

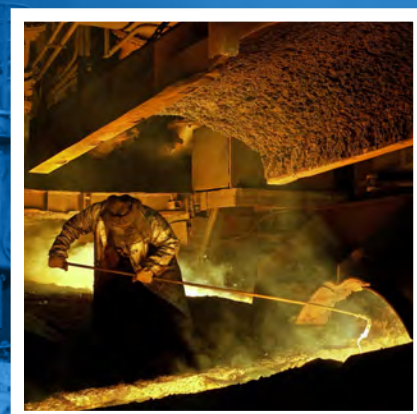


Hutnické listy

METALLURGICAL
JOURNAL

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

WWW.HUTNICKELISTY.CZ
ISSN 0018-8069





Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava
Centrum nanotechnologií
Akreditovaná laboratoř č. 1166
17. listopadu 15
708 33 Ostrava Poruba



Laboratoře Centra nanotechnologií poskytují široký rozsah služeb v oblasti chemické, strukturní a fázové analýzy a testování materiálů, zejména v oblasti analýz materiálů a složek životního prostředí, jako jsou vody pitné, povrchové, podzemní a odpadní, vodné výluhy, zeminy, odpady, emise, sedimenty, paliva, kaly, oleje, stavební a silikátové materiály, lihoviny, technický líh, nemrzoucí směsi. Významnou oblastí je rovněž testování a charakterizace frikčních materiálů. V oblasti analytických činností CNT působí již více než dvacet let a prokazuje tak dostatečnou záruku kvality a spolehlivosti poskytovaných výsledků.

Laboratoře Centra nanotechnologií mají zaveden systém managementu od roku 1997, jsou akreditovány Českým institutem pro akreditaci, o.p.s. dle ČSN EN ISO/IEC 17025:2005 jako zkušební laboratoř č. 1166. Laboratoře mají zaveden flexibilní rozsah akreditace, který umožňuje rozvoj poskytovaných služeb v rozsahu akreditovaných metod, avšak flexibilita je nabízena zákazníkům i v oblasti neakreditovaných metod dle požadavků zákazníka, neboť laboratoře nabízí i neakreditované služby v široké oblasti chemických analýz i v oblasti fázové a strukturní analýzy. Těmto službám se pracovníci věnují se stejným úsilím, jako v případě metod akreditovaných.

Na základě dlouhodobých zkušeností a získaných odborností jsou zákazníkům nabízeny a poskytovány konzultace, interpretace výsledků a odborná stanoviska, a rovněž vývoj a zavádění nových metod zahrnující komplexní řešení zadané problematiky v oblasti anorganických i organických materiálů dle požadavků zákazníka.



Analýza povrchu metodou mikroskopie atomárních sil (AFM)



ICP-MS přístroj pro měření nízkých koncentrací prvků v kapalných vzorcích



Superkritická fluidní extrakce pro extrakci organických látek z pevných vzorků



Metoda stanovení prvků rentgenovou fluorescenční spektrometrií (XRF)



Plynový chromatograf s tandemovou hmotnostní spektrometrií pro analýzu organických látek

Registrační číslo / Registration Number
MK ČRE 18087Mezinárodní standardní číslo / International Standard Serial Number
ISSN 0018-8069

Vydavatel / Publisher

OCELOT s.r.o.
Pohraniční 693/31, 706 02 Ostrava-Vítkovice
IČ: 49245848, DIČ: CZ-49245848
Registrace v obchodním rejstříku Krajského soudu v Ostravě, oddíl C, vložka 30879

Redakce / Editorial Office

OCELOT s.r.o.
Redakce časopisu Hutnické listy
Pohraniční 693/31, 706 02 Ostrava-Vítkovice
Česká republika

Vedoucí redaktor / Chief Editor

Mgr. Šárka Seidlerová
tel.: +420 731 181 238
e-mail: seidlerovas@seznam.cz

Technický redaktor / Technical Editor

Ing. Jan Pošta, CSc.
tel.: +420 596 995 156
e-mail: j.pocsta@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 – Chairperson

prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.

VŠB – Technická univerzita Ostrava, Ostrava, Česká republika

Členové / Members

prof. dr. hab. inž. Leszek Blacha
prof. dr. hab. inž. Henryk Dyja
prof. Peter Filip, Ph.D., D.Sc.
prof. Kaishu Guan, Ph.D.Politechnika Śląska, Katowice, Polsko
Politechnika Częstochowska, Częstochowa, Polsko
USA
School of Mechanical and Power Engineering, East China University of Science and Technology, Shanghai, China
TRINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s., Třinec, Česká republika
Univerzita obrany, Brno, Česká republika
Vysoké učení technické v Brně, Brno, Česká republika
USA
ŽDAS, a.s., Žďár nad Sázavou, Česká republika
VŠB – Technická univerzita Ostrava, Ostrava, Česká republika
Politechnika Częstochowska, Częstochowa, Polsko
ŽP VVC s.r.o., Podbrezová, Slovenská republika
Hutnictví železa, a.s., Praha, Česká republika
ArcelorMittal Ostrava, a.s., Ostrava, Česká republika
Faculty of Engineering, University of Nottingham, UKIng. Henryk Huczala
prof. Ing. Vojtěch Hrubý, CSc.
prof. Ing. František Kavička, CSc.
prof. Terry C. Lowe, Ph.D.
Ing. Ludvík Martínek, Ph.D.
prof. Ing. Karel Matocha, CSc.
prof. dr. hab. Maria Nowicka-Skowron
prof. Ing. Ludovít Parířák, CSc.
Ing. Vladimír Toman
Ing. Zdeněk Vašek, Ph.D.
prof. Wei Sun

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

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

Etický kodex

Časopis Hutnické listy se při svém vydávání řídí etickým kodexem, který stanovuje pravidla pro publikaci příspěvků. To se týká jak posuzování autorských příspěvků, tak následného recenzního řízení. Jeho zněním jsou povinni se řídit autoři, recenzenti i redakce. (Celé znění etického kodexu je zveřejněno na www.hutnickelisty.cz)

© OCELOT s.r.o., 2018

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.

Ethical code

The learned journal Hutnické listy (Metallurgical journal) is governed by an ethical code that sets out rules for the publication of papers. This concerns both the assessment of author's papers and the subsequent peer-review process. The authors, reviewers and editors are must follow its wording. (The full text of the Ethical code is published at our website www.hutnickelisty.cz)

© OCELOT s.r.o., 2018

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

Obsah / Content

Recenzované vědecké články / Peer-reviewed Scientific Papers

- prof. RNDr. Jaroslav Fiala, CSc. FEng.; Ing. Jan Počta, CSc.* 4
Nízkoteplotní relaxace
Low-temperature Relaxation
- Dr. Ing. Zdeněk Kuboň; doc. RNDr. Josef Kasl, CSc.* 11
Korelace creepových a SPCT zkoušek modifikované chromové oceli typu F
Correlation of Creep and SPC Tests of Type F Modified Chromium Steel

Recenzované výzkumné články / Peer-reviewed Research Papers

- Mgr. Marek Vindyš; Ing. Ladislav Kander, PhD.* 16
Numerická simulace tlakového zatížení tahokovů
Numerical Simulation of Pressure Loads of Expanded Metals
- Ing. Jaromír Kaleta; Ing. Bohuslav Chmiel; Ing. Tomáš Huczala, Ph.D.; Ing. Vladimír Troszok* 21
Použití kovonosných briket ke snížení obsahu dusíku v oceli
Use of Metallic Briquettes to Reduce the Content of Nitrogen in Steel
- Ing. Mario Machů, Ph.D.; Ing. Luboš Polcar; prof. Dr. Ing. René Pyszko* 27
Measurement of velocity and Modelling of Airflow for the Purpose of Cooling Rolling Material
Měření rychlosti a modelování proudění vzduchu pro účely ochlazování válcovaného materiálu
- Ing. Václav Strung; doc. Ing. Ivo Szurman, Ph.D.; Ing. Jan Juřica; Ing. Martin Pohludka, Ph.D.* 33
Mikrostrukturální charakteristika slitin NiTiZr a NiTiHf
Micro-structural Characteristic of NiTiZr and NiTiHf Alloys
- Ing. Martin Balcar, Ph.D.; Bc. Pavel Růžička; Ing. Martin Gregor; Ing. Daniela Nacházlová, Ph.D.* 37
Ing. Petr Martínek; Ing. David Hradil; Ing. Jiří Malina, Ph.D.; Ing. Jan Říha, Ph.D.
Ing. Radovan Válek; prof. Ing. Jiří Bažan, CSc.
Vliv chemického složení na strukturu a vlastnosti martenzitické oceli pro aplikaci v primárním okruhu jaderné elektrárny
Effect of Chemical Composition on the Structure and Properties of Martensitic Steel for Application in the Primary Circuit of a Nuclear Power Plant

Informační články / Informative Articles

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

- Ondřej Štec* 44
Meziroční porovnání měsíčních a postupných hutních výrob roku 2017 a 2018

Historie hutnictví / History of Metallurgy

Ing. Jan Počta, CSc.

