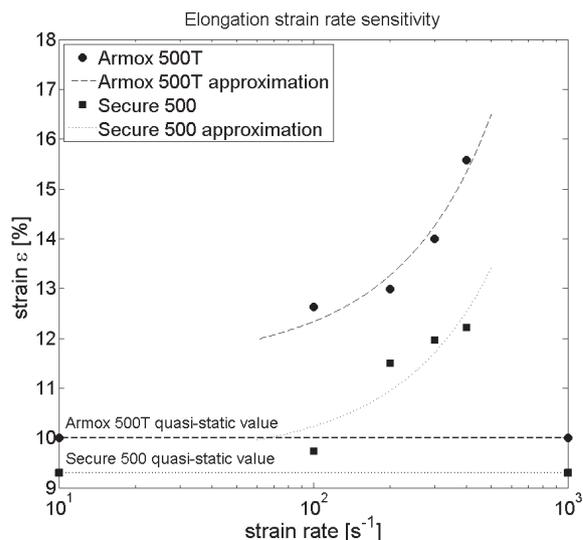


Obr. 4 Křivky napětí – deformace hodnocených ocelí při různých rychlostech deformace
Fig. 4 Stress – strain curves of evaluated steels for all investigated strain rates

Při vysokorychlostním tahovém testu byly vzorky ocelí testovány při rychlostech pohybu pístu 5, 10, 15 a 20 m·s⁻¹, což odpovídá rychlostem deformace $\dot{\epsilon} = 100, 200, 300$ a 400 s⁻¹ při použité zkoušené délce. Záměrem testu bylo vyhodnotit případné změny mechanických vlastností ocelí s nárůstem rychlosti deformace mezi sebou i vůči kvazistatickému tahovému testu. Získané deformační křivky v souřadnicích napětí – deformace znázorňuje obr. 4. Je zřejmé, že za dynamických

podmínek zatěžování se chování ocelí mění a nedochází k registrovatelnému dynamickému zpevnování. Toto je možno vysvětlit tak, že při pomalé plastické deformaci se generují v materiálu dislokace, které brání dalšímu postupu deformace. Avšak při vysoké rychlosti deformace, se v krátkém časovém úseku nevytvoří dostatečná hustota dislokací a materiál vykazuje nižší plasticitu. Navíc materiál může být ovlivňován změkčením v důsledku adiabatického ohřevu, který se u kvazistatického testu neprojevuje [17].

Hodnota meze kluzu při testovaných rychlostech deformace nevykazuje citlivost na nárůst $\dot{\epsilon}$ a její hodnoty jsou u obou ocelí srovnatelné s hodnotou získanou při kvazistatických tahových testech. Sklon lineární elastické oblasti je při vysokých rychlostech deformace často nesprávný. Hodnoty síly a posunutí jsou ovlivněny inerciálním efektem náhlé aplikace tahové síly. S rostoucí $\dot{\epsilon}$ dochází u obou ocelí k nárůstu tažnosti, ve větší míře u oceli ArmoX 500T než u oceli Secure 500. Výsledky tažnosti i vůči kvazistatickému tahovému testu jsou vyneseny v grafické závislosti na obr. 5. Zde lze pozorovat exponenciální závislost, která je vyznačena proloženou aproximací.



Obr. 5 Závislost tažnosti na rychlosti deformace
Fig. 5 Dependence of elongation on the strain rate

Hustota deformační energie

Z hlediska nárazové a balistické odolnosti pancéřových ocelí je příhodné uvažovat celkovou deformační energii spotřebovanou v průběhu testu. Deformační energie je rovna vykonané práci potřebné ke zvyšování napětí a závisí na velikosti tělesa. Aby se eliminoval tento efekt a pozornost byla věnována vlastnostem materiálu, uvádí se deformační energie vztažená na jednotku objemu. Při jednoosé napjatosti platí integrační vztah (2), kde je hustota deformační energie u funkcí napětí σ a poměrné deformace ϵ . Je tedy rovna velikosti plochy pod křivkou v diagramu napětí – deformace. Tato plocha, nazývaná těž tahová lomová houževnatost, souvisí se schopností materiálu odolat náhlému zatížení. Vypočtené hodnoty uvádí tab. 4.

$$u = \int_0^\varepsilon \sigma d\varepsilon \quad (2)$$

Tab. 4 Vypočtené hodnoty hustoty deformační energie
Tab. 4 Calculated values of strain energy density

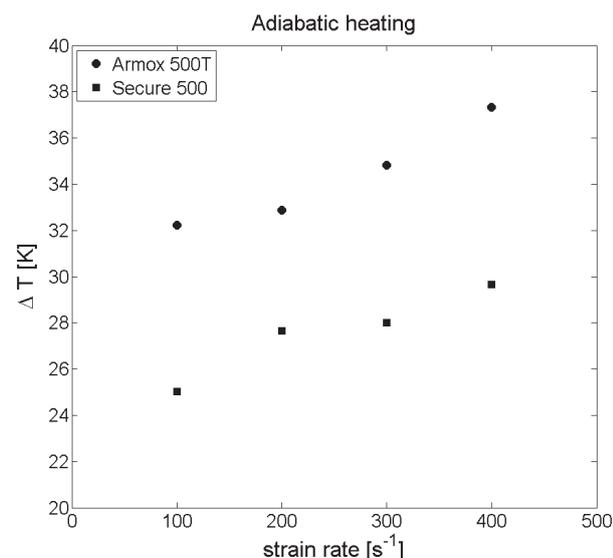
$\dot{\varepsilon}$ (s ⁻¹)	1·10 ⁻³	100	200	300	400
	(MJ·m ⁻³)				
Armox 500T	114,4	151,8	154,8	164,1	175,9
Secure 500	110,7	117,9	130,2	132,0	139,7

Adiabatický ohřev

Jak bylo uvedeno, deformace materiálu při dynamickém zatížení je adiabatický proces. V důsledku nemožnosti disipace tepla v krátkém časovém intervalu se část plastické práce podílí na ohřevu materiálu. Nárůst teploty ΔT lze vypočítat podle vztahu [2, 12, 17]:

$$\Delta T = \frac{\eta}{\rho c_p} \int \sigma d\varepsilon, \quad (3)$$

kde ρ je hustota, pro obě oceli 7850 kg·m⁻³, a c_p je specifická tepelná kapacita. Pro středně uhlíkové oceli lze uvažovat její hodnotu 465 J·kg⁻¹·K⁻¹. Parametr η je podíl plastické práce přeměněné na teplo. Protože konkrétní změna teploty nebyla měřena, není možné teplotní změnu určit přesně, pouze na základě uvedeného vztahu předpokládat. Podíl práce přeměněné na teplo není fixní hodnotou a touto problematikou se zabývalo mnoho autorů. Hodnota η se udává v rozmezí 0,9 – 0,95 pro vysoké rychlosti deformace $\dot{\varepsilon}$ a pro střední hodnoty $\dot{\varepsilon}$ v rozmezí 0,73 – 0,75. [15]. Predikované hodnoty adiabatického ohřevu pro $\eta = 0,75$ obou ocelí jsou uvedeny na obr. 6. Pokud by bylo uvažováno $\eta = 0,9$, změna teploty by byla až 45 K. K přesnému stanovení by bylo třeba využít například infračervenou techniku snímání teploty povrchu těles. Přesto lze říci, že vypočtené hodnoty nejsou natolik vysoké, aby přímo způsobovaly změkčení materiálu.

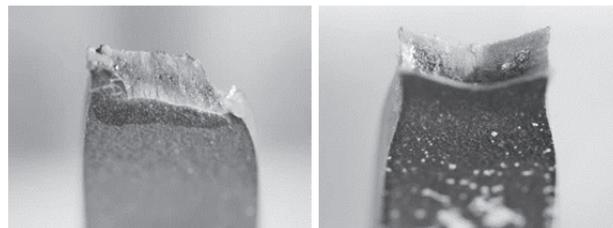


Obr. 6 Vypočtený nárůst teploty v závislosti na rychlosti deformace pro $\eta = 0.75$

Fig. 6 Calculated value of temperature rise due to strain rate for $\eta = 0.75$

Fraktografie lomových ploch

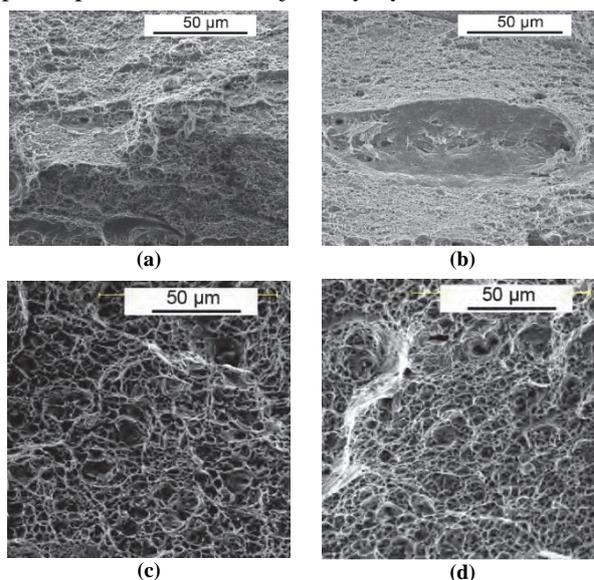
Obr. 7 ukazuje makrofotografie lomových ploch obou ocelí po aplikovaných rychlostech deformace. Je zde patrný odlišný makroskopický projev lomových ploch. U oceli Armox 500T je lomová plocha orientována ke směru působící síly pod úhlem přibližně 45° vůči směru zatížení, tudíž odpovídá rovinám s největším smykovým napětím. U oceli Secure 500 je iniciační lomová plocha kolmá na směr zatížení a lom lze popsat jako smykový středový. Obě oceli byly zatěžovány stejným způsobem ve směru podélné osy vzorků.



Obr. 7 Fotografie přetržených vzorků oceli Armox 500T (a) a Secure 500(b) při rychlosti deformace 300 s⁻¹

Fig. 7 Photography of Armox 500T (a) and Secure 500(b) after applied strain rate of 300 s⁻¹

Fraktografické pozorování lomů na obr. 8 v SEM prokázalo houževnatý charakter lomu, který tvoří charakteristické lasturovitě jamky. V případě obou ocelí dochází s rostoucí rychlostí deformace ke zmenšování velikosti jamek. To ukazuje na lokalizovaný nárůst deformace, kratší časový úsek mezi počátkem tvorby dutin a přetržením tělesa a celkově lepší plasticitu za vysoké deformace. Na dně jamek nebyly pozorovány sekundární částice nebo karbidy. Na lomové ploše oceli Secure 500 se na lomové ploše vyskytovala při deformační rychlosti 400 s⁻¹ dutina o rozměru přibližně 120 μm, s největší pravděpodobností související s výskytem vměstku.



Obr. 8 Snímky lomových ploch v SEM (a) Secure 500 – 100 s⁻¹ (b) Secure 500 – 400 s⁻¹ (c) Armox 500T – 100 s⁻¹ (d) Armox 500T – 400 s⁻¹

Fig. 8 SEM photographs of fracture surfaces (a) Secure 500 – 100 s⁻¹ (b) Secure 500 – 400 s⁻¹ (c) Armox 500T – 100 s⁻¹ (d) Armox 500T – 400 s⁻¹

2. Diskuse výsledků

Byly provedeny kvazistatické a vysokorychlostní tahové testy pancéřových ocelí ArmoX 500T a Secure 500. Získané informace z průběhu testů byly porovnány vůči sobě i vůči kvazistatickému zatěžování. Na přetržených vzorcích byla provedena fraktografická analýza v SEM.

Tahové testy v rozmezí rychlosti deformace od 100 do 400 s⁻¹ prokázaly, že dynamická mez kluzu s rostoucí rychlostí deformace v uvedeném rozmezí nevykazuje zjevný nárůst, a to ani vzhledem k testům při kvazistatickém zatěžování. V mnoha případech vysokorychlostní tahové deformace byl pozorován superexponenciální trend citlivosti meze kluzu na rychlost deformace, která je velmi nízká při malých rychlostech a narůstá až po dosažení jisté výše hodnot [18]. V případě hodnocených vysoko pevných pancéřových ocelí se může tato prahová hodnota blížit až $\dot{\epsilon} = 1000 \text{ s}^{-1}$ [12]. Při kvazistatickém zatížení dochází po překročení meze kluzu k deformačnímu zpevnování, ale při vyšších rychlostech deformace se tak neděje s tím, že by úroveň deformačního zpevnění bylo možno technicky registrovat.

Vliv rychlosti deformace byl pozorován na tažnosti obou testovaných ocelí, která se zvyšuje s rostoucí rychlostí deformace, přičemž ocel ArmoX 500T dosahuje vyšších hodnot tažnosti při všech rychlostech deformace než ocel Secure 500T. Při nejvyšší deformační rychlosti 400 s⁻¹ dosahuje tažnost oceli ArmoX 500T hodnoty 15,58 %, u oceli Secure 500 je to 12,22 %.

Fraktografie lomových ploch po vysokorychlostní deformaci u obou testovaných ocelí prokázala, že lom má houževnatý charakter s jamkovou morfologií. S rostoucí rychlostí deformace dochází ke zmenšování velikostí jamek. To ukazuje na silnou lokalizaci plastické deformace a růst její intenzity. Z makroskopického hlediska se lomy obou druhů oceli liší. Ocel Secure 500 byla porušena smykovým středovým lomem kolmým na směr zatížení. U oceli ArmoX 500T byl pozorován čistě smykový lom.

Závěr

Experimentální výsledky lze ve shodě s poznatky z literárních zdrojů shrnout do těchto závěrů:

- Dynamická mez kluzu hodnocených pancéřových ocelí nevykazuje citlivost na změny rychlosti deformace.
- Při vysokorychlostní tahové deformaci nedochází k registrovatelnému dynamickému zpevnění studovaných ocelí.
- Byl pozorován nárůst tažnosti u obou hodnocených ocelí s rostoucí rychlostí deformace.
- Dosažením vyšších hodnot tažnosti při všech rychlostech deformace je ocel ArmoX 500T schopna absorbovat více deformační energie.
- Z fraktografického rozboru je patrný houževnatý charakter lomu a lokalizace deformace s nárůstem deformační rychlosti.

Acknowledgements

The work presented in this article was supported by the project No. LO1203 "Regional Materials Science and Technology Centre - Feasibility Program" funded by the Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic.