45

Epilog k seriálu Historie výroby kovů a její obraz v Bibli publikovaném v Hutnických listech,
roč. 69 – 71 (2016 – 2018)

Ing. Ladislav Kašpar

48

Historie a současnost Nové šamotky Velké Opatovic

Společenská kronika / Social Chronicle

K nedožitým 90. narozeninám prof. Ing. Longina Tomise, CSc.

52

Hutnictví ve světě / Metallurgy in the World

53

Dodavatelé příspěvků ve všeobecné části

- TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s. • MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM, s.r.o.
- VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství
- ŽĐAS, a.s. • Ocelářská unie a.s. • Ladislav Zela • redakce

Inzerce

- TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s.

Recenzované vědecké články

Nízkoteplotní relaxace

Low-temperature Relaxation

prof. RNDr. Jaroslav Fiala, CSc., FEng.¹; Ing. Jan Počta, CSc.^{2,3}

¹ Západočeská univerzita v Plzni, Univerzitní 22, 306 14 Plzeň, Česká republika

² CSM Ostrava, Česká republika

³ OCELOT s.r.o., Pohraniční 693/31, 706 02 Ostrava-Vítkovice, Česká republika

Většina fyzikálně-chemických procesů je teplotně aktivovaná a probíhá tím rychleji, čím vyšší je teplota. Existují však i výjimky – procesy probíhající rychleji za nízkých teplot než za teplot vysokých, příp. rychleji, než by odpovídalo pokročení aktuální teploty pod hranici vysokých teplot. Jsou to procesy, které mají nemalý význam pro inženýrskou praxi. Umožňují totiž realizovat výrobu za nižších teplot, tedy prakticky dosažitelnějších teplot, a tím přispívají k úspěšnosti výrobních procesů. Stejný paradox ve významu v přednostním uplatnění nízkých teplot oproti vysokým teplotám se však projevuje i u degradačních procesů, což je leckdy neočekávané, a tedy nebezpečné, vždy však nežádoucí.

Klíčová slova: sekundární struktura; aktivační energie; strukturní poruchy; katalýza; tepelné zpracování; difuze; mřížkové poruchy

Most physical-chemical processes are thermally activated and the higher the temperature, the faster is their reaction. However, there are also some exceptions – the processes running faster at low temperatures than at high temperatures, or faster than it would correspond to the current temperature below the limit of high temperatures. These processes are of great importance for the engineering practice. The reason is that they make it possible to realise production at lower temperatures, i.e. at temperatures that can be more easily achieved in practice, thereby contributing to the economy of production processes. The same paradox in the sense of preferential application of low temperatures compared to high temperatures is, however, reflected also in the case of degradation processes, which is sometimes unexpected and therefore dangerous but always undesirable. The paper analyses the causes and consequences of structural changes in the material, their energetic substance and the mechanisms of physical-metallurgical processes in the transformation of the structure. The key role is played here by lattice defects and diffusion, which initiates movement and accumulation of these defects in order to transfer the structure with the stored energy into a more stable state with less energy. Diffusivity, or the diffusion coefficient depend exponentially on the activation energy and on the temperature. Both parameters have an opposite effect. Some other parameters also influence the determination of magnitude of the diffusion coefficient: geometric factors and number of positions that may be considered for shifting of atoms (these factors differ depending on whether the diffusion is interstitial or substitution over the vacancies), frequency of atomic displacements, and change of entropy. The movement of defects into the rectilinear formations creates a new, relaxed structure.

Key words: secondary structure; activation energy; structure of defects; catalysis; heat treatment; diffusion; lattice defects

Ve strojním inženýrství se relaxací rozumí pomalý pokles napětí v tělese trvale zatěžovaném vnější silou při zachování jeho rozměrů. Relaxací napětí ve šroubech na přírubách parních turbin nebo potrubí tepelných médií může docházet k netěsnosti spojů, úniku tlakového média atp. Rychlost relaxace záleží na chemickém složení a struktuře materiálu, jeho předchozím zpracování (historii výroby), režimu exploatace a zejména na teplotě, se kterou roste. V některých případech je však relaxace napětí velmi rychlá i za nízkých teplot, např. za pokojových teplot, ba naopak se snížením teploty zrychluje. V polovině 70. let

minulého století se např. zjistilo, že dílce z předpjatého betonu ztrácejí vložené napětí již po roce. Archeologické artefakty ze svářkové oceli, které byly v nepříliš dávno době vyrobené zhutněním železné houby, někdy mýlí badatele svou strukturou, která vzhledem ke své relaxované podobě jeví známky značného stáří, ale ve skutečnosti jsou to předměty nevelkého stáří, v nichž došlo k pokročilé nízkoteplotní relaxaci. V každém větším strojírenském závodě registrují případy, kdy mimo očekávání došlo u vyráběných dílů a zařízení k poklesu odolnosti vůči teplotní relaxaci napětí, aniž se následně zjistila

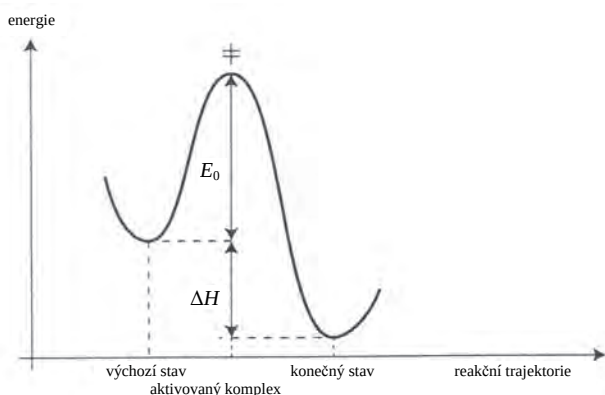
příčina. Ve fyzikální chemii se pojmu relaxace přisuzuje mnohem obecnější význam, který souvisí s definicí rovnovážného stavu systému [1]. Jako rovnovážný se chápe takový stav, do kterého systém dospěje za nekonečně dlouhou dobu po nastavení jeho vnějších (a nadále pak konstantních) pracovních podmínek. Odezva ve struktuře materiálu, kterou systém na nastavení vnějších podmínek reaguje, se nazývá relaxací.

1. Termomechanická podstata relaxace

Každá reakce, a tedy i relaxace, vyžaduje aktivační energii E_0 , jež přechod z výchozího stavu (s vyšším termodynamickým potenciálem), např. energií, do stavu konečného (s nižším termodynamickým potenciálem), umožní. Obr. 1 tuto situaci ilustruje znázorněním reakčního tepla ΔH , které je termodynamickou charakteristikou relaxace a určuje její afinitu. Aktivační energie E_0 , totiž odstup maxima, označeného symbolem $\ddagger$, kterého nabývá potenciálový profil relaxačního procesu od potenciálu ve výchozím stavu, je kinetickou charakteristikou relaxace a určuje její rychlost. Doba t , za kterou k přechodu ze stavu s vyšší energií do energeticky výhodnějšího stavu, tedy s nižší energií, dojde, je v případě teplotní aktivace nepřímo úměrná teplotě T (K). Tato nepřímá úměrnost má exponenciální průběh:

$$t \approx \exp\left[\frac{E_0}{RT}\right]. \quad (1)$$

Je-li konečný stav mezní, t se rovná životnosti. V rovnici (1) je R plynová konstanta. Rychlost fyzikálně-chemické reakce bude tedy, podobně jako tomu zpravidla bývá u relaxace ve strojním inženýrství, s teplotou růst. Vyšší rychlost fyzikálně-chemické reakce se může krýt s vlivem snížené aktivační energie E_0 . Příčinou zbrzděné nízkoteplotní relaxace je výrazný pokles odporu, jenž systém klade fyzikálně-chemické reakci při snížení teploty. Zmenšení kinetické bariéry fyzikálně-chemického procesu převyšší vliv snížení tepelné energie (měřené teplotou), pomocí níž je tato bariéra překonávána.



Obr. 1 Potenciálový profil průběhu relaxace
Fig. 1 Potential profile of course of relaxation

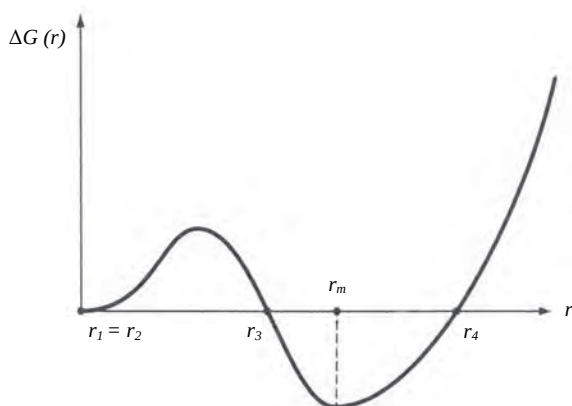
Nízkoteplotní relaxace je odchylkou od van't Hoffova pravidla, které říká, že většina procesů na povrchu Země se zrychluje dvakrát až třikrát při zvýšení teploty o 10 °C. Jeho téměř univerzální platnost dokládají příklady z různých oborů přírodních jevů nebo výrobních pochodů: rychlost inverze sacharózy se při zvýšení teploty o 10 °C zvyšuje 3,6krát, rychlost chemické reakce $H_2 + I_2 = 2HI$ 2,5krát, rychlost lihového kvašení dvakrát, rychlost chemické reakce $CH_3COOC_2H_5 + NaOH = CH_3COONa + C_2H_5OH$ 1,9krát, rychlost růstu žabího vejčka 2,7krát a řada dalších příkladů. Rychlost nízkoteplotních relaxačních procesů se tedy často neurčuje přímo měřením, ale výpočtem, a to lineární extrapolací výsledků z vysokoteplotních měření. A to je právě největší problém stanovení relaxační rychlosti při nízkých teplotách. Protože je aktivační energie relaxace systému závislá též na jeho na teplotě, jsou takto získané hodnoty rychlosti nízkoteplotní relaxace nesprávné. Dá se tedy říci, že „fenomén nízkoteplotní relaxace“, tak jak je inženýrskou praxí chápán, je antropogenní. Z hlediska přírodovědného žádný kvalitativní rozdíl mezi relaxací za vysoké a nízké teploty neexistuje. Jsou zde ovšem rozdíly kvantitativní, dané detaily mikroskopického mechanismu relaxace.

2. Strukturní přeměny

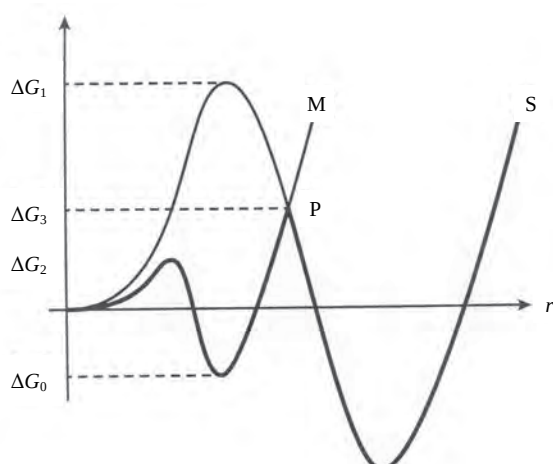
Mikroskopický mechanismus relaxace ilustruje příklad fázové přeměny (obr. 2) [2]. Potenciálový profil reakční trajektorie fázové transformace je brzděn povrchovým napětím fázového rozhraní, rozdílem hustot výchozí a nové fáze, koherencí jejich rozhraní a parakrystalickou distorzí nově vznikající fáze. Má-li vznikající zárodek nové fáze tvar koule, pak reakční diferenciální Gibbsova funkce ΔG (J) této transformace (volná energie) je polynomelem 4. stupně:

$$\Delta G = \Delta G(r) = k_1 r^2 + k_2 r^3 + k_3 r^4. \quad (2)$$

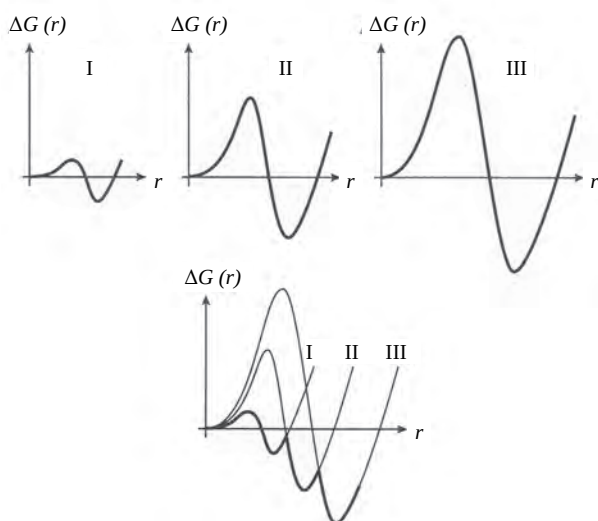
V rovnici (2) je r poloměr koule, součinitel k_1 je určen mezipovrchovým napětím a koherencí rozhraní mezi novou a výchozí fází, k_2 rozdílem jejich objemové volné entalpie a k_3 rozdílem hustot výchozí a nové fáze, koherencí jejich rozhraní a parakrystalickou distorzí [3]. V případě, že aktivační energie fázové přeměny ΔG je příliš vysoká, volí materiál pro fázovou přeměnu energeticky úspornější, postupnou cestu, a to ve dvou etapách. Nejdříve proběhne proces, s potenciálem podle křivky M (obr. 3). Vznikne přechodný metastabilní reakční meziprodukt, k čemuž stačí nižší aktivační energie $\Delta G_2 < \Delta G_1$. Teprve po delší době protne v bodě P vzestupná větev potenciálového profilu M sestupnou větev profilu S a přechodná metastabilní forma reakčního produktu transformuje při aktivaci $\Delta G_3 - \Delta G_0$ v rovnovážnou formu nové fáze. Je-li $\Delta G_3 - \Delta G_0 < \Delta G_1$, dochází k nízkoteplotní relaxaci. Tento proces může probíhat i ve více etapách (obr. 4). V takovém případě k fázovým přeměnám dochází v několika vlnách, které se ve výsledku projeví postupným poklesem volné energie ΔG .