Literatura

- [1] JI-HOON KIM, DAEYONG KIM, HEUNG NAM HAN, F. BARLAT, MYOUNG-GYU LEE. Strain Rate Dependent Tensile Behaviour of Advanced High Strength Steels: Experiment and Constitutive Modeling. *Materials Science and Engineering: A*, 559 (1. Jan.2013) 222–231.
- [2] WOEI-SHYAN LEE, CHEN-YANG LIU. The Effects of Temperature and Strain Rate on the Dynamic Flow Behaviour of Different Steels. *Materials Science and Engineering: A*, 426, Issues 1-2 (2006) June, 25, 101–113.
- [3] BASSIM, M.N., PANIC, N. High Strain Rate Effects on the Strain of Alloy Steels. *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 92-93 (1999), 481–485.
- [4] BASSIM, M.N. Study of the Formation of Adiabatic Shear Bands in Steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 119 (2001), 234–236.
- [5] JOHNSON, G.R. COOK, A. Constitutive Model and Data for Metals Subjected to Large Strains, High Strain Rates and High Temperatures. In: *7th Int. Symp. on Ballistics*, Hague, Netherlands, April 1983, pp. 541–547
- [6] ZERILLI, F.J., ARMSTRONG, R.W. 1987. Dislocation-mechanics Based Constitutive Relations for material dynamics calculation. *J. Appl. Phys.*, 61 (1987) 5, 1816–1825.
- [7] VOYADJIS, G.Z, ABED, F.H. Microstructural Based Models for BCC and FCC Metals with Temperature and Strain Rate Dependency. *Mechanics of Materials*, 37, Issues 2-3 (2005) Feb.-March, 355–378.
- [8] OON HUH, KWANGHYUN AHN, JI KO LIM, HYUNG WON KIM, LEE JU PARK: Evaluation of Dynamic Hardening Models for BCC, FCC, and HCP Metals at a Wide Range of Strain Rates. *Journal of Materials Processing Technology*, 214, Issue 7 (2014) July, 1326–1340.
- [9] NAHME, H., LACH, E. Dynamic Behavior of High Strength Armor Steels. *Journal de Physique IV Colloque* (1997) 07 (C3), pp.C3-373-C3-378.
- [10] LAECH, E., KOERBER, G., SCHARF, M., BOHMANN, A. Comparison of Nitrogen Alloyed Austenitic Steels and High Strength Armor Steels Impacted at High Velocity. *International Journal of Impact Engineering*, 23 (1999) 1, 509–517.
- [11] IQBAL, M.A., SENTHIL, K., SHARMA, P., GUPTA, N.K. An Investigation of the Constitutive Behaviour of ArmoX 500T Steel and Armor Piercing Incendiary Projectile Material. *International Journal of Impact Engineering*, 96 (2016) Oct., 146–164.
- [12] NILSSON, M. *Constitutive Model for ArmoX 500T and ArmoX 600T at Low and Medium Strain Rates*. (Technical report) Dec. 2003. ISSN 1650-1942.
- [13] ArmoX 500T Data sheet. [online]. [Cit. 27.11.2017]. Dostupné z: <https://www.ssab.com/products/brands/armox/armox-500t>
- [14] SECURE 500 Data Sheet. [online]. [Cit. 27.11.2017]. Dostupné z: <https://www.thyssenkrupp-steel.com/en/products/heavy-plate/ballistic-steel/secure/productpage-secure.html>
- [15] RAISCH, S.R., MÖGINGER, B. High Rate Tensile Tests – Measuring Equipment and Evaluation. *Polymer Testing*, 29, Issue 2 (2010) April, 265–272.
- [16] XINRAN XIAO Dynamic Tensile Testing of Plastic Materials. *Polymer Testing*, 27, Issue 2 (2008) April, 164–178.
- [17] FEI FENG, SHANGYU HUANG, ZHENGHUA MENG, JIANHUA HU, YU LEI, MENGCHENG ZHOU, DAN WU, ZHENZHEN YANG: Experimental Study on Tensile Property of AZ31B Magnesium Alloy at Different High Strain Rates and Temperatures. *Materials & Design*, 57, (2014) May, 10–20.
- [18] BOYCE, B.L., DILMORE, M.F. The Dynamic Tensile Behavior of Tough, Ultrahigh-strength Steels at Strain-rates from 0.0002 s⁻¹ to 200 s⁻¹. *International Journal of Impact Engineering*, 36, Issue 2 (2009) Feb., 263–271.

Magnetické vlastnosti sorbentů na bázi Fe₂O₃/CeO₂

Magnetic Properties of Sorbents Based on the Fe₂O₃/CeO₂

prof. Dr. RNDr. Jiří Luňáček; doc. Ing. Ondřej Životský, Ph.D.

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

Příspěvek je věnován magnetickým reaktivním sorbentům na bázi $\alpha, \gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{CeO}_2$, které úspěšně a rychle rozkládají některé nebezpečné organofosfátové sloučeniny, jako jsou parathion methyl nebo bojové látky soman a VX. Vzorky byly připraveny precipitací uhličitanu ceritého na povrch zrn magnetitu a takto vzniklý prekursor byl následně žhán 2 h ve vzduchu při kalcinačních teplotách od 300 do 900 °C. Morfologie a struktura prášků byla zkoumána metodou rentgenové difrakce, zatímco magnetické vlastnosti byly analyzovány pomocí hysteretických smyček, Henkelových grafů a funkce charakterizující distribuci spínacích polí. Získané výsledky ukazují silnou korelaci mezi teplotou žhánění, strukturou, magnetickými vlastnostmi a schopností degradace nebezpečných látek. Sorbenty žhánané při teplotě nižší než 600 °C sice obsahují různé druhy oxidů železa (magnetit, maghemit, hematit), ale jejich magnetizace je určena především magnetitem a maghemitem, které mají vysoké hodnoty objemové magnetizace v nasycení. Mezi částicemi převažují dipolární magnetické interakce vznikající při malých magnetických polích a sorbenty vykazují velmi dobrou schopnost degradace. Nárůst kalcinační teploty nad 600 °C způsobuje transformaci magnetitu a maghemitu na hematit, což bylo potvrzeno Mössbauerovou spektroskopií. To vede k nárůstu velikosti částic hematitu a oxidu ceričitého, výraznému zhoršení magnetických vlastností (nárůst koerzivního pole, pokles síly interakcí mezi částicemi) a také ke snížení degradační účinnosti sorbentů.

Klíčová slova: oxid ceričitý; oxidy železa; reaktivní sorbenty; mikrostruktura; magnetické vlastnosti; Henkelovy grafy

Recently, new magnetically separable reactive sorbents based on $\alpha, \gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ grains and active CeO₂ surface layer, which successfully decompose certain dangerous organophosphate compounds (parathion methyl, chemical warfare agents soman and VX), were discovered. The $\alpha, \gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{CeO}_2$ composite materials exhibit the different microstructural and magnetic properties caused by various calcination temperatures in the interval from 300 to 900 °C. The X-ray diffraction and Mössbauer spectroscopy were used to determine microstructural morphology and to better identify iron oxides and their transformations due to heat treatment. Magnetic properties were studied with the use of the hysteresis loops, Henkel plots, and the switching field distribution function (SFD). All samples show the negative Henkel plots implying dominance of the dipolar interactions. According to the position of Henkel minima they can be divided into two groups. The first group consists of the powders annealed at the temperature below 600 °C. We have detected the presence of complex iron-oxides (magnetite, maghemite, hematite) in these samples, but the magnetization is determined predominantly by magnetite and maghemite, both ferrimagnetic oxide phases, yielding high bulk saturation magnetization. Observed negative interactions start practically at zero magnetic field and reach their minima in weak fields of approx. 2.4 – 3.2 kA·m⁻¹. Magnetic properties of the samples in the second group reflect the increasing calcination temperature from 700 to 900 °C. The nucleation magnetic fields linearly increase from 40 to 49.52 kA·m⁻¹ and the minima of the Henkel plots move from 108.8 to 265.7 kA·m⁻¹. Changes in the magnetic behavior, when the calcination temperature exceeds 600 °C, are related apparently to the phase transition of the magnetite Fe₃O₄ and maghemite $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ to the hematite $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Rapid increase of coercive field corresponds with the growth of the crystallite sizes of the weakly ferromagnetic hematite and cerium dioxide.

Key words: cerium dioxide; iron oxides; reactive sorbents; microstructure; magnetic properties; Henkel plots

Již mnoho let je věnována velká pozornost nanostrukturovaným materiálům z pohledu jejich vědeckého a praktického významu. Tyto materiály vykazují zajímavé a mnohdy neočekávané vlastnosti, a odkrývají tudíž nové možnosti využití v mnoha oblastech vědy a technologií, jako např. ve fyzice, chemii, biologii, elektronice, výpočetní technice atd. [1]. Mnoho z těchto nanomateriálů má také specifické magnetické vlastnosti.

V posledních letech jsou stále více zkoumány magnetické a superparamagnetické nanomateriály na bázi oxidů železa, jako je magnetit Fe₃O₄, maghemit $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ či hematit $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, a to vzhledem k jejich aplikacím v různých technologických odvětvích. Jejich částečná modifikace a dopování vede ke vzniku nových materiálů s využitím např. při dávkování léčiv, manipulaci s biologickými objekty, odstraňování

průmyslových polutantů z vody a půdy nebo v plynových senzorech [2, 3].

Tento článek je věnován studiu magnetických vlastností nového druhu magneticky oddělitelného kompozitního materiálu tvořeného zrnem oxidů železa, z větší části maghemitu, a nanokrystalickou povrchovou vrstvou oxidu ceričitého ($\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CeO}_2$) při pokojové teplotě. Materiál byl úspěšně testován jako tzv. reaktivní sorbent sloužící k rozkladu některých nebezpečných organofosfátových pesticidů (parathion methyl) a chemických bojových plynů (soman a VX) [4]. Studie ukazuje změny v magnetickém chování sorbentů v závislosti na žhacím procesu, neboť schopnost a účinnost degradačního procesu úzce souvisí s kalcinačními (žhacími) teplotami, při nichž byly vzorky připraveny [4]. Podrobná mikrostrukturní analýza těchto sorbentů s pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM a HRTEM), rentgenové difrakce (XRD) a Mössbauerovy spektroskopie byla provedena v práci [5].

Materiál a metody

Magnetické reaktivní sorbenty ($\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CeO}_2$) byly připraveny kalcinací v muflové peci při kalcinačních teplotách T_{calc} od 300 do 900 °C. Aktivní vrstva CeO_2 byla vytvořena precipitací uhlíkatu ceritého na povrch zrn magnetitu Fe_3O_4 . Takto vzniklý prekurzor byl následně kalcinován po dobu dvou hodin na vzduchu při výše zmíněných teplotách. Tímto postupem došlo k rozkladu a oxidaci prekurzoru na oxid ceričitý CeO_2 , zatímco magnetit byl z větší části transformován na maghemit $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ a hematit $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Velikosti krystalitů d jednotlivých fází byly stanoveny pomocí Scherrerovy rovnice z XRD měření a jsou uvedeny v tab. 1.

Magnetické vlastnosti sorbentů byly zkoumány pomocí vibračního magnetometru (VSM) EV9 firmy MicroSense. Magnetizační křivky na pokojové teplotě byly měřeny při maximálním magnetickém poli $\pm 1600 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ s krokem $1600 \text{ A}\cdot\text{m}^{-1}$. Zkoumané magnetické parametry (magnetizace v nasycení a remanenci, koercitivní pole) byly stanoveny z hysterezních smyček s přesností $\pm 1 \%$.

Mezičásticové magnetické interakce byly analyzovány pomocí Henkelova grafu $\delta M(H)$, který je určen tvarem dvou křivek: izotermální remanenční křivky – $IRM(H)$ a stejnosměrné (DC) demagnetizační křivky – $DCD(H)$ [6]. Závislost Henkelova grafu na přiloženém magnetickém poli je dána vztahem

$$\delta M(H) = 2 \frac{IRM(H)}{IRM(\infty)} - \frac{DCD(H)}{DCD(\infty)} - 1, \quad (1)$$

kde $IRM(\infty) \approx DCD(\infty)$ jsou hodnoty IRM a DCD křivek v nasycení. Znaménko hodnot v Henkelově grafu

stanovuje druh mezičásticových interakcí. Při kladných hodnotách ($\delta M(H) > 0$) se předpokládá převaha výměnných interakcí, zatímco záporné hodnoty ($\delta M(H) < 0$) naznačují existenci magnetostatických dipolárních interakcí.

Nukleační chování systému obsahujícího interagující částice může být získáno analýzou rozložení spínacích polí (switching field distribution – SFD) popisující ireverzibilní susceptibilitu κ_{irr}

$$\kappa_{irr}(H) = \frac{d(M_{irr}(H))}{d(H)}, \quad (2)$$

kde

$$M_{irr}(H) = [IRM(\infty) - DCD(H)] / 2IRM(\infty). \quad (3)$$

Maxima $\kappa_{irr}(H)$ křivky odpovídají nukleačnímu poli H_n . Nukleační procesy jsou definovány jako lokalizované nebo delokalizované nestability metastabilního minima energie. Reverzní magnetické pole, při kterém nukleace vzniká, je známé jako nukleační pole H_n [7]. Například jednoduché maximum v $\kappa_{irr}(H)$ křivce vzniklé při nukleačním poli H_n naznačuje jednofázový proces reverzace magnetizace [8].

Výsledky a diskuse

Z tab. 1 a obr. 1 až 3 je zřejmé, že kalcinační (žhací) teplota T_{calc} významně ovlivňuje zkoumané magnetické a mikrostrukturní vlastnosti sorbentů. Podle získaných výsledků můžeme měřené vzorky rozdělit do dvou skupin.

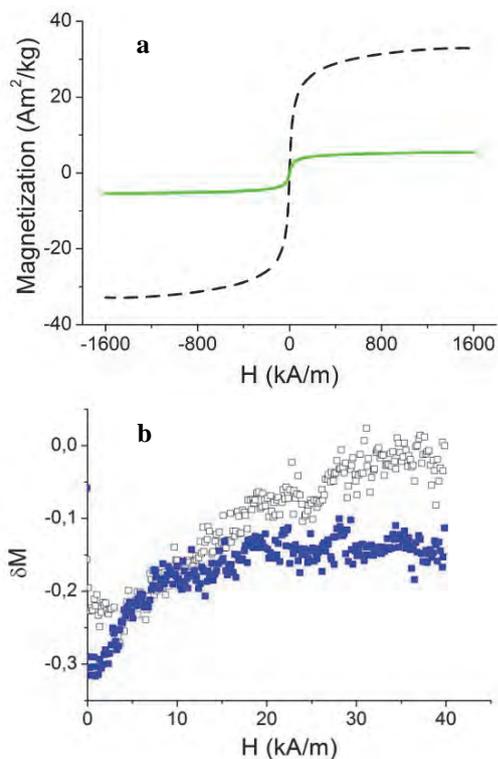
První skupinu tvoří vzorky, které byly kalcinovány při teplotách nižších než 600 °C. Obr. 1 ukazuje hysterezní smyčku a Henkelův graf vzorku kalcinovaného při $T_{calc} = 300$ °C. Je vidět, že vzorek vykazuje následující parametry: (i) nízké koercitivní pole H_c , nízkou remanentní magnetizaci M_r a nejvyšší nasycenou magnetizaci, (ii) negativní mezičásticové interakce s minimem při magnetickém poli $3,3 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$; (iii) velikost krystalitů CeO_2 a maghemitu cca 1,8 nm, resp. 9,9 nm. Pozorované parametry zbývajících dvou vzorků ($T_{calc} = 400$ a 500 °C) jsou podobné, nicméně z tab. 1 je vidět, že hodnoty H_c , M_r , d (CeO_2) slabě rostou a naopak hodnoty magnetického pole a minima v Henkelově grafu slabě klesají s rostoucí teplotou T_{calc} . Velikost maghemitových krystalitů jen nepatrně vzrůstá. Negativní hodnoty $\delta M(H) < 0$ indikují přítomnost magnetostatických dipolárních interakcí, které se začínají projevovat již prakticky při nulovém magnetickém poli. Křivky jsou zřetelně ovlivněny šumem, což se projevuje nevýraznými minimy při nízkých polích, ačkoliv krok měření byl pouze $0,16 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ (obr. 1b). Navíc získané SFD funkce nevykazují žádné extrémy, což znamená, že nukleační pole H_n je blízko nuly.