Obr. 2 Potenciálový profil reakční trajektorie fázové transformace
Fig. 2 Potential profile of reaction trajectory of phase transformation



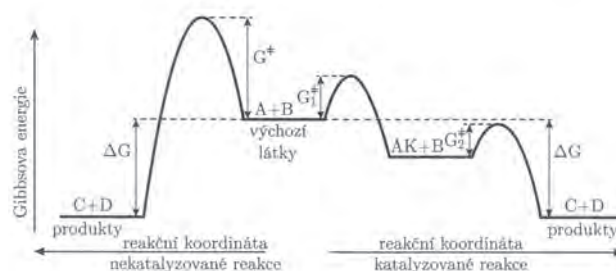
Obr. 3 Potenciálový profil reakční trajektorie dvoustupňové transformace
Fig. 3 Potential profile of reaction trajectory of double step transformation



Obr. 4 Potenciálový profil reakční trajektorie třístupňové fázové transformace
Fig. 4 Potential profile of reaction trajectory of three step transformation

Nízkoteplotní relaxace je přínosem, když podle ní probíhá přeměna, která je součástí technologického procesu. Taková technologie je pak méně energeticky náročná. Jedná-li se však o přeměnu, ke které dochází degradačním procesem, je nízkoteplotní relaxace nežádoucí jev. Vyrobený strojní díl vypoví službu za kratší čas nebo při nižší provozní teplotě, než se očekává.

Často se nízkoteplotní relaxace uplatňuje při tepelném zpracování materiálu [4], když chceme, aby nabyl jiných vlastností, než dosáhl v přírodním stavu. Má-li být např. ocel tvrdá, zakalíme ji s cílem dosažení martenzitické struktury. Přeměna austenitu se děje za nízké teploty. Difuze je pomalá a v důsledku toho nevznikne směs feritu s cementitem, ale (bezdifuzně) martenzit, který je tvrdší. Jestliže se vytvrdí 4% tuhý roztok mědi v hliníku po rozpouštěním žhání a chlazení ve vodě při nižší teplotě (režim nízkoteplotní relaxace), vznikají jeho rozpadem Guinierovy-Prestonovy zóny a koherentní přechodné precipitáty (tedy nerovnovážné fáze). V důsledku toho je pak slitina pevnější, než když přirozeně stárne za vyšších teplot, kdy vzniká rovnovážný precipitát Al_2Cu , který je nekoherentní s matečnou maticí. Nerovnovážné, přechodné produkty přeměny homogenního tuhého roztoku mají omezenou životnost a časem se rozpadnou. Leckdy se přesto vyplatí (s využitím nízkoteplotní relaxace) slitiny založené na bázi takových tuhých roztoků vyrábět.



Obr. 5 Reakční trajektorie fázové transformace s katalyzátorem a bez něj
Fig. 5 Potential profile of phase transformation with catalyst and without its

Nízkoteplotní relaxace (s režimem snížení teploty při dané rychlosti relaxace nebo zrychlení relaxace při dané teplotě) lze docílit též přítomností katalyzátorů [5], které podmiňují tvorbu meziproduktů s časově omezenou životností. Tyto meziprodukty vznikají na určitých aktivních místech molekulární, resp. nadmolekulární struktury katalyzátoru za takových podmínek, aby bylo v systému dosaženo co nejmenší volné energie ΔG . Obr. 5 znázorňuje reakční trajektorii fázové transformace s katalyzátorem a bez něj. Katalyzátor K neovlivní reakční teplo $\Delta G^\ddagger$, ale aktivizační energii $G_1^\ddagger$, jež je nahrazena aktivizační energií $G_2^\ddagger$ dílčí reakce $A + B + K = AK + B$ a aktivizační energií $G_3^\ddagger$ dílčí reakce $AK + B = C + D + K$. Superpozice obou aktivizačních energií $G_1^\ddagger + G_2^\ddagger$ je přitom menší než nekatalyzovaná reakce $G_1^\ddagger$. Částice se kumulují v jakýchkoli dutinách, dost velkých, aby se do nich reagující molekuly mohly dobře směstnat, a přitom dost malých, aby jejich

těsné uspořádání vyhovovalo účinku přitažlivých sil na krátkou vzdálenost při interakci reagující látky s katalyzátorem. Aby katalyzátor fungoval, tj. aby se jeho účinkem mohla snížit teplota, při které reakce probíhá, musí být konfigurace jeho aktivního centra přizpůsobená struktuře reagujících molekul, čili musí být koherentní. V tom právě spočívá dovednost molekulárního inženýrství katalyzátorů. Vzhledem k tomu, že velká část materiálů je dnes zpracována za pomoci katalyzátorů, stala se katalýza nejdůležitějším pochodem uplatňovaným v nízkoteplotní relaxaci.

3. Fyzikální principy strukturních přeměn

Strukturní přeměny kovů mohou mít obecně několik příčin, z nichž každá vede ke snížení energetického potenciálu systému [6, 7]. Při deformaci polykrystalu se zvyšuje hustota dislokací řádově z $10^6 - 10^8 \text{ cm}^{-2}$ na $10^{11} - 10^{12} \text{ cm}^{-2}$, čímž se výrazně zvyšuje energetický potenciál mřížky. Ve snaze dosáhnout stabilní stav se mřížka transformuje do podoby s nižší volnou energií. Tomu napomáhá teplota, příp. čas, jejichž vliv je popsán u následujících fyzikálních principů strukturních přeměn:

- **Zotavení** struktury není jistě poslední fáze v její přeměně v průběhu toku času. Zotavení se v důsledku působení teploty zasluhuje o snížení energetického stavu nastalého zvýšením hustoty dislokací po deformaci. Vede k polygonizaci hranic zrn v důsledku seřazení dislokací do nových útvarů, z nichž vznikají hranice nových zrn, resp. subzrn, která jsou koherentní s původní mřížkou. Přitom uspořádání dislokací do nových útvarů je spojeno jen s malými úhlovými výchylkami.
- Na rozdíl od zotavení je **rekrytalizace** (primární rekrytalizace) více teplotně dotovaná přeměna mřížky, protože posuv dislokací je tepelně podmíněný proces. Přitom dochází k anihilaci mřížkových poruch, což je spojeno na jedné straně s dalším snížením energie systému a na druhé straně s nukleací a růstem nových zrn v původní (do té doby deformované) matečné mřížce. Nová zrna jsou nekoherentní v původní mřížce. Čím větší je polygonizace, tím frekventovanější je nukleace nových zárodků. Jejich růst na úkor matečné fáze je pak přímo úměrný desorientaci hranic zrn.
- Významnou překážkou ve snižování energetického potenciálu systému jsou **hranice zrn**. Atomy na hranicích zrn mají větší energii než atomy uvnitř zrn. To je nevýhoda, kterou se polykrystaly liší od monokrystalů. Ty mají blíže k energeticky rovnovážnému stavu. Hranice zrn jsou vlastně poruchy struktury, které působením zvýšené teploty, s cílem uvést systém do stavu s nižší energií, mají tendenci snižovat jeho mezipovrchovou energii. Výsledkem je relativní zmenšování plochy hranic zrn, a proto se snižuje jejich počet růstem a mizením malých zrn. Dopomáhá k tomu mechanismus rovnováhy sil na hranicích zrn tvořených nahuštěnými dislokacemi. Limitním případem tako-

vého růstu zrn je naprostá minimalizace počtu zárodků a umožnění přednostního růstu jen několika z nich. To se děje optimalizací kombinace předešlé deformace, která by neměla být velká, aby mohla garantovat jen minimální počet vzniklých zárodků, a následného žhání při vysoké teplotě, která zase umožní rychlejší pohyblivost hranic zrn, tedy jejich růst.

- Uhlíku a dusíku obsaženému v přesyceném tuhém roztoku oceli je připisován efekt **stárnutí** (ageing). Při něm se v mřížce volně vyskytují uvedené prvky, jež tvoří precipitáty obklopené polem napětí [8], které bylo později pojmenováno jako Cottrellova atmosféra, přičemž A. H. Cottrell byl autorem názvu atmosféra pro interakci dislokace a atomů příměrových prvků. Cottrellovy atmosféry představují překážky v pohybu dislokací. Výsledkem je vytvrzení struktury – zpevnění po stárnutí (age-hardening). Stárnutí samo o sobě není procesem strukturní přeměny (projevuje se změnou mechanických vlastností), ale zvýšená hustota precipitátů může i při vysokoteplotním zpracování oceli za předpokladu, že nedojde k jejich rozpuštění (homogenizaci) být příčinou zbrzdění pohybu mřížkových poruch. V důsledku toho může dojít k nakupení energie do mezního stavu, za nímž stačí jen malý impuls, např. tepelný anebo napěťový, ke změně struktury.
- Při **tečení** (creepu) dochází ke změně struktury vlivem plastické deformace probíhající při konstantním napětí při jeho dlouhodobém působení. Má-li tedy platit $\sigma = \frac{F}{S} = \text{konst.}$, pak musí platit i $\frac{dF}{dt} < 0$, neboť u většiny tvářecích pochodů je též $\frac{dS}{dt} < 0$. Zde je F síla, S plocha, na niž síla působí, a t je čas. Síla tedy musí v souladu se zmenšující se (deformovanou) plochou také klesat (monotónně, aby platilo $\sigma = \text{konst.}$). Zmíněné archeologické artefakty leží celá staletí ve svém prostředí, aniž by na ně vnější síla působila, anebo v případě, že jsou zavaleny nějakou krycí vrstvou, na ně působí síla stále stejně. V případě, že jsou tyto předměty vystaveny vnější síle, je tato síla v čase stejně velká $F = \text{konst.}$, jejich struktura stále podléhá jejímu působení – pomalu a předměty se v čase deformují, tedy $\frac{dS}{dt} < 0$. Výsledek je, že $\frac{d\sigma}{dt} > 0$, neboli σ se zvětšuje. Nastává tedy stav $\sigma \neq \text{konst.}$, takže proces není tečení. Toto je rozdíl od zmíněného případu armovací výztuže nebo namáhaných strojních dílů. V armovacích drátech skutečně dochází k tečení, charakterizovanému vzniklou deformací, která je závislá na čase a napětí, resp. předpětí, kterému byly dráty vystaveny před zalitím do betonu. Převládajícím pochodem strukturních změn při tečení polykrystalů je zotavení, doprovázené skluzem dislokací a polygonizací.
- K nukleaci a následně k růstu zrn dochází především v silně deformovaných oblastech mřížky. Může to být např. v okolí inkluzí, jejichž původ lze spatřovat v nečistotě průmyslově vyráběné oceli. O čistotě oceli (z archeologických vykopávek zmíněných výše) vyrobené zhutňováním železné hroudy v plastickém stavu

vytloukáním strusky, která má nižší bod tavení než kov, čili byla ještě v tekutém stavu ve srovnání s kovovou fází, si nemusíme dělat nějaké iluze. Inkluzí bylo ve struktuře svárkového železa jistě dost. Proto svárkové železo obsahuje velké množství nukleárních míst a pozdější propuknutí **relaxaci** mělo do své povahy geneticky zakódovanou v důsledku technologie své výroby. Dnešní technologie výroby využívají důslednou selekci vsázky za účelem dodržení její jakosti, odstraňují škodlivé prvky již v tavné fázi výroby oceli, aplikují mimopecní rafinaci s cílem dodržení mikročistoty, příp. optimalizace morfologie nekovových vměstků, dále využívají sekundární homogenizaci a ochranu oceli před okysličením při odlévání, optimalizují časové řízení krystalizace a tuhnutí, a stejně tak optimalizují deformační režim při tváření spolu s režimem tepelného zpracování hoto- vých výrobků. Všechny tyto faktory pokročilých technologií riziko iniciace inkluzí výrazně snižují.

Přeměna struktury probíhá i za normální nebo snížené teploty, a hovoří se tak o **nízkoteplotní relaxaci**. Ve struktuře se vlivem deformace zvětšuje hustota dislokací, které zvyšují energetický potenciál. Systém se snaží dostat do energeticky stabilnějšího stavu (s nižší energií). K tomu nemá k dispozici teplotu, která se v případě archeologických artefaktů, armovacích drátů nebo stroj- ních dílů nemění, ale jen čas. Výše uvedené strukturo- tvorné pochody mohou v zásadě probíhat těmito fyzikál- ními mechanismy: difuzí atomů, příčným skluzem dislo- kací, šplhem dislokací, pohybem vakancí nebo pohybem interstic. Změnu mřížky ve jmenovaných předmětech nezpůsobuje napětí vyvolané nějakou vnější silou, takže nedochází k deformaci – čili k pohybu dislokací. Musí tedy působit jiný mechanismus, a to difuze. Vlastní me- chanismus difuze se děje prostřednictvím pohybu vakancí, intersticiál nebo výměnou pozic atomů a tyto fyzikální mechanismy jsou tedy původci nízkoteplotní relaxace. Výměně pozic atomů za normální nebo nízkých teplot se však pro její vysokou energetickou náročnost nedává velká naděje k realizaci. Nízkoteplotní rekrystalizace se tedy děje především pohyby vakancí a interstic a ty se řídí zákony difuze.

4. Difuze

Klíčovou úlohu v mechanismech nízkoteplotní relaxace hraje tedy difuze. Za nízké teploty dochází totiž ke spon- tánní redistribuci strukturních poruch a jejich sdružování (kondenzaci) v topologicky souvislé komunikační kanály. Těmi se pak přesuny atomů při relaxaci dějí mnohem snáze, a tedy rychleji, než přes ideální, bezporuchovou a kompaktní matici. Za vysoké teploty se však segregáty mřížkových poruch (strukturních defektů) stávají entropicky neúnosné a ve snaze snížit volnou energii anihilují. Tím kanály anomálně rychlé difuze mizí a relaxace se zpomaluje.

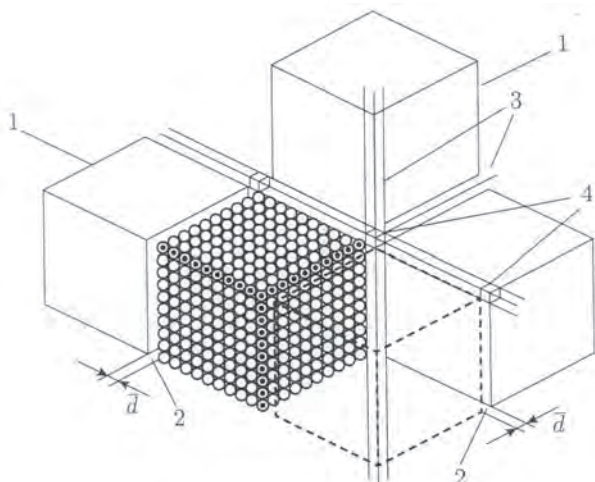
Hnací silou procesu, kterým na bázi primární struktury, definované rozložením atomů v ideálním krystalu, vzniká jakási hyperstruktura (nadstruktura) či sekundární struk-

tura, tvořená na základě původních defektů primární struktury, je energie krystalu. Každé porušení ideální krystalové struktury totiž energii krystalu zvyšuje a v okolí těchto poruch dochází k posunutí množství atomů z jejich rovnovážné polohy. Pokud jsou dvě strukturní poruchy daleko od sebe, posunutí atomů se vzájemně neovlivňují a energie takových dvou poruch se v účinku na celý krystal sčítá. Jsou-li však takové dvě poruchy blízko u sebe, pak posunutí atomů v sousedství jednoho defektu ovlivní i posunutí atomů v okolí druhého defektu. A při vhodné konstelaci těchto dvou blízkých defektů bude jejich celková energie menší než prostá superpozice energií obou poruch. Snaha o snížení energie podle Le Chatelierova principu vede pak právě k takové vhodné konstelaci poruch, jejichž působením se energie soustavy minimalizuje. Předpokladem snížení energie při existenci mřížkových poruch je jejich nakupení do jakýchsi klastřů – segregáčních zón [9]. Příčinou toho je krátký dosah sil meziatomového působení, které se snižují s šestou až dvanáctou mocninou jejich vzdálenosti. Aby se dva strukturní defekty mohly ovlivňovat, musí být blízko sebe. Anizotropie vazebných sil, podmíněná rozložením elektronových orbitálů a projevující se např. v anizotropii ideální krystalové struktury, určuje také charakter sekundární struktury krystalu a tím i jeho anizotropii, resp. dimenzionalitu.