Tab. 1 Vybrané mikrostrukturní a magnetické vlastnosti $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CeO}_2$ sorbentů v závislosti na kalcinační teplotě T_{calc} . H_c – koerzivní pole; M_s – magnetizace v nasycení; M_r – zbytková magnetizace; Henkel min. – magnetické pole minima Henkelova grafu; H_n – nukleační pole; d – velikost krystalitu

Tab. 1 Selected microstructural and magnetic properties of $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CeO}_2$ sorbents in dependence on the calcination temperature T_{calc} . H_c – coercive field; M_s – saturation magnetization; M_r – remanent magnetization; Henkel min. – magnetic field of the peak of Henkel plot; H_n – nucleation field; d – size of crystallites

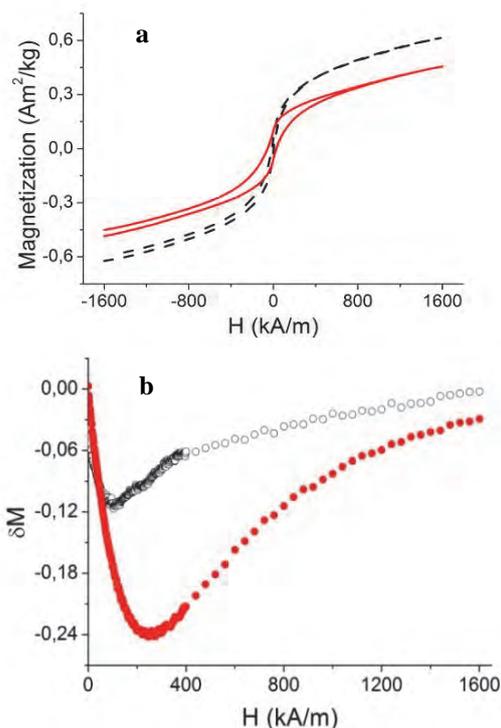
		T_{calc} (°C)					
		300	500	600	700	800	900
H_c	($\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$)	0,64	0,92	0,53	8,93	41,38	72,98
M_s	(Am ² ·kg ⁻¹)	32,92	32,08	5,43	0,61	0,47	0,47
M_r		0,53	0,80	0,09	0,06	0,10	0,12
Henkel min.	(kA·m ⁻¹)	~ 3,3	~ 2,7	~ 0,9	108,8	252,9	265,7
H_n		--	--	--	40,0	44,7	49,5
d CeO ₂	(nm)	1,8	2,8	5,1	10,9	24,3	51,9
d γ -Fe ₂ O ₃		9,9	9,9	9,9	--	--	--
d α -Fe ₂ O ₃		--	--	69,8	78,5	119,8	195,5

Vzorky kalcinované při teplotách nad 600 °C jsou ve druhé skupině. Strukturální transformace z maghemitu na hematit byla již ukončena. Velikost krystalitů hematitu, podobně jako CeO₂, významně roste s rostoucí kalcinační teplotou (tab. 1) a přispívá k magnetickému zpevnění sorbentů žíhaných nad teplotou 600 °C.



Obr. 1 Hysterezní smyčky (a) a Henkelovy grafy (b) vzorků žíhaných při teplotách $T_{\text{calc}} = 300$ °C (čárkovaná čára, prázdné čtverce) a $T_{\text{calc}} = 600$ °C (plná čára, plné čtverce)

Fig. 1 Hysteresis loops (a) and Henkel plots (b) of the samples annealed at temperatures $T_{\text{calc}} = 300$ °C (dashed line, open squares) and $T_{\text{calc}} = 600$ °C (solid line, full squares)



Obr. 2 Hysterezní smyčky (a) a Henkelovy grafy (b) vzorků žíhaných při teplotách $T_{\text{calc}} = 700$ °C (čárkovaná čára, prázdné kruhy) a $T_{\text{calc}} = 800$ °C (plná čára, plné kruhy)

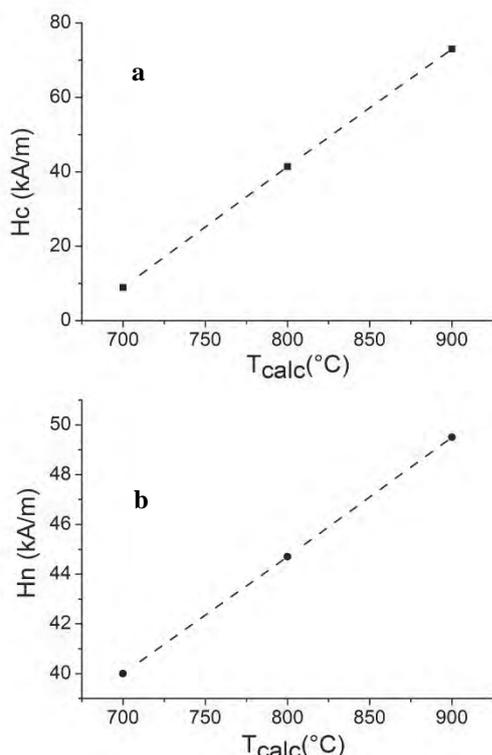
Fig. 2 Hysteresis loops (a) and Henkel plots (b) of the samples annealed at temperatures $T_{\text{calc}} = 700$ °C (dashed line, open circles) and $T_{\text{calc}} = 800$ °C (solid line, full circles)

Důsledkem toho je, že hysterezní smyčky nejsou zcela nasycené při magnetickém poli $\pm 1600 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$, jak je zřejmé z obr. 2a pro vzorky kalcinované při $T_{\text{calc}} = 700$ a 800 °C. Hodnoty M_s v tab. 1 reprezentují magnetizaci při magnetickém poli $\pm 1600 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$. Asymetrie obou smyček při záporných magnetických polích jsou způsobeny fluktuacemi magnetizace během zpoždění mezi měřeními. Nejdříve aplikujeme záporné vnější magnetické pole, které se pomalu překlápí do kladných hodnot a asi po 1 hodině se vrací zpět do záporných hodnot. Uvedené časové zpoždění a malé hodnoty magnetizace ($< 1 \text{ Am}^2\cdot\text{kg}^{-1}$) u vzorků žíhaných nad teplotou 600 °C jsou odpovědné za posuny měřeného efektu. Podobně Henkelův graf i SFD funkce dobře korelují s transformací maghemitu v hematit.

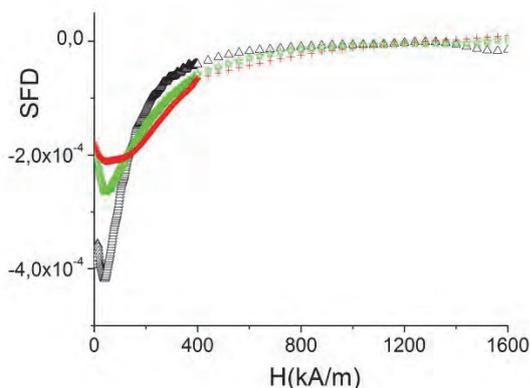
Henkelovy grafy (obr. 2b) vykazují zřetelná minima (měřicí krok v okolí minim byl $1,6 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$), jejichž pozice se posouvá směrem k vyšším magnetickým polím a vyšším intenzitám s rostoucí T_{calc} . Intenzita interakcí začíná klesat po dosažení vrcholu a pomalu mizí při vysokých polích. Hodnoty nasycené magnetizace jsou přibližně o dva řády nižší ve srovnání se vzorky z první skupiny a koerzivní pole H_c lineárně roste s rostoucí T_{calc} (obr. 3a). SFD funkce analyzované pomocí rov. (2) a (3) vykazují jednoduché maximum, přičemž šířka píku roste s postupným zvyšováním kalcinační teploty (obr. 4). Analogicky jako H_c , nukleační pole H_n vykazuje lineární závislost na T_{calc} , jak je vidět na obr. 3b. Toto chování jasně ukazuje na

korelaci mezi mikrostrukturou sorbentů a jejich magnetickými vlastnostmi.

Vzorek žíhaný přímo při $T_{calc} = 600\text{ °C}$ vykazuje unikátní „smíšené“ vlastnosti (obr. 1). Nízké hodnoty H_c a tvar Henkelova grafu, prakticky nulové hodnoty H_n a existence krystalitů maghemitu jej řadí spíše do první skupiny, zatímco výrazný pokles M_s a M_r , růst d (CeO_2) a existence krystalitů hematitu tento vzorek řadí spíše do druhé skupiny sorbentů.



Obr. 3 Lineární závislost koerzivního pole H_c (a) a nukleačního pole H_n (b) na kalcinační teplotě v rozmezí 700 – 900 °C
Fig. 3 Linear dependence of the coercive field H_c (a) and the nucleation field H_n (b) on the calcination temperature in the range 700 – 900 °C



Obr. 4 SFD funkce vzorků žíhaných při teplotách $T_{calc} = 700\text{ °C}$ (červená), $T_{calc} = 800\text{ °C}$ (zelená) a $T_{calc} = 900\text{ °C}$ (černá)
Fig. 4 SFD functions of the samples annealed at temperatures $T_{calc} = 700\text{ °C}$ (red), $T_{calc} = 800\text{ °C}$ (green) and $T_{calc} = 900\text{ °C}$ (black)

Tyto závěry dobře korespondují s mikrostrukturální analýzou v pracích [4, 5]. Z praktického hlediska je

důležité, že vysokou degradační účinnost vykazují sorbenty z první skupiny, kde se vyskytuje maghemit. Z hlediska aplikovaného magnetizmu tato práce může přispět k lepšímu pochopení komplikovaného transformačního procesu z γ na $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ a jeho vlivu na změny magnetických a mikrostrukturálních vlastností během transformačního procesu, i když je zřejmé, že k lepšímu pochopení je třeba provádět mikrostrukturální a magnetická měření i při velmi nízkých teplotách [5].

Závěr

V této práci byly analyzovány magnetické vlastnosti nových nanokompozitních sorbentů na bázi $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CeO}_2$. Byla detailně studována závislost magnetických parametrů hysterezní smyčky, Henkelových grafů, SFD funkcí i velikosti krystalitů na kalcinační teplotě T_{calc} . Vzorky byly rozděleny do dvou skupin podle magnetických vlastností: první skupinu tvoří vzorky žíhané při teplotách pod 600 °C, druhou pak vzorky žíhané při teplotách nad 600 °C. Toto rozdělení je spojené s transformací maghemitu ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) na hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) okolo teploty $T_{calc} = 600\text{ °C}$. Vzorek žíhaný přímo při této teplotě vykazuje smíšené vlastnosti obou skupin. Experimentální výsledky byly navíc podpořeny mikrostrukturálními analýzami.

Poděkování

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

Literatura

- [1] SKOMSKI, R. Nanomagnetism. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 15 (2003) R841.
- [2] YU, S.F., WU, G.L., GU, X., WANG, J.J., WANG, Y.N., GAO, H., MA, J.B. Magnetic and pH-sensitive Nanoparticles for Antitumor Drug Delivery. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 103 (2013) 15.
- [3] ASUHA, S., GAO, Y.W., DELIGEER, W., YU, M., SUYALA, B., ZHAO, S. Adsorptive Removal of Methyl Orange Using Mesoporous Maghemite. *Journal of Porous Materials*, 18 (2011) 581.
- [4] JANOŠ, P., KURÁŇ, P., PILAŘOVÁ, V., TRÖGL, J., ŠTĀSTNÝ, M., PELANT, O., HENYCH, J., BAKARDJIEVA, S., ŽIVOTSKÝ, O., KORMUNDA, M., MAZANEC, K., SKOUMAL, M. Magnetically Separable Reactive Sorbent Based on the $\text{CeO}_2/\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ Composite and its Utilization for Rapid Degradation of the Organophosphate Pesticide Parathion Methyl and Certain Nerve Agents. *Chemical Engineering Journal*, 262 (2015) 747.
- [5] LUŇÁČEK, J., ŽIVOTSKÝ, O., JIRÁSKOVÁ, Y., BURŠÍK, J., JANOŠ, P. Thermally Stimulated Iron Oxide Transformations and Magnetic Behaviour of Cerium Dioxide/iron Oxide Reactive Sorbents. *Materials Characterization*, 120 (2016) 295.
- [6] HENKEL, O. Remanenzverhalten und Wechselwirkungen in hartmagnetischen Teilchenkollektiven. *Physica Status Solidi*, 7 (1964) 919.
- [7] SKOMSKI, R., LIU, J.P., SELLMYER, D.J. Quasicoherent Nucleation Mode in Two-phase Nanomagnets. *Physical Review*, 60 (1999) 7359.
- [8] LYUBINA, J. *Nanocrystalline Fe-Pt Alloys: Phase Transformations, Structure and Magnetism*. (Dissertation Thesis) Technische Universität Dresden, 2006, 131 p.

Dependence of the Abrasive Water Jet Cutting Quality on Steel Properties

Závislost kvality řezání abrazivním vodním paprskem na vlastnostech oceli

Ing. Vladan Geryk; prof. Ing. Libor Hlaváč, Ph.D.

VŠB – Technical University of Ostrava, Laboratory of Integrity of Materials Assembly and Design, Regional Materials Science and Technology Center, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Czech Republic

The article is aimed at machining of steels by abrasive water jets. The relations between the water jet parameters, material properties, and qualitative indicators are still being investigated by research teams dealing with water jets. This article tries to add few findings reflecting the linkage between strength and hardness of steels and the declination angle values measured at striations on the walls of the kerfs. As observed, the higher percentage of alloying chemical elements can substantially influence resistivity of material to an abrasive water jet. The low alloyed steels, however, evince the linear relation between strength and/or hardness and the declination angle of striations.

Key words: Abrasive water jet (AWJ); Cutting; Steel; Strength; Hardness; Declination angle

Článek je zaměřen na obrábění ocelí abrazivním vodním paprskem. Výzkum souvislostí mezi parametry vodního paprsku, vlastnostmi materiálu a kvalitativními indikátory je stále v centru pozornosti výzkumných týmů věnujících se vodním paprskům. Tento příspěvek doplňuje několik poznatků týkajících se vazby mezi pevností a tvrdostí ocelí a hodnotami deklinačního úhlu měřenými pro striace na stěnách drážek. Vlastnosti ocelí, zejména pevnost a tvrdost, jsou dobrými indikátory kvality řezání abrazivním vodním paprskem, pokud množství legujících přísad nepřekračuje několik procent. Jak bylo pozorováno, vyšší obsah legujících přísad může podstatně ovlivnit odpor materiálu proti abrazivnímu vodnímu paprsku. Závislost mezi pevností a/nebo tvrdostí materiálu a deklinačním úhlem stanoveným na striacích stěn řezné drážky se u vysokolegovaných ocelí může proti závislosti zjištěné u nízkolegovaných ocelí posouvat do vyšších či nižších hodnot. Nízkolegované oceli však vykazují téměř lineární závislost mezi pevností a/nebo tvrdostí a deklinačním úhlem striací. U vysokolegovaných ocelí nemusí mít závislost lineární průběh, zejména pokud bude materiál podroben dalšímu tepelnému zpracování – kalení, popouštění apod.

Klíčová slova: abrazivní vodní paprsek (AWJ); řezání; ocel; pevnost; tvrdost; deklinační úhel

Abrasive water jets (AWJ) are used for machining of a broad range of materials when the suitable parameters are set for respective processes. Almost all machining processes using the rigid tools in past were tested using the AWJ: turning [1, 2], milling [3], grinding [4] and polishing [5]. The most frequent application remains, however, the cutting of shapes from plate-type materials, mainly metals, rocks, glass and plastics. This method can achieve very good standards of quality by selecting lower traverse speeds. The process could be more economical with higher traverse speeds. However, it is necessary to know the amount of product distortion to keep it in acceptable tolerances. Modern machines have compensation techniques applied automatically without the input of operators. This investigation is aimed at searching for relations between properties of materials, namely steels, and some qualitative indicators, e.g. declination angle.

The quality of cutting, with a particular focus on the role of material parameters and AWJ parameters, has been studied by Hashish [6], Zeng and Kim [7], Kovacevic and Yong [8, 9], Paul et al. [10, 11], and by many others [12–15]. A specific approach to the explanation of several phenomena occurring during

AWJ material cutting was presented by Hlaváč [16]. His model, based on the laws of conservation of energy and momentum together with the geometric analysis [17] of phenomena caused by AWJ on economical cut walls, can be used for quality determination. The curve of the jet trajectory passing through material has been described also by other authors [13–15]. Their conclusions can be combined with other findings, like those presented in [17]. The most often studied characteristics left by the AWJ process on the material surface are the so-called striations (see e.g. [12, 13, 17]). Surface roughness can be also used as an important phenomenon [18–20], but it is not so significant. Therefore, the declination angle and studies examining its dependence on the cutting head traverse speed are used for studies of the relation between the AWJ parameters and material properties [17, 21]. The two most important material properties, strength, and hardness, were used for this study. Relations with toughness were tested, but they did not bring clear results.

The aim of this investigation is studying the dependence between the declination angle produced by AWJ on the cut walls and steel hardness or steel strength. The used

methods and processes were presented in past namely in [17, 21, 22]. The testing cuts were performed on steel samples with identical thickness, 10 mm, on the CNC device with identical AWJ parameters. The results of the presented comparison can be used for further improvement of all steel machining devices applying AWJ.

Experimental layout

The experiments were performed in the Laboratories of Liquid Jet at the VŠB – Technical University of Ostrava. The AWJ parameters selected to match typical ones used in practice are summarized in Tab. 1.

Tab. 1 Values of pre-set parameters of cutting

Tab. 1 Hodnoty přednastavených parametrů řezání

Variable	Value	Unit
Pressure in pump	380	MPa
Water jet diameter	0.254	mm
Focusing tube diameter	1.02	mm
Focusing tube length	76	mm
Abrasive mass flow rate	250	g·min ⁻¹
Mean abrasive grain size ^{*)}	0.25	mm
Abrasive type ^{**)}	AG	AG
Traverse speed 1	50	mm·min ⁻¹
Traverse speed 2	100	mm·min ⁻¹
Stand-off distance	2	mm

^{*)} Measurements of AG garnet 80 mesh was performed in the certified Laboratory of Powder Materials at the VŠB – Technical University of Ostrava on the machine Mastersizer 2000 and it was confirmed on the Fritsch Analysette 22 MicroTec plus.

^{**)} Abrasive type is almandine Australian garnet (AG)

The rectangular samples 60 × 10 mm were cut in a way, that the first two lines of rectangle perimeter were cut with the traverse speed of 50 mm·min⁻¹, the next two ones with the traverse speed of 100 mm·min⁻¹. Then the photos of the longer side walls were taken and studied. The walls prepared with traverse speed of 50 mm·min⁻¹ were usually very smooth (Fig. 1), hence the striations were not marked sufficiently on the photos. Therefore, the sides, prepared with traverse speed of 100 mm·min⁻¹, were investigated and used for this study (see the example of the cut wall presented in Fig. 2).

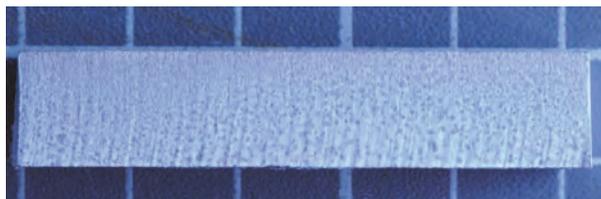


Fig. 1 An example of smooth wall of the kerf prepared with traverse speed of 50 mm·min⁻¹

Obr. 1 Příklad hladké stěny drážky připravené postupovou rychlostí 50 mm·min⁻¹

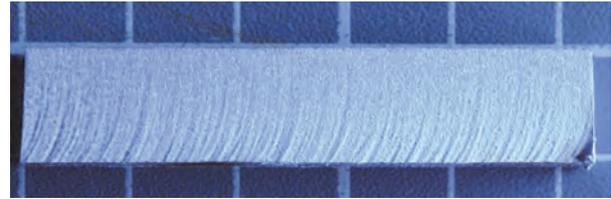


Fig. 2 An example of the kerf wall produced by traverse speed of 100 mm·min⁻¹ – striations are evident

Obr. 2 Příklad stěny drážky vytvořené postupovou rychlostí 100 mm·min⁻¹ – striace evidentní

Ten significant striations on each cut wall were identified and their declination angles were measured according to the procedure described in [17]. The average values calculated from the 10 individual values measured on each material were used for comparison with respective material properties – strength and hardness. The values of strength, hardness, and average declination angle are summarized in Tab. 2.

Tab. 2 Parameters of investigated steels and mean declination angles measured on cut walls of the AWJ kerfs for traverse speed of 100 mm·min⁻¹

Tab. 2 Parametry zkoumaných ocelí a průměrný deklinační úhel měřený na řezných stěnách AWJ drážek pro postupovou rychlost 100 mm·min⁻¹

Steel grade	σ_m	<i>HV10</i>	ϑ
	(MPa)		(deg)
St 52-3	445	125	10.1
C45	621	170	16.7
16MnCr5	880	252	11.6
42CrMo4	658	191	16.1
X6CrNiTi18 9	515	166	14.0
X210CrW12	656	245	20.4
34CrMo4 – 850 – 620 ^{*)}	1060	330	12.5
34CrMo4 – 850 – 580 ^{*)}	1190	363	13.6
34CrMo4 – 850 – 510 ^{*)}	1340	391	14.6
34CrMo4 – 850 – 400 ^{*)}	1560	459	15.5
34CrMo4 – 850 – 250 ^{*)}	1865	521	16.9
34CrMo4 – 850 – 20 ^{*)}	2230	589	18.6

^{*)} Steel 34CrMo4 was austenitized at the temperature of 850 °C, then quenched in polymer and immediately tempered at six temperatures from 20 to 620 °C.

Discussion

Mutual relations between strength, hardness, and declination angle (presented in Tab. 2) are demonstrated by graphs drawn in Fig. 3 and 4. Both graphs clearly demonstrate that higher amount of alloying chemical elements, such as Mn, Cr, Ti, W, shifts the resistivity of steel to AWJ machining to higher values, i.e. the values of declination angle are higher. The higher values of declination angle cause greater distortion of the products prepared with the identical AWJ parameters used for common steels (or steels of certain composition and well-studied behaviour regarding their heat treatment).

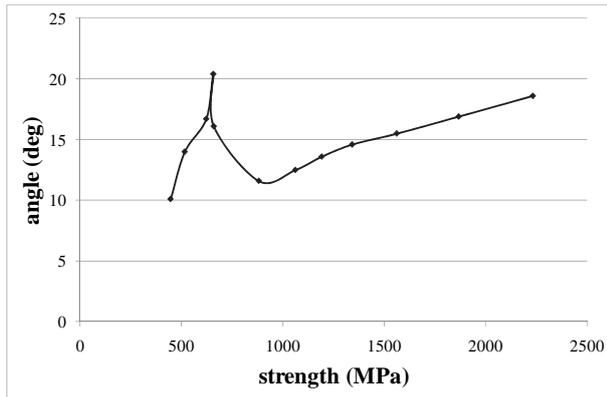


Fig. 3 Relation between material strength and declination angle for all studied steels

Obr. 3 Vztah mezi pevností materiálu a deklinačním úhlem pro všechny studované oceli

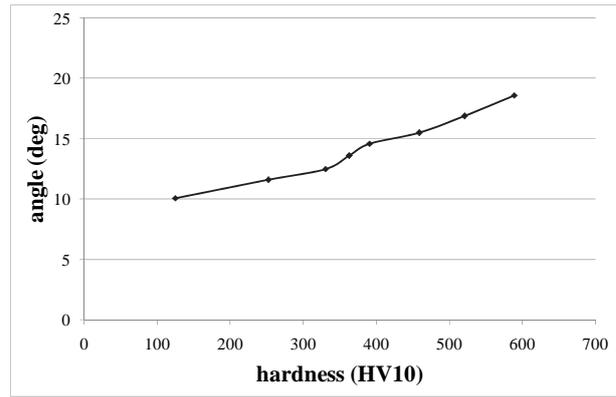


Fig. 6 Relation between material hardness and declination angle for low alloyed steels

Obr. 6 Vztah mezi tvrdostí materiálu a deklinačním úhlem pro nízkolegované oceli

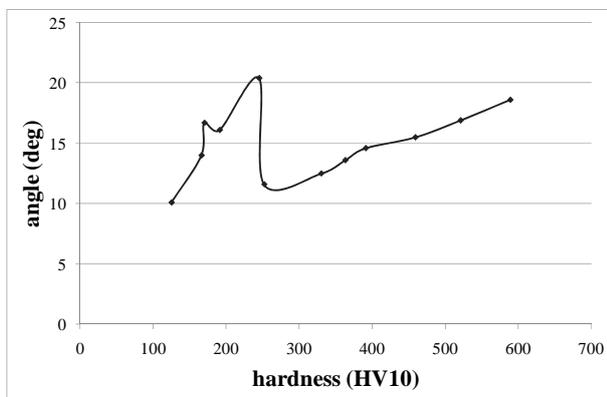


Fig. 4 Relation between material hardness and declination angle for all studied steels

Fig. 4 Vztah mezi tvrdostí materiálu a deklinačním úhlem pro všechny studované oceli

When the extremely alloyed steels are removed from the studied dependences, the shape of the relationship tends to a linear relationship between material properties – strength or hardness – and respective quality evaluating the quantity, i.e. the declination angle produced on kerf walls during AWJ cutting. The situation is demonstrated in Fig. 5 and 6, presenting the results from Tab. 2 without extremely alloyed steels.

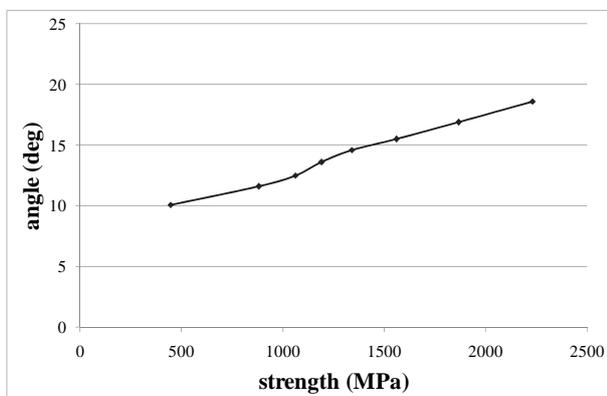


Fig. 5 Relation between material strength and declination angle for low alloyed steels

Obr. 5 Vztah mezi pevností materiálu a deklinačním úhlem pro nízkolegované oceli

Finally, it can be stated that declination angle measured at striations on the cut walls of the kerfs produced by AWJ is a sensitive quantity that makes it possible to judge machining quality for the set parameters of AWJ. The steel properties, namely strength, and hardness are good indicators of cutting quality provided that amount of alloying ingredients is not exceeding several per cents (up to 5 per cent for the total amount of them). The high amount of alloying components (typically more than 10 per cent), namely Mn, Cr, Ti, and W, can shift the trend of the relationship between strength and/or hardness and declination angle to either lower or higher values regarding the low alloyed steels. The relationship between strength and/or hardness and declination angle is almost linear for a large range of material characteristics. Some deviations from the linear trend can be caused not only by measurement uncertainties but also by small differences in steel alloying elements percentage influencing the amount and size of carbides produced during thermal treatment of steels [23].

Conclusions

The steel properties, namely strength, and hardness are good indicators of AWJ cutting quality if the amount of alloying ingredients is not exceeding several per cent (below 5%). The high amount (over 10%) of alloying components, namely Mn, Cr, Ti, and W, can shift the trend of the relationship between strength and/or hardness and declination angle to either lower or higher values regarding the low alloyed steels. The relationship between strength and/or hardness and the declination angle is almost linear for a large range of material characteristics for low alloyed steels. Deviations from this trend can be caused by measurement uncertainties and variation in the percentage of the steel alloying elements.

Acknowledgements

The work presented in this article was supported by the project No. LO1203 "Regional Materials Science and Technology Centre - Sustainability Program" funded by the Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic.