Krystalová matrice vyplňující prostor mezi lineárními, plošnými nebo skeletárními zónami obsahujícími struk- turní poruchy se segregací těchto poruch zbavuje. Fakticky tím dochází ke zvětšení topologicky souvislých oblastí s ideální krystalovou strukturou. To je velmi důle- žité v případě, že strukturních poruch je mnoho a při je- jich rovnoměrném rozložení by se velikost bloků ideální, bezdefektní struktury zmenšila natolik, že by to způsobilo zvýšení objemové volné entalpie (ideální) krystalové struktury. Tvorba sekundární struktury, tj. strukturalizace pole defektů v krystalech, je tedy mechanismem procesu, jímž se zachovává určitá minimální velikost bloků s ideální krystalovou mřížkou. Že taková spodní hranice velikosti difrakčně koherentních bloků existuje, se zjistilo krátce po objevu difrakce rtg záření. Ta ukázala, že ani po extrémně intenzivním tváření kovu jeho difrakční čáry nevymizí, jen se mírně rozšíří. Do bilance strukturních pochodů vstupuje též povrchová energie rozhraní, definu- jícího sekundární strukturu krystalu, která při zmenšování bloků ideální krystalové struktury roste [10]. Nejmenší blok, na který krystal rozděluje jeho sekundární struktura, si lze představit jako nedělitelnou stavební částici – kvantum (ideální) krystalové mřížky. Tato kvanta mají koloidní velikost (10 – 100 nm).

Oblastmi, v nichž jsou koncentrovány strukturní poruchy (označují se jako T-prostor krystalu), probíhá difuze rychlostí o několik dekadických řádů vyšší než základní maticí, kde je poruch velmi málo. Je to způsobeno tím, že v T-prostoru jsou vzdálenosti atomů v důsledku vysoké koncentrace strukturních poruch mnohem větší než v základní matici, z níž byly poruchy odčerpány do T-prostoru. Obr. 6 znázorňuje geometrickou konfiguraci T-prostoru, v němž jsou kondenzovány strukturní poru-

chy. V T-prostoru jsou atomy od sebe vzdáleny jen o jednu nebo několik málo setin Å více než v ideální matici, což však jejich interakci mnohonásobně zesílí.



Obr. 6 Schématické znázornění sekundární struktury krystalu a komponent jeho T-prostoru:

1 – bloky ochuzené o strukturní poruchy, 2 – plošné komponenty T-prostoru, 3 – lineární komponenty T-prostoru, 4 – uzly T-prostoru (nulrozměrné komponenty), $\bar{d}$ – tloušťka plošné komponenty T-prostoru

Fig. 6 Schematic illustration of secondary structure of the crystal and of components of its T-area

1 – blocks deprived of structure defects, 2 – planar components of T-area, 3 – linear components of T-area, 4 – nodes of T-areas (zero-dimensional components), $\bar{d}$ – thickness of planar component of T-area

Koeficient difuze D (difuzivita) závisí jednak na aktivační energii difuze E potřebné k tomu, aby částice (atom) difundující látky prošla difuzními kanály, jednak na počtu D_0 těchto difuzních kanálů s aktivační energií E , které jsou k dispozici. Hodnota konstanty D_0 závisí na frekvenci tepelných kmitů atomů [7]. Závislost koeficientu difuze D na teplotě a aktivační energii se řídí Arrheniovým vztahem

$$D = D_0 \cdot \exp\left[-\frac{E}{RT}\right], \quad (3)$$

v němž je R plynová konstanta a T je teplota (K). Pro intersticiální difuzi platí podle [11] vztah

$$D_0 = a^2 \cdot k \cdot f \cdot \exp\left[\frac{\Delta S_i}{R}\right] \quad (4)$$

a pro substituční difuzi vakancemi platí

$$D_0 = a^2 \cdot k \cdot f \cdot \exp\left[\frac{\Delta S_m}{R} + \frac{\Delta S_v}{R}\right]. \quad (5)$$

V rov. (4) pro intersticiální difuzi znamená a vzdálenost sousedních intersticiálních pozic, k počet nejbližších intersticiálních mezer kolem intersticiální pozice, f frekvenci mřížkových kmitů, tj. četnost pokusů o přechod z jedné intersticiální pozice do sousední intersticiální pozice, ΔS_i změnu konfigurační entropie při přechodu intersticiálního atomu z jedné intersticiální pozice do

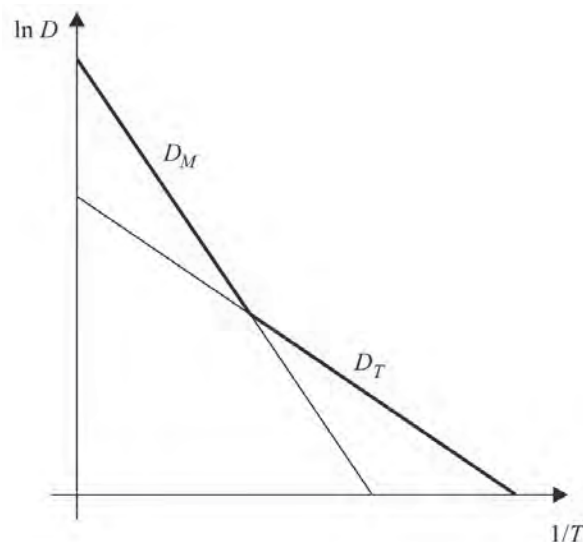
druhé a R plynovou konstantu. V rov. (5) pro substituční difuzi znamená a vzdálenost nejbližších sousedních mřížkových pozic, k jejich počet, f četnost pokusů o přechod z jedné mřížkové pozice do sousední, ΔS_m změnu konfigurační entropie při přechodu substitučního atomu z jedné mřížkové pozice do sousední, která je tvořena vakancí, ΔS_v změnu vibrační energie v důsledku vzniku jedné vakance na mol, tj. důsledkem změny frekvenčního spektra mřížkových kmitů při vnesení vakance do krystalu, a R je plynová konstanta.

Z rov. (4) a (5) je patrné, že hodnota předexponenciálního faktoru D_0 závisí na počtu přípustných pozic k , do kterých se difundující atom z dané výchozí polohy může dostat. Proto je hodnota předexponenciálního faktoru při difuzi základní maticí D_{0M} větší než hodnota předexponenciálního faktoru při difuzi T-prostorem D_{0T} . Také aktivační energie difuze základní maticí E_M je větší než aktivační energie difuze T-prostorem E_T . V důsledku toho při nízkých teplotách přednostně probíhá difuze T-prostorem. Koeficient difuze pak má tvar

$$D_T = D_{0T} \cdot \exp\left[-\frac{E_T}{RT}\right]. \quad (6)$$

Při vysokých teplotách pak difuze probíhá přednostně základní maticí a koeficient difuze nabývá tvar

$$D_M = D_{0M} \cdot \exp\left[-\frac{E_M}{RT}\right]. \quad (7)$$



Obr. 7 Koeficient difuze podle bimodálního modelu

Fig. 7 Diffusion coefficient by the bimodal model

Bimodální model difuze byl v mnoha případech skutečně měřením ověřen (obr. 7). Někdy najdeme pro jeden materiál dokonce tři mechanismy difuze, které jsou přednostní v různých teplotních oborech: difuzi maticí s koeficientem podle rov. (7), difuzi lineárními komponentami T-prostoru s koeficientem