References

- [1] HLAVÁČ, L. M., PALIČKA, P. Testing of parameters for turning by abrasive water jet. In *Longman P (ed.) Water Jetting*, BHR Group, 2009, United Kingdom, pp. 123–128.
- [2] CARACH, J., HLOCH, S., HLAVÁČEK, P., ŠČUKA, J., MARTINEC, P., PETRŮ, J., ZLÁMAL, T., ZELENÁK, M., MONKA, P., LEHOČKÁ, D., KROLČZYK, J. Tangential turning of Incoloy alloy 925 using abrasive water jet technology. *Int J Adv Manuf Tech*, 82 (2016) 1747–1752.
- [3] CÉNA, Ç. F., ZITOUNE, R., COLLOMBET, F., DELERIS, M. Abrasive water-jet milling of aeronautic aluminum 2024-T3. In *Inst Mech Eng Pt L-J Mater-Design Appl*, 229 (2015) 1, 29–37.
- [4] LIANG Z., W., XIE, B. H., LIAO, S. P., ZHOU, J. H. Concentration degree prediction of AWJ grinding effectiveness based on turbulence characteristics and the improved ANFIS. *Int J Adv Manuf Tech*, 80 (2015) 887–905.
- [5] LOC, P. H., SHIOU, F. J. Abrasive water jet polishing on Zr-based bulk metallic glass. *Advanced Materials Research*, 579 (2012) 211–218.
- [6] HASHISH, M. A Model for Abrasive – Waterjet (AWJ) Machining. *J Eng Mater-T ASME*, 111 (1989) 154–162.
- [7] ZENG, J., KIM, T. J. (1996) An erosion model of polycrystalline ceramics in abrasive waterjet cutting. *Wear*, 193 (1996) 207–217.
- [8] KOVACEVIC, R., YONG, Z. Modelling of 3D abrasive waterjet machining. Part 1 – Theoretical basis. In: Gee, C. (Ed.), *Proceedings of the 13th International Conference on Jetting Technology*, BHR Group, Mech. Eng. Pub. Ltd., Bury St Edmunds & London, Cagliari, Sardinia, Italy, 1996, pp. 73–82.
- [9] YONG, Z., KOVACEVIC, R. Modelling of 3D abrasive waterjet machining. Part 2 – Simulation of machining. In Gee, C. (Ed.), *Proceedings of the 13th International Conference on Jetting Technology*, BHR Group, Mech. Eng. Pub. Ltd., Bury St Edmunds & London, Cagliari, Sardinia, Italy, 1996, pp. 83–89.
- [10] PAUL, S., HOOGSTRATE, A. M., van LUTTERVELT, C. A., KALS, H. J. J. Analytical and Experimental Modeling of Abrasive Water Jet Cutting of Ductile Materials. *J Mater Process Tech*, 73 (1998) 189–199.
- [11] PAUL, S., HOOGSTRATE, A. M., van LUTTERVELT, C. A., KALS, H. J. J. Analytical Modeling of the Total Depth of Cut in Abrasive Water Jet Machining of Polycrystalline Brittle Materials. *J Mater Process Tech*, 73 (1998) 206–212.
- [12] VIKRAM, G., BABU, N. R. Modelling and Analysis of Abrasive Water Jet Cut Surface Topography. *Int J Mach Tool Manu*, 42 (2002) 1345–1354.
- [13] CHEN, F. L., WANG, J., LEMMA, E., SIORES, E. Striation formation mechanisms on the jet cutting surface. *J Mater Process Tech*, 141 (2003) 213–218.
- [14] DEAM, R. T., LEMMA, E., AHMED, D. H. Modelling of the abrasive water jet cutting process. *Wear*, 257 (2004) 877–891.
- [15] ORBANIC, H., JUNKAR, M. Analysis of striation formation mechanism in abrasive water jet cutting. *Wear*, 265 (2008) 821–830.
- [16] HLAVÁČ, L. M. JETCUT - software for prediction of high-energy waterjet efficiency. In: Louis, H. (Ed.), *14th International Conference on Jetting Technology*, BHR Group Limited, Prof. Eng. Pub. Ltd., Bury St Edmunds & London, Brugge, 1998, Belgium, pp. 25–37.
- [17] HLAVÁČ, L. M. Investigation of the Abrasive Water Jet Trajectory Curvature inside the Kerf. *J Mater Process Tech*, 209 (2009) 4154–4161.
- [18] CHE, C. L., HUANG, C. Z., WANG, J., ZHU, H. T., LI, Q. L. Theoretical model of surface roughness for polishing super hard materials with Abrasive Waterjet. *Advances in Machining and Manufacturing Technology IX, Key Engineering Materials*, 375–376 (2008) 465–469.
- [19] CAYDAS, U., HASCALIK, A. A study on surface roughness in abrasive waterjet machining process using artificial neural networks and regression analysis method. *J Mater Process Tech*, 202 (2008) 574–582.
- [20] FABIAN, S., SERVÁTKA, M. New access at improvement of samples surface relief representation accuracy cut with AWJ technology with binding on increase of experiments evaluation objectivity and effectiveness. In *Scientific Papers operation and diagnostics of machines and production systems operational states*, Vol. 2, 1st ed. (2009) RAM-Verlag, Germany, pp. 9–15.
- [21] HLAVÁČ, L. M., STRNADEL, B., KALIČINSKÝ, J., GEMBALOVÁ, L. The model of product distortion in AWJ cutting. *Int J Adv Manuf Tech*, 62 (2012) 157–166.
- [22] HLAVÁČ, L. M., HLAVAČOVÁ, I. M., GERYK, V., PLANČÁR, Š. Investigation of the taper of kerfs cut in steels by AWJ. *Int J Adv Manuf Tech*, 7 (2014) 1811–1818.
- [23] STRNADEL, B., HLAVÁČ, L. M., GEMBALOVÁ, L. Effect of steel structure on the declination angle in AWJ cutting. *Int J Mach Tool Manu*, 64 (2013) 12–19.

Chemical Analysis of Friction Composites Used in Automotive Brake Systems Using Energy Dispersive XRF Method

Chemická analýza třecích kompozitů používaných v brzdových systémech automobilů, využívající energodisperzní XRF metodu

doc. Ing. Vladimír Tomášek, CSc.; Ing. Barbora Thomasová, PhD.; prof. Ing. Jana Seidlerová, CSc.; Ing. Marie Kociánová

VŠB – Technical University of Ostrava, Nanotechnology Centre, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Czech Republic

The method of direct chemical analysis of friction composites used in automotive brake systems using energy dispersive X-ray fluorescence spectrometry (EDXRF) was developed. Seven reference materials (RM) of friction composites with different composition simulating wide scale composition of commercial brake linings were prepared. Structure and distribution of individual components in RM were studied by scanning electron microscope with X-ray spectrometer. These parameters are similar to those of commercial brake linings. To assess the homogeneity in the whole RM volume, the top and the bottom of pellets were analyzed by EDXRF and X-ray intensities of chosen elements were compared. To get satisfactory results, prepared pellets were ground down on both sides by approx. 0.3 mm. Homogeneity of RM was sufficient after this operation. To assess the homogeneity of the surface of RM, every pellet was analyzed in seven different places and seven times in one position. Relative standard deviations (RSD) of the measured intensities of chosen elements were compared. RSD of intensities measured in seven positions were approx. twice as high as that for the measurements in one position but they still did not exceed the 3% for most of the monitored elements. Homogeneity of RM was sufficient and they were used for calibration of EDXRF spectrometer. The accuracy of the calibration model was verified by the analysis of the prepared RM using the new method. The results were satisfactory and the method is suitable for the given purpose.

Key words: frikční kompozity; brzdové obložení; prvková analýza; rentgenová fluorescenční spektrometrie

Byla vyvinuta metoda přímé chemické analýzy frikčních kompozitů používaných v brzdových systémech automobilů s využitím energiově disperzní rentgenové fluorescenční spektrometrie (EDXRF). Bylo připraveno sedm referenčních materiálů (RM) frikčních kompozitů různého složení, simulujících širokou škálu složení komerčních brzdových obložení. Struktura a distribuce jednotlivých složek RM byla studována pomocí řádkovací elektronové mikroskopie s ED rentgenovým spektrometrem. Tyto parametry byly podobné komerčním brzdovým obložení. K posouzení homogenity RM v celém objemu byly analyzovány RM metodou EDXRF na horní a spodní straně pelety a výsledky byly porovnány. Připravené RM byly obroušeny z obou stran cca o 0,3 mm k eliminaci případných segregací jednotlivých složek během lisování. Homogenita RM byla vyhovující pro daný účel. K posouzení homogenity na ploše RM byly pelety analyzovány v sedmi různých pozicích a sedmkrát v jedné pozici. Byly porovnány relativní standardní odchylky (RSD) naměřených intenzit pro zvolené prvky. RSD intenzity naměřených v sedmi pozicích byly cca dvakrát vyšší než při měření v jedné pozici, ale pro většinu stanovovaných prvků nepřevyšily 3 %. Homogenita RM byla vyhovující a byly použity pro kalibraci EDXRF spektrometru. Správnost kalibračního modelu byla ověřena analýzou připravených RM s použitím nové metody. Výsledky byly uspokojivé a metoda je vhodná pro daný účel.

Klíčová slova: friction composites; brake lining; elemental analysis; X-ray fluorescence spectrometry

Friction composite materials used in automotive brake systems typically consist of 20 to 30 components in a variety of mechanical and chemical properties. Phenol(-cresol)-formaldehyde resins are used as a binder. Fibrous materials of various types (mineral, metal, aramid, carbon) are used for hardening the resin matrix. To achieve optimum friction properties, friction modifiers are used for the manufacture of brake linings. To increase the friction coefficient, abrasive materials (alumina, silica, chromite, zircon, silicon carbide) are added. To reduce brake wear, solid lubricants, such as

graphite and other carbonaceous materials, and some natural sulfides (stibnite, galenite, molybdenite, sphalerite, pyrite, chalcopyrite) are added. Metallic chips, fibers or powders (copper, brass, bronze, tin) are added to remove heat from the friction surface. Further components, such as barite, calcite, magnesite, dolomite, MgO, CaO, ZnO, clay minerals and other materials are added so that the final product is cheaper while maintaining all its functional properties. [1 – 7]

From the review of the friction composites, it is clear that the determination of their chemical composition

presents a very difficult analytical problem. Most of the analytical methods require decomposition of solid samples and their transfer to the solution [8, 9].

The diverse composition of brake composites containing some very poorly soluble components causes the decomposition of the materials to be very difficult and not achievable in one step. Multielementary direct analysis of solid samples is allowed by the X-ray fluorescence spectrometry (XRF). Preparation of the samples for analysis is very simple; brake linings can be analyzed directly by X-ray irradiation of the sample surface. The problem, in absence of suitable reference materials (RM), is the calibration of the spectrometer for this purpose. A prerequisite for using this method is the preparation of own RM of similar composition as commercial brake linings. [10, 11]

1. Experimental

1.1 Apparatus

An energy dispersive XRF spectrometer SPECTRO XEPOS (SPECTRO A. I., Kleve, Germany) was used for elemental analysis. For samples excitation, 50 W Pd end-window tube operating at max. 50 kV was used. The target changer, with up to 8 polarization and secondary targets, offers many various excitation conditions ensuring optimum determination of all elements from Na to U. For brake linings analysis Mo and Co secondary targets and Al₂O₃ and HOPG (highly oriented pyrolytic graphite) polarization targets were used. Measurements were performed in He atmosphere. Silicon drift detector with Peltier cooling achieves a spectral resolution of less than 160 eV for Mn K- α , the maximum count rate is 120 kcps. Special SPECTRO TurboQuant method for pellets was used for the preparation of the brake lining analysis method.

1.2 Preparation of reference materials

1.2.1 Components used for preparation of RM

The components used in brake linings production have been used for preparation of RM. When analytical grade materials or other materials with satisfactory declared purity were available, they were used for that purpose. The materials in question were Al₂O₃, BaSO₄, CaCO₃, SiO₂, ZnO, S, and powdered metals (Fe, Cu, Zn, Sn and brass). Furthermore, graphite, coke, zircon (ZrSiO₄), stibnite (Sb₂S₃), vermiculite, synthetic fibers Twaron, and phenol-formaldehyde resin were used. These materials were analyzed by EDXRF (SPECTRO XEPOS) and by AAS (UNICAM 969, UNICAM 989QZ) and/or ICP (SPECTRO CIROS VISION) methods after samples etching. The results of the analyses were used for the calculation of the chemical composition of the prepared RM. The grain size of most components was less than 50 μ m, only the size of zircon grains was approx. 100 μ m, and Twaron fibers had a diameter of 3 - 6 μ m and length of 50 - 200 μ m

1.2.2 Preparation of RM

The method developed for preparation of laboratory samples of friction composites was used for the preparation of RM. The components were weighed on analytical scales, mixed in a beaker and then milled and homogenized using a planetary micro mill FRITSCH pulverisette 7 and knife mill (blender) IKA M 20. Prepared mixture was transferred into the pressing vessel with a diameter of 32 mm. This operation should be performed with regard to the possible segregation of individual components, depending on their density and size and shapes of individual particles. The prepared mixture was pressed in a hydraulic press by force of 10 tons. The pellets were heat treated at 200 °C for 60 minutes. Seven pairs of RM of different composition were prepared. The composition of individual samples of reference materials is shown in Tab. 1.

Tab. 1 Elements concentrations in the prepared RM (wt. %)

Tab. 1 Koncentrace prvků v připravených RM (hm. %)

Element	FM 01	FM 02	FM 03	FM 04	FM 05	FM 06	FM 07
Mg	2.72	3.61	1.94	2.63	2.75	2.71	5.33
Al	1.09	1.40	0.818	0.57	6.97	6.87	4.29
Si	6.55	7.66	5.66	4.66	15.1	11.5	13.0
S	3.36	11.00	9.56	2.02	1.66	1.63	2.56
K	0.456	0.605	0.324	0.33	0.457	0.45	0.892
Ca	0.366	0.475	0.270	1.79	0.360	1.68	2.88
Ti	0.127	0.150	0.108	0.12	0.104	0.102	0.192
Fe	17.6	13.4	22.2	15.20	12.3	12.1	6.35
Cu	4.12	5.53	2.89	4.08	11.1	10.9	14.2
Zn	2.38	3.19	1.66	11.90	3.31	0.002	0.003
Sr	0.005	0.01	0.005	0.01	0.003	0.003	0.006
Zr	5.35	3.85	6.94	9.01	0.001	0.001	0.001
Sn	0.065	0.086	0.046	3.14	0.001	0.001	0.001
Sb	1.57	2.12	2.52	3.67	3.97	3.92	6.28
Ba	11.3	8.16	4.53	0.01	0.005	0.005	0.009

1.2.3 Assessment of the reference materials homogeneity

Homogeneity is a very important quality parameter of the RM for XRF calibration. Uniform distribution of each component is important to both the surface and the whole volume of material. To assess the homogeneity in the RM materials volume, the top and bottom of the pellets have been analyzed by XRF. Homogeneity of RM in their volume was calculated according to:

$$H = 100 \cdot (I_t - I_b) / I (\%), \quad (1)$$

where I_t is the X-ray intensity of the monitored elements on the top and I_b on the bottom of pellets and I is their average concentration (top and bottom of the pellets). The top and bottom mean their orientation during pressing.

To assess the individual components distribution on the surface of pellets, every pellet was analyzed 7 times in the same position and 7 times in different places of the sample (6 places in the periphery and in the centre of pellet). Relative standard deviations (RSD) of the monitored elements intensity from the two measurements were compared. Distribution of individual components of the prepared RM was also examined using scanning electron microscope (SEM) Philips XL-30 equipped with X-ray spectrometer (EDAX).

2. Results and Discussion

An example of RM FM01 surface analysis using the SEM method is shown in Figure 1, where the phases identified in the marked positions are presented. Small particles of some components in the samples form clusters (barite, graphite, vermiculite, Fe), individual particles are visible at higher magnification. The surface structure of prepared samples corresponds with the commercial brake lining samples.

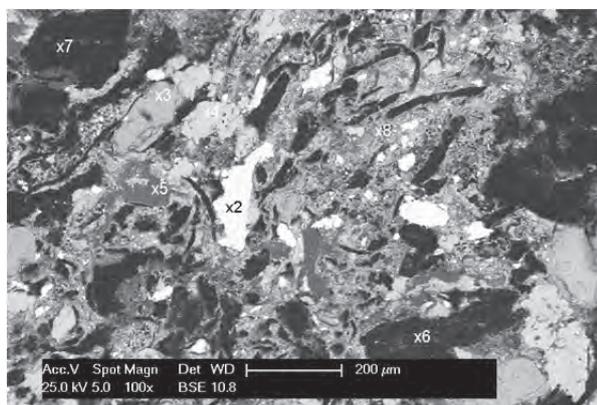


Fig. 1 SEM, backscattered electrons, 100× magnification, RM FM 01. Identified phases: 2 – barite, 3 – zircon, 4 – iron, 5 – vermiculite, 6, 7 – graphite, 8 – stibnite

Obr. 1 SEM, zpětně odražené elektrony, zvětšení 100×, RM FM 01. Identifikované fáze: 2 – baryt, 3 – zirkon, 4 – železo, 5 – vermikulit, 6,7, - grafit, 8 – antimonit

When the mixture is transferred into the pressing container, some components may segregate depending on their density, size, and shapes. This phenomenon can cause different concentrations of some elements on the top and the bottom of the pellets. The prepared pellets were, therefore, ground from both sides approximately by 0.1 mm in one step. Determinations of the monitored elements from both sides using the XRF method were performed after each grinding. In Fig. 2, evaluation of the monitored elements homogeneity is depicted according to the equation (1) in original samples and after three grinding steps. The figure shows that the bottom sides of the pellets are enriched by heavier components (Fe, Cu, Sn, and Zr), light components (vermiculite, ZnO) enrich the top sides of the pellets. After the third grinding step - approx. 0.3 mm removed -, the differences of the monitored elements concentrations in both sides of the pellets are not greater than 5%. Due to the nature of the prepared samples, it can be stated that the homogeneity of the distribution of individual components in the RM is satisfactory and it fulfills the given purpose.

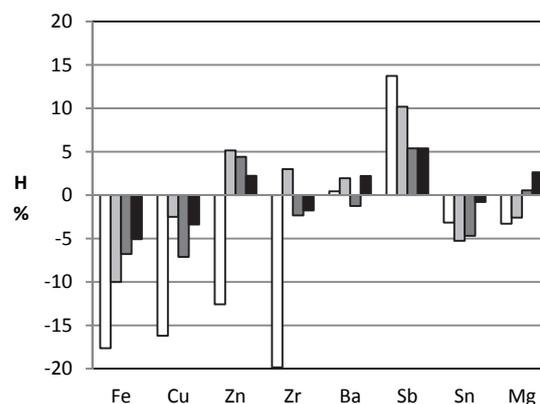


Fig. 2 Assessment of friction materials homogeneity in the pellets volume (H) for chosen elements after every abrasion; □ original material, ▒ after the 1st abrasion, ▒ after the 2nd abrasion, ▒ after the 3rd abrasion

Obr. 2 Posouzení homogenity v objemu pelet (H) pro zvolené prvky po jednotlivých obroušeních; □ původní materiál, ▒ po prvním obroušení, ▒ po druhém obroušení, ▒ po třetím obroušení

An example of surface homogeneity assessment of RM FM01 by XRF method is shown in Figure 3. RSD of the chosen elements for the X-ray intensities of 7 analyses in different positions and 7 analyses in the same position are compared. RSD calculated for the same position is in the range of 0.5 – 3%, only RSD of magnesium concentrations is slightly higher. RSD values of the analyses results in different positions include both the measurement uncertainty and the inhomogeneity of individual components distribution on the sample surface. These values lied in the range of 1 – 10 % but did not exceed 3% for most elements and they were approximately twice higher than the RSD for the analysis of the same elements in one position.

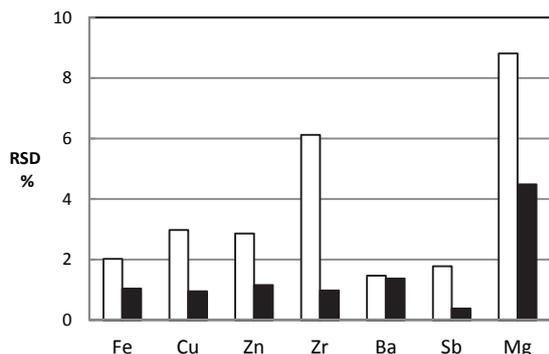


Fig. 3 Assessment of pellets surface homogeneity for chosen elements. Comparison of relative standard deviations of results of seven analyses in different positions and seven analyses in one position. □ different positions, ■ one position

Obr. 3 Posouzení homogenity na ploše pelet pro zvolené prvky. Porovnání relativní standardní odchylky výsledků sedmi analýz v různých polohách a sedmi analýz v jedné poloze. □ různé polohy, ■ jedna poloha

The measured values of intensities and calculated values of monitored elements concentrations in the RM were used to create calibration models using SPECTRO software. The accuracy of the results determined using the new calibration was verified by the analysis of the prepared RM and by comparing the results with the calculated values. An example of the evaluation of the results is shown in Figure 4. Differences between the measured and calculated values for most elements did not exceed 10%. Only Si - especially in the samples with higher content of vermiculite - and Fe showed greater differences. Taking into account the great diversity of composition of friction composites, we can consider the results to be satisfactory.

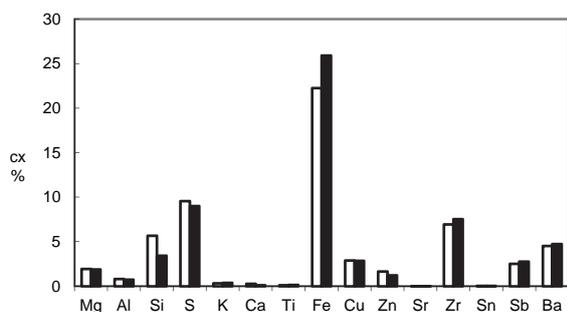


Fig. 4 Comparison of calculated and measured concentrations of some elements c_x in wt. % in the sample RM FM 03, □ calculated value, ■ measured value

Obr. 4 Porovnání vypočtených a naměřených koncentrací zvolených prvků c_x v hm. % ve vzorku RM FM 03, □ vypočtená hodnota, ■ naměřená hodnota

Conclusions

Friction composites used in automotive brake systems represent difficult analytical problem due to their very diverse composition. At our workplace, the method of direct chemical analysis of the friction composites used in automotive brake systems using X-ray fluorescence spectrometry (XRF) was developed. Seven reference

materials (RM) of friction composites with different composition simulating wide scale composition of commercial brake linings were prepared. Homogeneity of material, which represents the greatest limitation of direct XRF analysis, was tested by the analyses of X-ray intensities of chosen elements by XRF. Volume homogeneity was tested by analyzing the top and the bottom of the prepared pellets. The differences for many elements were quite high and therefore both sides of the prepared pellets were ground down. The results were satisfactory after three steps of grinding (each of 0.1 mm) when the intensities of the monitored elements from both sides did not differ by more than 5%. Uniform distribution of components on the surface was tested by samples analysis in seven different places on the surface and seven times in one position. Although the RSD for the analysis in seven positions were approx. twice higher than that for analysis in one position, the results were satisfactory – for most elements they did not exceed 3%. Homogeneity of the prepared RM was found to be sufficient and, thus, they were used for calibration of X-ray fluorescence spectrometer. The accuracy of the calibration model was verified by the analysis of the prepared RM of known concentration using the new method. Differences between the measured and calculated values for most elements did not exceed 10%. These results are well within analytical expectations for this type of matrix and developed method is, therefore, suitable for the given purpose.

Acknowledgements

This paper was created within the project No. CZ.1.05/2.1.00/01.0040 "Regional Materials Science and Technology Centre" within the frame of the operational programme "Research and Development for Innovations" financed by the Structural Funds and from the state budget of the Czech Republic.

References

- [1] FRIEDRICH, K. *Friction and Wear of Polymer Composites*. Amsterdam: Elsevier, 1986.
- [2] BIJWE, J. *Polymer Composites*. 18 (1997) 378.
- [3] SMALES, H. *Proc. Instn. Mech. Engrs.*. 209 (1995) 151.
- [4] KNAPP, A., PILOATO, L. A. *Phenolic Resins, Chemistry, Applications and Performance*. Berlin: Springer – Verlag, 1987.
- [5] P. FILIP, P., KOVAŘÍK, L., WRIGHT, M. A. *Automotive Brake Lining Characterization*. Society of Automotive Engineers, 1997.
- [6] BREUER, B., KARLHEINZ, H. B. *Brake Technology Handbook*, SAE International Pennsylvania, USA, 2008.
- [7] DANTE, R. C. *Handbook of Friction Materials and their Applications*, 2016, pp.79–153.
- [8] MOSLEH, M., BLAU, P. J., DUMITRESCU, D. Characteristic and Morphology of Wwear Particles from Laboratory Testing of Disk Brake Materials. *Wear*, 256 (2004) 11-12.
- [9] J. H. J. HULSKOTTE, G. D. ROSKAM, H. A. C. DENIER van der GON, *Elemental composition of current automotive braking materials and derived air emission factors*, Atmospheric Environment, 2014, 99, p. 436–445.
- [10] BERTIN, E. P. *Principles and Practice of X-Ray Spectrometric Analysis*, Plenum Press, New York-London, 1975.
- [11] TERTIAN, R., CLAISSE, F. *Principles of Quantitative X-Ray Fluorescence Analysis*, Hayden & son Ltd, London, 1982.

Zprávy z Ocelářské unie a.s.

Hutní výroba v ČR a SR

Meziroční porovnání měsíčních a postupných hutních výrob roku 2016 a 2017

	Výroba *)			Výroba	Index	Výroba	Index	Výroba	Index
	srpen	září	leden-září	srpen		září		leden-září	
	2017	2017	2017	2016	2017/16	2016	2017/16	2016	2017/16
	tis. t			tis. t	%	tis. t	%	tis. t	%
KOKS									
CELKEM	279,81	274,41	2863,32	267,37	104,65	275,71	99,53	2627,56	108,97
z toho (HŽ) ČR	153,26	158,44	1549,03	131,52	116,53	132,87	119,24	1267,56	122,21
(HŽ) SR	126,56	115,96	1314,30	135,86	93,16	142,84	81,19	1360,01	96,64
AGLOMERÁT									
CELKEM	636,08	761,04	7675,15	797,74	79,74	771,24	98,68	8149,16	94,18
z toho ČR	320,38	469,54	4551,10	468,94	68,32	459,44	102,20	5027,66	90,52
SR	315,70	291,50	3124,05	328,80	96,02	311,80	93,49	3121,50	100,08
SUROVÉ ŽELEZO									
CELKEM	554,80	680,15	6493,94	684,40	81,06	676,14	100,59	6828,85	95,10
z toho ČR	201,37	320,23	3078,74	344,19	58,50	318,59	100,51	3474,41	88,61
SR	353,44	359,93	3415,20	340,22	103,89	357,55	100,66	3354,44	101,81
SUROVÁ OCEL									
CELKEM	665,12	824,85	7971,13	837,78	79,39	845,57	97,55	8470,50	94,10
z toho ČR	235,01	381,66	3829,94	438,27	53,62	399,17	95,61	4436,56	86,33
SR	430,11	443,19	4141,20	399,51	107,66	446,40	99,28	4033,94	102,66
KONTISLITKY									
CELKEM	643,20	798,77	7680,28	805,41	79,86	812,80	98,27	8127,31	94,50
z toho ČR	213,69	356,17	3545,08	406,61	52,55	367,10	97,02	4100,63	86,45
SR	429,51	442,59	4135,20	398,80	107,70	445,70	99,30	4026,68	102,69
BLOKOVNY									
CELKEM	0,00	0,00	396,84	53,03	0,00	20,86	0,00	477,97	83,03
z toho ČR	0,00	0,00	396,84	53,03	0,00	20,86	0,00	477,97	83,03
SR	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
VÁLCOVANÝ MATERIÁL									
CELKEM	694,71	760,82	7624,88	814,81	85,26	883,27	86,14	7996,66	95,35
z toho ČR	309,99	369,32	3931,70	445,94	69,51	444,77	83,04	4377,50	89,82
SR	384,73	391,50	3693,18	368,87	104,30	438,50	89,28	3619,16	102,05
TRUBKY									
CELKEM	62,09	64,96	595,82	53,45	116,16	55,25	117,57	570,13	104,51
z toho ČR	40,13	43,00	383,29	37,03	108,37	38,16	112,69	385,01	99,55
SR	21,96	21,96	212,53	16,42	133,71	17,09	128,48	185,12	114,81
TAŽENÁ, LOUPANÁ, BROUŠENÁ OCEL									
CELKEM = (HŽ) ČR	15,27	18,93	192,34	20,92	73,03	16,78	112,81	197,59	97,34
STUDENÁ PÁSKA KLASICKÁ									
CELKEM = (HŽ) ČR	1,30	1,29	13,22	1,08	120,11	1,21	106,35	11,69	113,15

POZNÁMKA: *) Za poslední měsíc jsou údaje předběžné.

Zpracoval: Ocelářská unie a.s. Praha - Ondřej Štec

Z hospodářské činnosti podniků, institucí a řešitelských pracovišť

Taviči a mistři byli školeni ve ŽĎASU

Odborná komise tavení oceli na odlitky ČSS ve spolupráci se ŽĎAS, a.s. organizovala již XXIII. celostátní školení tavičů a mistrů oboru elektrooceli a litiny s kuličkovým grafitem [1]. Místo konání bylo tradičně v hotelu ŽĎAS, a.s. ve Svatce.