$$D_{TL} = D_{0TL} \cdot \exp\left[-\frac{E_{TL}}{RT}\right] \quad (8)$$

a difuzi plošnými komponentami T-prostoru s koeficientem

$$D_{TP} = D_{0TP} \cdot \exp\left[-\frac{E_{TP}}{RT}\right]. \quad (9)$$

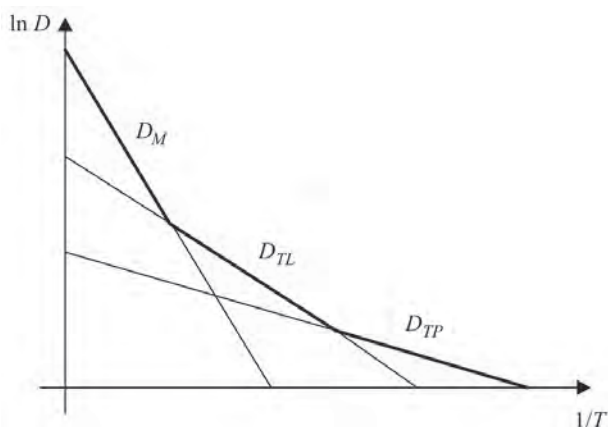
Koeficienty D_{0TL} , D_{0TP} , E_{TL} a E_{TP} v rov. (8) a (9) mají obdobný význam jako v rov. (6), avšak platné pro dané mechanismy: difuze lineárními komponentami a difuze plošnými komponentami. Zpravidla platí

$$E_M > E_{TL} > E_{TP} \quad (10)$$

a také

$$D_{0M} > D_{0TL} > D_{0TP}, \quad (11)$$

takže při nízkých teplotách převládne difuze plošnými komponentami T-prostoru, při středních teplotách difuze lineárními komponentami T-prostoru a při vysokých teplotách difuze základní maticí (obr. 8).



Obr. 8 Koeficient difuze podle trimodálního modelu
Fig. 8 Diffusion coefficient by the trimodal model

Kondenzace strukturních poruch do T-prostoru, což představuje strukturalizaci pole defektů a vytvoření T-prostoru, je provázena nejen snížením vnitřní energie, což je hnací silou zformování T-prostoru, ale také snížením entropie. Snížení entropie však vede ke zvýšení termodynamického potenciálu, jenž je tím větší, čím vyšší je teplota. V důsledku toho se s rostoucí teplotou T-prostor stává posléze energeticky neúnosný, rozpadá se, a tím anihilují i kanály anomálně rychlé difuze. To je druhý důvod pro průběh difuze základní maticí při vysoké teplotě. Jindy probíhat nemůže, protože T-prostor při vysoké teplotě neexistuje. Podmínkou pro vznik T-prostoru, jímž probíhá difuze rychleji než základní maticí, je dostatečně nízká teplota, která potlačí vliv entropie působící negativně na strukturalizaci.

Difuze snáze probíhá v systémech s větším počtem mřížkových poruch (hranice zrn, dislokace, vakance, intersticiály). Proto se lépe uplatňuje v polykrystalech, které jsou plny takových poruch, oproti monokrystalům. Zajímavý

je také vliv hustoty uspořádání atomů v mřížce: čím větší je hustota atomů, tím je difuze pomalejší. Proto je difuze v kovech s KSC mřížkou (Fe α – ferit, Cr, Mo, W) rychlejší než v kovech s KPC mřížkou (Fe γ – austenit, Cu, Al, Au, Ag). To znamená, že by kovy z prvně jmenované skupiny měly být náchylnější na strukturní změny vlivem difuze než kovy ze druhé skupiny.

Závěr

Nízkoteplotní relaxace je jeden z pochodů probíhající ve struktuře materiálu po jeho prvotní výrobě, který je časově, teplotně a energeticky podmíněn. Základní fyzikální princip spočívá v difuzi, která je hnací silou pohybu mřížkových poruch. Na bázi přeskupení mřížkových poruch (strukturních defektů), jako jsou dislokace, vakance, hranice zrn, vrstevné chyby, intersticiály nebo substituční atomy, které se vyskytují v původní struktuře, se v materiálu tvoří sekundární struktura. V ní mřížkové poruchy segregují do lineárních plošných či skeletárních útvarů. Sekundární struktura tak udržuje bezporuchové objemy materiálu (bloky) v určité minimální velikosti, aby se nezvyšovala objemová volná entalpie krystalové mřížky.

Literatura

- [1] MOORE, W. J. *Fyzikální chemie* (čes. překl.). Praha: SNTL, 1981, 976 s.
- [2] VERHOEVEN, J. D. *Fundamentals of Physical Metallurgy*. New York: John Wiley & Sons, 1975, 567 s., ISBN 0-471-90616-6.
- [3] HINDELEH, A. M., HOESMANN, R. Paracrystals Representing the Physical State of Matter. *Journal of Physics: Solid State Physics*, 21 (1988), 4155–4170.
- [4] HRIVŇÁKOVÁ, D. *Teória fázových prémiem*. Bratislava: Slovenská technická univerzita v Bratislave, 2002, 142 s., ISBN 80-227-1665-0.
- [5] TREINDL, L. *Chemická kinetika*. Bratislava: Slovenské pedagogické nakladatelstvo, 1990, 352 s., ISBN 80-08-00365-0.
- [6] EISENKOLB, F. *Einführung in die Werkstoffkunde*, Band I, Allgemeine Metalkunde, die 4. Ausgabe. Berlin: VEB Verlag Technik, 1960, 235 s.
- [7] SMALLMAN, R. E. *Moderní nauka o kovech* (čes. překl. Kratochvíl, P. aj.). Praha: SNTL, 1964, 318 s.
- [8] COTTRELL, A. H. *Základy fyziky kovů* (slov. překl. 2. vyd. Králík, F., Havald, O.). Bratislava: Slovenské vydavateľstvo technickej literatúry, 1962.
- [9] VESNIN, Ju. I. *Vtoričnaja struktura i svojstva kristallov*. Novosibirsk: Institut něorganičeskoj chimii Sibirskogo otdělenija Rossijskoj akademii nauk, 1997, 102 s., ISBN 5-7692-0041-3.
- [10] FIALA, J., KRAUS, I. *Povrchy a rozhraní*. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2016, 402 s., ISBN 978-80-01-05881-7.
- [11] FIALA, J., MENTL, V., ŠUTTA, P. *Struktura a vlastnosti materiálů*. Praha: Academia, 2013, 572 s., ISBN 80-200-1223-0.

Korelace creepových a SPCT zkoušek modifikované chromové oceli typu F

Correlation of Creep and SPC Tests of Type F Modified Chromium Steel

Dr. Ing. Zdeněk Kuboň¹; doc. RNDr. Josef Kasl, CSc.²

¹ MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM, s.r.o., Pohraniční 31/639, 703 00 Ostrava-Vítkovice, Česká republika

² Výzkumný a zkušební ústav Plzeň s.r.o., Tylova 1581/46, 301 00 Plzeň, Česká republika

Creepové zkoušky malých vzorků (SPCT) jsou alternativní metodou, jak získat informace o materiálových vlastnostech ocelí a slitin v případě, kdy omezené množství zkušebního materiálu nedovoluje provést konvenční creepové zkoušky. S výhodou je tak lze použít i pro stanovení aktuální zbytkové životnosti kritických komponent energetických zařízení. Třebaže se napětový stav u SPCT značně odlišuje od jednoosého tahu, a navíc se v průběhu zkoušky mění, ukázalo se, že u SPCT platí stejné teplotně-napětové závislosti i vztahy jako u zkoušek creepu. Pomocí jednoduchého přepočítacího faktoru, založeného na porovnání zatížení u SPCT a napětí u creepové zkoušky s identickou dobou do lomu, tak lze výsledky obou typů zkoušek navzájem porovnávat a sjednotit. Na příkladu modifikované chromové oceli typu F je uvedeno porovnání výsledků konvenčních creepových zkoušek a SPCT a jsou uvedeny hodnoty přepočítacích koeficientů, které umožňují vzájemnou porovnatelnost obou těchto metod.