Ve dnech 11. až 13. září 2017 se sešlo osmdesát účastníků. Zastoupeny byly dvě univerzity, VUT v Brně a VŠB-TU v Ostravě, dále slévárny a ocelárny z České republiky a dva zástupci výrobců oceli a litiny ze Slovenské republiky.

Školení bylo zahájeno Ing. Jiřím Sochořem, ředitelem divize metalurgie ŽĎAS, a.s., který převzal nad celou akcí záštitu. OK tavení oceli na odlitky oceňuje, že i při změně majitele výrobní společnosti bude pokračovat vstřícný přístup k činnosti odborné komise a ke vzdělávání slévačů. První večer setkání odezněl velice zajímavý příspěvek plk. v.v. Ing. Františka Valdštiny na téma Historie a význam dělostřelectva, který je spojoval s historií slévárnictví.



Obr. 1 Pohled na účastníky školení tavičů. Hustě obsazený sál samými mladými tvářemi je pro obor hutnictví i do budoucna dobré znamení.

Školení bylo zaměřeno na základy nauky o kovech, metalurgické procesy ve výrobě železných kovů a ekonomiku ocelářských a slévárenských provozů. Celkem odeznělo 13 příspěvků. Technická úroveň přednášek byla volena ve vztahu k úrovni posluchačů, kteří byli z řad studentů vysokých škol a zaměstnanců

výrobních podniků na úrovni provozních mistrů, tavičů a slévačů. Účastníci školení byli rozděleni do 15 soutěžních týmů, a to vesměs podle mateřských sléváren. Forma školení byla tradičně volena tak, že osvojení látky předané účastníkům v jednotlivých přednáškách bylo průběžně ověřováno formou kvizových otázek. Bodové hodnocení a soutěž o zajímavé ceny pak motivovaly družstva k maximální pozornosti a rozvoji týmového ducha a spolupráce.

Z 15 týmů svou organizaci, která je na školení odeslala, nejlépe reprezentovali studenti magisterského studia FSI na VUT v Brně, dále taviči Elektroocelárny ŽĎAS, a.s., Žďár nad Sázavou. Ti v silné konkurenci ztratili na vítězný tým jediný bod (63 správných odpovědí). Doplňme, že celkem mohli účastníci získat maximálně 66 bodů. Na třetí příčce se pak se ztrátou tří bodů na prvního, umístili taviči slévárny UNEX, a.s., Uničov. Celkové zvládnutí látky všemi družstvy se blížilo 90 %. Odborná úroveň účastníků byla tedy opravdu vysoká.



Obr. 2 Vítězná trojice z vyhodnocení odborné soutěže na závěr školení.

Tradicí u těchto školení je, že také taviči a mistři hodnotí své přednášející. Jejich mluvčí vyhláší nejlepší přednášku, přednášejícího a osobnost školení. Nyní tato místa obsadili doc. Antonín Záděra, dr. Václav Kaňa a plk. v.v. Ing. František Valdštýn.

Ve večerních hodinách druhého dne setkání vyvrcholilo školení vyhlášením výsledků a předáním cen. Slavnostní atmosféru v uvolněné atmosféře podpořilo vystoupení sládky pivovaru Rebel v Havlíčkově Brodě o technologii výroby piva. Pivovar se podílel na celém školení jako jeden z hlavních sponzorů.

Letošní školení tavičů a mistrů bylo mimořádně úspěšné. Materiálové zabezpečení vytvořilo celkem 13 sponzorů. Jim patří mimořádný dík. Je třeba také vyzdvihnout práci členů OK tavení oceli na odlitky, která akci připravila a plně zajišťovala. Školení by také nemohlo proběhnout bez týmu přednášejících, kteří příspěvky sepsali a poutavě přednesli. Nemůžeme opomenout stěžejní roli spolupořadatele akciové

společnosti ŽĎAS, a.s., která vytvořila vskutku tvůrčí atmosféru, bez níž by tato akce neměla ten zcela zvláštní náboj. A v neposlední řadě musíme poděkovat paní Bc. Jarmile Malé, která jako vždy odvedla značný kus organizační práce (taviči ji přezdívali dobrá duše školení) a předsedovi OK tavení oceli na odlitky Ing. Martinu Balcarovi, Ph.D. Ten byl zodpovědný za celé školení a pořádně si oddychl, když vše ke spokojenosti tavičů a mistrů a všech zúčastněných dobře dopadlo.

Literatura

- [1] *XXIII. celostátní školení tavičů a mistrů oboru elektrooceli a tvárné litiny s kulíčkovým grafitem*. Sborník přednášek, Česká slévárenská společnost, Brno, září 2017, s. 1-116. ISBN: 978-80-02-02746-1.

*doc. Ing. Václav Kafka
předseda Odborné komise ekonomické při ČSS*



Světový veletrh výzkumu a vývoje Hannover messe 2018 se uskuteční v dubnu 2018

„Integrated Industry - Connect & Collaborate“ je vedoucí téma předního světového průmyslového veletrhu HANNOVER MESSE 2018, který se uskuteční ve dnech 23. - 27. dubna 2018 v Hannoveru. Svými vedoucími tématy „Integrated Industry“ a „Integrated Energy“ je globální platformou pro průmysl 4.0. Digitalizaci výroby a energetické systémy podrobně představí pět vedoucích veletrhů: IAMD-Integrated Automation, Motion & Drives, Digital Factory, Energy, Industrial Supply a Research & Technology. Souběžně proběhne na hannoverském výstavišti veletrh CeMAT, vedoucí světový veletrh pro intralogistiku a Supply Chain Management. Partnerskou zemí HANNOVER MESSE 2018 je Mexiko.

Ke stěžejním oblastem v roce 2018 bude patřit digitalizace, adaptronika, bionika, bioekonomie a organická elektronika. U adaptroniky jde například o adaptivní strukturální technologii, která kombinuje konvenční struktury s aktivními materiálovými systémy a doplňuje klasické nosné a tvar definující funkce se senzorickými a aktuatorickými funkcemi.

V roce 2017 vystavovalo v rámci Research & Technology okolo 400 vystavovatelů více než 1500 produktů, nové koncepce a projekty. Výstavní oblast navštívilo asi 55 000 návštěvníků, z nichž bylo 31 % ze zahraničí. Velká část návštěvníků byla ze zpracovatelského průmyslu, energetického hospodářství, obchodu nebo úřadů a veřejných institucí. Návštěvníci i vystavovatelé mohli v rámci Research & Technology využít řadu mimořádných akcí, mimo jiné se zúčastnit zahajovací galaakce Night of Innovations, fóra tech transfer a fóra SCIENCE|SQUARE věnovaného výzkumu, aplikovanému výzkumu a aplikované vědě.

-red-

Ze života škol

Forming 2017

Katedra tváření materiálu z Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství VŠB – TU Ostrava uspořádala v osvědčené spolupráci s kolegy ze Slezské polytechniky v Katovicích (Polsko) a Slovenské technické univerzity v Trnavě již **24. mezinárodní vědeckou konferenci FORMING 2017**, tradičně zaměřenou na problematiku plasticity materiálů. Akce se konala ve dnech 13. – 16. září 2017 v atraktivním jihomoravském městě Mikulov za podpory TŘINECKÝCH ŽELEZÁREN a.s. (jako hlavního partnera) a "TMV SS" spol. s r.o. Celkem 70 účastníků vyslechlo 45 odborných přednášek, které se vyznačovaly značnou tematickou pestrostí. Byly prezentovány a v recenzovaných časopisech KOVÁŘENSTVÍ, resp. HUTNIK - WIADOMOŚCI HUTNICZE publikovány zajímavé výsledky z oblastí tváření ocelí i progresivních slitin neželezných kovů, rozmanitých technologií objemového i plošného tváření, fyzikálního zkoumání deformačního chování a příslušných strukturotvorných dějů, optimalizačních počítačových simulací tvářecích procesů aj. Z české strany se konference zúčastnili odborníci z těchto institucí: AL INVEST Břidličná a.s., BKB Metal a.s., FMMI VŠB – TU Ostrava, ITA spol. s r. o., MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., "TMV SS" spol. s r. o., TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY a. s., VÍTKOVICE STEEL a.s. a Západočeská univerzita v Plzni. Neformální debaty a výměna zkušeností vedly k prohloubení efektivní spolupráce výrobních podniků a výzkumných organizací v oblasti tváření kovových materiálů, a to i na mezinárodní česko-polsko-slovenské úrovni.



Prezentace hlavního partnera konference

Jsou uváděny jedny z výsledků bohaté výzkumné spolupráce FMMI VŠB – TU Ostrava a TŘINECKÝCH ŽELEZÁREN a.s., konkrétně jejich provozu Válcovny trub.



Diskuze byla občas vzrušená, když se názory a zkušenosti jednotlivých účastníků stoprocentně neshodovaly



Vítaný ženský prvek při vedení jedné ze sekcí – výzkumnice v oblasti tváření a materiálového inženýrství vesměs vynikají svým půvabem



Mimořádně rozradostnění účastníci autobusového zájezdu před vstupem do Valtického podzemí



Podmanivá atmosféra v historických valtických sklepech



Velký úspěch měla vlastnoruční ražba pamětních medailí katedry tváření materiálů



Historická nádhera mikulovského náměstí v den, kdy prálo počasí



Bouřlivá odborná debata na Svatém kopečku nad Mikulovem



Tvářeči jsou jemní lidé s vybraným hudebním vkusem – smyčcové trio při závěrečné slavnostní večeři je skutečně zaujalo

IRON AND STEELMAKING 2017

XXVII. INTERNATIONAL SCIENTIFIC CONFERENCE, Horní Bečva, 4. - 6. 10. 2017

Ve dnech 4. - 6. 10. 2017 se v hotelu DUO v Horní Bečvě uskutečnil již **27. ročník tradiční mezinárodní vědecké konference IRON AND STEELMAKING**, na jejíž organizaci se pravidelně střídají Katedra metalurgie a slévárství Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství Vysoké školy báňské – Technické univerzity Ostrava, Institut Technologii Metali Politechniki Śląskiej a Ústav metalurgie Fakulty materiálů, metalurgie a recyklácie Technickej univerzity v Košiciach. Hlavním organizátorem a garantem letošního ročníku byla katedra metalurgie a slévárství pod vedením vedoucího katedry prof. ing. Karla Michalka, CSc. Poděkování patří všem členům katedry, kteří i při plnění běžných pracovních úkolů spojených s výukou a řešením výzkumných úkolů úspěšně zvládli i organizaci konference.

Program zahájila děkanka Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství, VŠB-TU Ostrava prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc. V čestném předsednictvu dále zasedli prof. Ing. Ľudovít Dobrovský, CSc., Dr.h.c. z VŠB-TU Ostrava, děkan Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej dr hab. inż. Jerzy Łabaj, prof. nzw. w Pol. Śl., děkan Wydziału Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów Politechniki Częstochowskiej dr hab. inż. Marcin Knapieński, prof. PCz, technický ředitel TRINECKÝCH ŽELEZÁREN a.s. Ing. Henryk Huczala a jednatel společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D.



Konference se zúčastnilo 98 registrovaných účastníků z více než 24 institucí a firem. Potěšující je, že se akce zúčastnila i řada mladých vědecko - výzkumných pracovníků z univerzit, výzkumných organizací i nová generace technických pracovníků významných průmyslových partnerů a ostatních tradičních partnerů z oboru metalurgie železa a oceli. Konference umožnila odbornou diskuzi mezi zástupci metalurgické akademické obce, průmyslových podniků a výzkumných institucí.

V plenární sekci a následující odborné sekci bylo předneseno celkem 24 příspěvků v češtině, polštině, slovenštině i angličtině. Odborné jednání bylo zaměřeno na otázky z oblasti teoretických zákonitostí metalurgických procesů, technologie výroby a zpracování surového železa, technologie výroby a zpracování oceli, modelování metalurgických procesů, ekologických aspektů výroby surového železa a oceli a výroby a rafinace kovů. Konference se uskutečnila v příjemné uvolněné atmosféře, každý přednášející byl za svou statečnost odměněn chutným dárkem. Součástí konference byla také posterová sekce, na které bylo prezentováno 18 příspěvků. Zpestřením konference bylo i vyhlášení soutěže o nejpotavější poster.



Rádi bychom touto cestou poděkovali hlavnímu partnerovi konference – TRINECKÝM ŽELEZÁRNÁM, a.s., dále pak partnerům konference - společnostem OCELOT, s.r.o., MECAS ESI s.r.o., NETZSCH, JAP Industries s.r.o., Regionálnímu materiálově technologickému výzkumnému centru VŠB-TU Ostrava, Hotelu DUO a také partnerským univerzitám za jejich podporu a pomoc při organizování konference. Poděkování patří také všem účastníkům za jejich aktivní přístup a věcně vedené diskuse, které jen podtrhly význam tohoto již tradičního setkání odborníků z oblasti výroby a zpracování železa a oceli.



Mezinárodní konference IRON AND STEELMAKING 2017 i ve svém 27. ročníku splnila po všech stránkách představu účastníků i záměry pořadatelů. Již nyní se připravuje 28. ročník, jehož zabezpečení přejímají kolegové z Polska. Přejeme jim i dalším pořadatelům mnoho sil při přípravě a realizaci bezpočtu dalších úspěšných ročníků této významné mezinárodní konference.

doc. Ing. Markéta Tkadlečková, Ph.D.

Katedra metalurgie a slévárství FMMI, VŠB-TU Ostrava

Historie hutnictví

Historie výroby kovů a její obraz v bibli

7. část: Šperky a liturgické předměty – prvotní kovové výrobky v historii

Ing. Ladislav Jílek, CSc.; Ing. Jan Počta, CSc.

Ostrava, Česká republika

Prvními a po dlouhou dobu hlavními výrobky z kovů byly šperky nebo liturgické předměty. K nim se brzy přidaly další umělecké předměty, dnes bychom je označili jako výrobky uměleckých řemesel. Souvisí to mj. s tím, že prvními zpracovávanými kovy byla měď, stříbro a zlato, později bronz. Svým vzhledem tyto kovy k tomu lákají. Šperky byly zpracovány na dobré řemeslné i umělecké úrovni, i když při výrobě řemeslníci používali jen jednoduché nástroje. Příkladem je dámský šperk na obr. 1 zhotovený skytským zlatníkem nebo zlatý perský šperk na obr. 2.

Zatímco skytský nález svědčí o práci se zlatem technologií tepání a letování, perský nález ukazuje dovednost šperkařů vytvořit dojem masivnosti výrobku zhotoveného z poměrně tenké fólie. Obr. 3 a 4 dokládá zručnost slovanských řemeslníků na známých špercích vyrobených z různých, tehdy používaných kovů. Stříbrná velkomoravská bubínková náušnice (tedy již z pozdější doby ve srovnání s předmětnou dobou biblickou) byla vyrobena s využitím jemné granulace a známé gombíky – spínadel oděvů byly vyrobeny z bronzu s aplikací pozlacení.



Obr. 2 Zlatý šperk, Persie, období Achsemanid (5 – 4. stol. př. Kr)



Obr. 1 Masivní zlatý náhrdelník z doby Skytů z naleziště Tolstaja Mogila v Kurganu, Museum Kijev, asi 4 stol. př. Kr. [1]



Obr. 3 Stříbrná bubínková náušnice z Pohanska u Břeclavi (foto z archivu Ústavu archeologie a muzeologie Filozofické fakulty Masarykovy univerzity, Brno) [2]



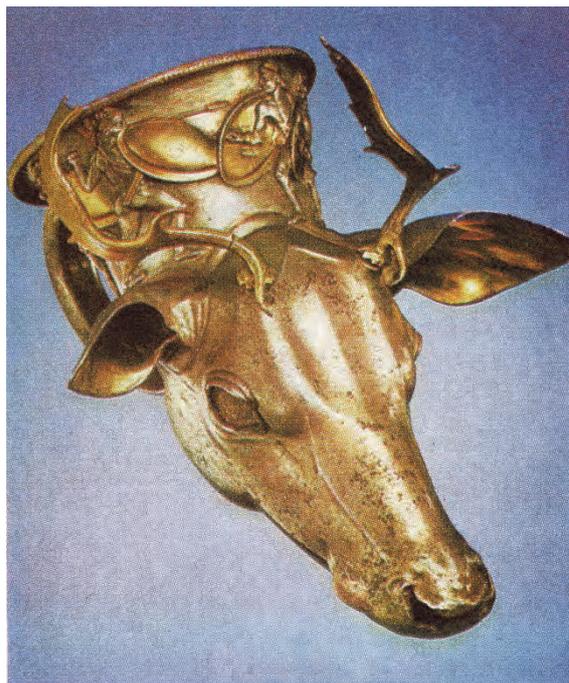
Obr. 4 Gombíky z ženského hrobu na pohřebišti okolo druhého kostela velkomoravského hradiska v Pohansku (foto z archivu Ústavu archeologie a muzeologie Filozofické fakulty Masarykovy univerzity, Brno) [2]

Obr. 5 znázorňuje zlatý náramek Ramesse II. s vloženým lapisem lazuli (lazuritem). Tento kámen byl ve starověku velice ceněný, byla mu přisuzována nadpřirozená moc. Zrnka jemně dispergovaného pyritu přimíšeného do kamene vyvolávala dojem zlata. Tajemství nanášení zdobných perlovců – zlatých řetízků a drátků a jejich granulace, aniž by došlo při letování na základní matrici šperku k jejich rozlití, odhalil rekonstrukcí technologie Angličan Liteldale až v r. 1933. Stejně jako zlato, bylo i stříbro předmětem uměleckého zpracování do šperků nebo liturgických předmětů.



Obr. 5 Náramek Ramesse II., Nová říše, XIX. dynastie, 1304 – 1200 př. Kr., Káhira [3]

Obr. 6 ukazuje příklad archeologického artefaktu z makedonského pokladu – stříbrného rituálního poháru (rhytónu) ve tvaru jelení hlavy. Rituální poháry v různých podobách se ve starověkých civilizacích hojně používaly (obr. 7). Zatímco předešlé příklady ukazovaly zpracování kovu do výrobků s nějakým užitným, praktickým účelem, byť ve zdobné podobě, vytvářeli starověcí mistři ryze dekorativní předměty, aniž by tyto předměty sloužily k praktickým účelům. O mistrovství ruční práce svědčí svazek zlatých klasů z makedonského pokladu sloužícího už jen jako zdobný předmět, dnes bychom řekli ateliérová dekorace (obr. 8).



Obr. 6 Stříbrný rhytón (rituální pohár) ve tvaru jelení hlavy; makedonský archeologický artefakt, 4. stol. př. Kr. [4]



Obr. 7 Soška boha Daria, Persie



Obr. 8 Zlaté klasy z makedonského pokladu; 2. pol. 4. stol. př. Kr. [4] (archiv red.)

Po dlouhou dobu byly šperky a umělecké či liturgické výrobky (v mnohých případech se zřejmě jednalo o amulety, domácí bůžky a jiné bohoslužebné předměty) hlavními předměty, které se vyráběly z kovů. Dobývání surovin, jejich zpracování a další výrobní technologie byly natolik obtížné, že zmíněný okruh výrobků byl vzácný, a tudíž používaný pro vzácné a výjimečné příležitosti. Kovy byly tedy vzhledem k obtížnosti jejich získání natolik vzácný materiál, že se patrně nejprve používal k výjimečné lidské činnosti, především tedy pro liturgické účely. Rozšířenost kovových šperků dokazuje i tato událost popsána v bibli: *Árón jim řekl: „Strhněte zlaté náušnice z uší svých žen, synů a dcer a přineste je ke mně!“ I strhal si všechn lid z uší zlaté náušnice a přinesli je k Áronovi. On je od nich vzal, připravil formu a odlil z toho sochu býčka. A oni řekli: „To je tvůj bůh, Izraeli, který tě vyvedl z egyptské země.“ (Ex 32, 2-4)*

Stejně jako dnes, se i v dávné historii kvalita výrobků hlídala s větším či menším úspěchem. Nedostatečná rafinace drahých kovů se stávala dokonce příčinou mezinárodních diplomatických nót. Kasitský vladař Burnaburiat (1375 – 1347 př. Kr.; Kasitové vládli Mezopotámii pro vytlačení Chetitů téměř půl tisíciletí až do 2. pol. 2. tisíciletí př. Kr.) reklamoval nekvalitní zásilku zlata v dopise egyptskému faraonovi z XVIII. dynastie Amenofisovi IV. (1379 – 1362): *Tvůj vyslanec, kterého jsi mně poslal, přinesl 20 min zlata, jeho hodnota však nebyla plná. Když se dalo do tavicí pece, nevyšlo ryzího zlata ani 5 min [1].* Aby se výrobci vyhnuli jakémukoliv nařčení z nekvalitní výroby, již na samém počátku zabezpečení své živnosti dbali na kvalitní výchovu učňů. Je překvapivé, že v jednotlivých ceších byly zjištěny skutečně dlouhé povinné výuční lhůty: až 8 let (stavitelství), nejkratší doba 15 měsíců (pekařství). Vzhledem ke složitosti oboru hutnictví se dá předpokládat, že doba výuky v hutnictví se blížila onomu maximu. Stejně tak na záruky kvality byly kladeny přísné požadavky. Když si dal majitel bankovního domu rodiny Murašu z Nippuru ve střední Mezopotámii za vlády Chamurapiho zasadit do zlatého prstenu smaragd, dostal od řemeslníka garanci, že dostane vyplaceno 10 min stříbra v případě, že se kámen vydrolí po dobu 20 let.

Drahé kovy byly pro svou čistotu a vzácnost vysoce ceněné již v dávné minulosti. Svědčí o tom např. zápis na Chamurapiho zákoníku: *Jestliže někdo koupil nebo vzal v úschovu od nedospělého nebo otroka stříbro, zlato, ... či cokoliv beze svědků a písemné smlouvy, bude takový člověk považován za zloděje a potrestán smrtí [5].* Dlužno připomenout, že ani tento jasně psaný zákon nedokázal zastavit lidskou nepoctivost, ostatně jako i v současnosti. Případů, kdy se lidské prohřešky řešily smrtí, a jiných násilností je v Bibli, jak zjistil anglický softwarový inženýr Tom Anderson zmíněno 850, v Koránu 333.

Využití drahých kovů na šperky nebo religiózní předměty neplatilo jen pro oblast Blízkého východu a Středního východu, ale i pro předkolumbovské kultury v Americe. První Španělé, kteří tyto říše navštívili, podali zprávu, že indiáni umí vyrobit drahé kovy a bronz, ale dělají z nich jen šperky a sošky.

Po dlouhou dobu se z kovů vyráběla i zrcadla. Zrcadla sice byly předměty denní potřeby, ale byla natolik ceněná, že jim výrobci dávali formu uměleckou podobu. Byly to vyleštěné měděné či bronzové destičky s držadlem, případně i ozdobou. Zrcadla byla kruhová nebo oválná s řapem (čepem) pro nasazení rukojeti ze dřeva nebo ze slonoviny. Později se zrcadla vyráběla s kovovými rukojeťmi. Rubová strana se často zdobila uměleckým gravírováním (obr. 9). Nejstarší zrcadlo bylo nalezeno v jedné hrobce v Egyptě a je datováno do roku 2920 př. Kr. Bylo vyrobeno z mědi. K nálezům zrcadel nemusíme chodit daleko. Jejich výrobu ovládali i Keltové (obr. 10), byť toto je již z pozdějšího období (od 2. tisíciletí př. Kr.), než by odpovídalo biblickým dobám. Dokonalá technika zpracování kovu však nasvědčuje tomu, že vznik předmětu lze řadit až do doby největšího rozkvětu této kultury, tj. do 6. – 1. stol. př. Kr. Zrcadla si sebou nesly i izraelské ženy při putování z Egypta, jak o tom svědčí verš: *Zhotovil bronzovou nádrž ze zrcadel žen (Ex 38,8).* To je také důkaz, jak vzácné byly v dávné minulosti kovy, resp. předměty z kovů, že byly součástí výbavy i při dávném židovském exodu do zaslíbené země.



Obr. 9 Zrcadlo z Etrurie s vyrytými Dioskúry (bájnými dvojčaty z řecké mytologie) [6]



Obr. 10 Keltské bronzové zrcadlo; Anglie [7] (archiv red.)

Měď a bronz jsou ovšem velmi špatně leštitelné. Takováto zrcadla dávala jen matný obraz, jak o tom svědčí i verš: *Nyní vidíme jako v zrcadle, jen v hádance* (1K 13,12). Tenkrát slova *vidět jako v zrcadle* znamenala vidět nejasně. Dnes znamenají, že je zaměněná levá a pravá strana obrazu – zrcadlový obraz. Kvalitní zrcadla lze vyrobit např. chromováním. To však v biblických dobách ještě neovládali. Vysoce leštitelná je δ -bronz, což je slitina 67 % mědi a 33 % cínu. Takováto zrcadla se vyráběla pouze v Indii. Patrně

je viděl Marco Polo (1254 – 1324), který ve svém cestopise *Livres des merveilles du monde* píše, že v městě Cobina, což je dnešní Kúh-Banán v Kirmánu, se vyrábějí vysoce kvalitní ocelová zrcadla. Asi však šlo o zrcadla z δ -bronzu. Běžnou ocel nelze vyleštit na zrcadlový lesk, poněvadž obsahuje nečistoty. Pokud však ocel elektrostruskově přetavíme, lze ji pak zrcadlově vyleštit. Tento postup se však začal používat až po 2. světové válce.

Teprve později se rozšířila výroba nástrojů a jiných užitných předmětů: nožů, seker, vidlic pro lov ryb atd. a potřeb pro domácnost a stolování, jako jsou hrnce, kotle, nože, vidličky, poháry atd. Mnohé praktické výrobky z kovů, například mísy, džbány, klíče a řada dalších, byly velmi dovedně zdobené různými technikami a dnes by snesly označení „užitné umění“. Pokud byly vyráběny z kovů, pak byly použity ušlechtilé kovy, díky čemuž se do dnešních dnů tyto památky zachovaly.

Literatura

- [1] LIETZMANN, K. D., SCHLEGELI, J., HENSELI, A. Metallformung, *Geschichte - Kunst - Technik*. Lipsko: VEB Deutsche Verlag für Grundstoffindustrie, 1987.
- [2] <http://mas-dolnimorava.cz/prapredci/velka-morava/fotogalerie>
- [3] VILÍMKOVÁ, M. Starověký Egypt. Praha: Mladá fronta, 1977, 339 s.
- [4] ŠWIDERKOVÁ, A. *Sedm Kleopater*. Praha: Panorama, 1978, 249 s.
- [5] KLÍMA, J. *Lidé Mezopotámie*. Praha: Orbis, 1976, 333 s.
- [6] <http://www.archeologienadosah.cz/o-archeologii/dejiny-oboru/vyznamne-nalezky/zrcadlo-s-dioskury>
- [7] MAUDUIT, J.A. *Keltové* (čes. překl. Veselá, L. z franc. orig. *L'épopée des Celtes*, nakl. Robert Laffont, 1973). Praha: Panorama, 1979, 207 s.

RESEARCH CENTRE

RMSTC – REGIONAL MATERIALS SCIENCE AND TECHNOLOGY CENTRE



The Regional Materials Science and Technology Centre was founded in 2010 based on a collaborative effort between VŠB – Technical University of Ostrava and MATERIAL AND METALLURGICAL RESEARCH Ltd.

- The Centre is focused on the preparation of highly pure materials, special alloys, biomedical materials, development of materials for high temperature applications and power engineering
- Preparation of materials by advanced powder metallurgy technologies (magnetic materials, friction materials, composite materials, etc.)
- Preparation of nanocrystalline materials based on non-ferrous metals, their alloys and steels prepared by severe plastic deformation, research of processes running in the liquid phase of reactors that affect the utility properties of materials
- Physical and mathematical modelling of processes materials forming, including forging
- Application of the obtained findings in research and development of technology of forming the components for nuclear power engineering equipment.

The complexity of technological solutions of material-technological issues is further deepened by investigation of degradation processes of materials caused by corrosion, high temperatures, stress states and embrittlement due to the hydrogen effects, and their impact on degradation mechanism and safety at operational applications.



+ RELATED RESEARCH TOPICS

Research and development

- Development and optimisation of new technologies of highly pure materials, special metallic alloys and intermetallic compounds with defined structures and physical properties for applications in electronics, medicine, mechanical engineering and chemical industry.
- Development and optimisation of processes of powder technologies for production of selected types of materials and products.
- Control of specific properties of intensively rolled and thermo-mechanically processed materials using their structural potential.
- New sources of strength and toughness of materials for demanding technological applications.
- Research of metallic materials with ultrafine-grained structure (nanostructure), and development of processes for their preparation.
- Experimental verification of new technological procedures for metallic materials with high quality parameters.

+ ORGANISATION

1. Department of material preparation:

- laboratory of pure metals
- laboratory of preparation technology of special materials

2. Department of powder technologies:

- laboratory of magnetic and ceramic materials
- laboratory of friction composites

3. Department of forming processes:

- laboratory of severe plastic forming processes of materials
- laboratory of modelling and optimisation of forming technologies

4. Department of evaluation of material properties:

- laboratory of structural analysis
- laboratory of mechanical properties
- laboratory of chemical analyses
- laboratory of surface analyses and corrosion
- laboratory of physical properties of materials and nano-structures

5. Department of experimental verification of technologies and applications

- laboratory of experimental verification of technologies for manufacture of new materials
- laboratory of modelling of processes in liquid and solid phases

+ RESULTS

Between 2010-14: 5 patents, 50 applied research results and 250 impact articles.