Klíčová slova: Creep; SPCT; modifikovaná chromová ocel odolná creepu; extrapolací metody; mez pevnosti při tečení

Small punch creep test (SPCT) is an alternative method for obtaining information about the material properties of steels and alloys when only a limited amount of test material is available that does not make it possible to perform conventional creep and/or stress rupture tests. SPCT testing can also be used for determination of the residual life of critical components of a fossil fuelled power plant. SPCT method is a part of the CWA 15627 "Small Punch Test Method for Metallic Materials" published in 2007 and this method will be a part of a prepared proposal of a standard of Small Punch Testing. Similar activities are also within ASTM (ASTM WK47431 "New Practice for Small Punch Test Method for Metallic Materials"), and in Japan they have an approved SPCT test standard. Although the complex stress state of the SPCT tests differs considerably from the uniaxial tension in case of creep test and further changes during the test, it was shown that the same stress-temperature dependence and relationships are valid in SPCT tests as in creep tests, and by using a simple load-based conversion factor between the SPCT test and the creep test with the same time to rupture, the results of both test types can be integrated. This is demonstrated by an example of modified chromium steel of F-type where a comparison of creep and SPCT tests results was presented, as well as the conversion factor that allows comparison of these two methods.

Key words: Creep; SPCT; modified chromium creep resistant steel; extrapolation methods; creep rupture strength

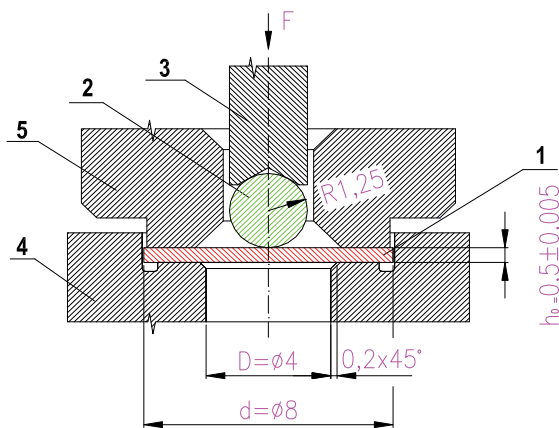
Metoda zkoušení malých vzorků představuje stále inovativní a velice perspektivní způsob zjišťování materiálových charakteristik. Uplatňuje se zejména v případech, kdy není možné využít klasických zkušebních metod, a to buď z důvodu nedostatku zkušebního materiálu, nebo nemožnosti, technické obtížnosti nebo ekonomické nevýhodnosti jeho odběru. Taková situace často nastává v případě nutnosti získat zkušební materiál z komponent již provozovaných zařízení. Metoda byla původně vyvinuta asi před třemi desetiletími jako způsob odběru vzorků a hodnocení degradace materiálů tlakových nádob a reaktorů jaderných elektráren, kde hraje velikost zkušebního tělesa významnou roli i z hlediska radioaktivity. Metoda se rychle rozšířila do ostatních oblastí, zejména klasické energetiky, ale i těžké chemie a strojírenství, a je nyní považována za účinný nástroj pro hodnocení materiálových vlastností ocelí a slitin. Úspěšně se využívá ke stanovení mechanických vlastností (mez kluzu, mez pevnosti), vrubové houževnatosti (přechodové teploty

FATT), lomové houževnatosti, nízkocyklové únavy a creepu [1 – 3]. Metoda hodnocení malých vzorků obvykle vyžaduje pouze malé množství materiálu, ale může poskytnout klíčové informace o vlastnostech, například pro úzce lokalizované oblasti, jako např. stanovení creepové odolnosti tepelně ovlivněné oblasti svarových spojů [4]. Nedávno byly creepové zkoušky malých vzorků oceněny díky svému jedinečnému potenciálu pro hodnocení nových materiálů pro letectví, kde není dostatek materiálu pro konvenční zkušební přístup [5].

Největší výhodou creepových zkoušek malých vzorků (Small Punch Creep Tests – SPCT) pak je to, že mohou být použity i pro hodnocení zbytkové životnosti dlouhodobě provozovaných komponent klasických elektráren, kde je možné odebrat zkušební materiál, a to i z kritických míst konstrukce, bez nutnosti jeho náhrady a bez nutnosti provádět na dotčených strojních dílech jakákoliv technická opatření po odběru vzorků.

1. Creepové zkoušky malých vzorků

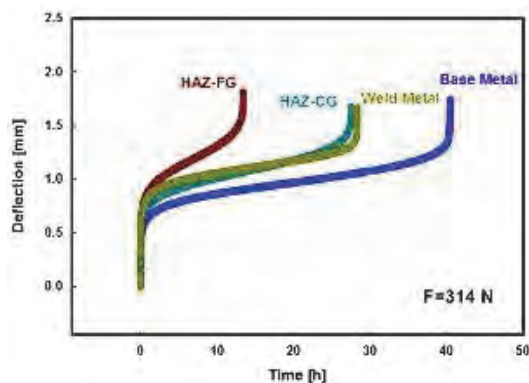
Metoda SPCT vychází z kuličkového penetračního testu. Při ní je vzorek umístěn mezi horní (přítlačnou) a spodní (opěrnou) matici a vložen do zkušební patrony. Na obr. 1 je zobrazena tato sestava s keramickou kuličkou, která se pro vysoké teploty obvykle používá namísto kovového razníku. Zkušební patrona je umístěna do pece s ochrannou atmosférou argonu, která zabraňuje vysokoteplotní oxidaci vzorku. Působící konstantní zatížení je přenášeno rámem stroje, který tlačí na razník a kuličku proti zkušebnímu vzorku. V průběhu creepového penetračního testu se snímá závislost průhyb vzorku–čas (přímá obdoba creepové křivky) a po ukončení zkoušky se zaznamenává doba do porušení.



Legenda: 1 – vzorek; 2 – kulička; 3 – razník; 4 – spodní matrice; 5 – horní matrice

Obr. 1 Schéma SPCT
Fig. 1 Scheme of SPCT

V Evropě začal program komplexního hodnocení creepových vlastností pomocí SPCT v rámci projektu COPENICUS, který se uskutečnil počátkem devadesátých let 20. století a po jeho ukončení se této problematice věnuje v Evropě několik výzkumných týmů. Konkrétně byla prokázána aplikovatelnost SPCT při stanovení aktivační energie tečení, aplikaci Monkmanovy-Grantovy rovnice, která udává vztah mezi dobou do lomu a minimální rychlostí creepu. Dále byly vyvinuty, jednoduché empirické vztahy mezi parametry stanovenými pomocí SPCT a konvenčních creepových zkoušek [6].



Obr. 2 SPCT křivky základního materiálu (BM), svarového kovu (WM) a tepelně ovlivněné oblasti (HAZ) oceli P91 [7]
Fig. 2 SPC curves of basic material (BM), weld metal (WM) and heat affected zone (HAZ) of steel P 91 [7]

Přestože na rozdíl od creepové zkoušky jednoosým tahem dochází u SPCT ke komplexní interakci mezi materiálem a razníkem (kuličkou), lze na grafickém záznamu deformace v čase nalézt taky tři typická stadia creepové křivky, tedy primární, sekundární i terciární stádium creepu (obr. 2).

Teoretické odvození vztahu mezi zatížením a jemu odpovídajícím napětím při SPCT je založeno na práci Chakrabartyho [8], který studoval průhyb tenké, pevně uchycené membrány vyvolaný pohybem razníku s půlkulatou hlavou. Při analýze SPCT se tak vychází ze vztahu pro závislost mezi napětím membrány σ a hloubkou průhybu (deformace) Δ jako funkce působící síly F a kontaktního úhlu θ mezi razníkem a membránou ve tvaru:

$$\frac{F}{\sigma} = 2\pi \cdot h \cdot r \cdot \sin^2 \theta_0, \quad (1)$$

který byl pro SPCT upraven na tvar

$$\frac{F}{\sigma} = 3.33 \cdot k_{SP} \cdot R^{-0.2} \cdot r^{1.2} h_0, \quad (2)$$

kde R je poloměr spodní matrice, do níž je vzorek vtačován, r je poloměr indenteru nebo kuličky, h_0 je tloušťka vzorku a k_{SP} je konstanta charakterizující plasticitu materiálu.

Při praktickém hodnocení výsledků SPCT se častěji vychází z korelace využívající rovnosti dob do lomu u konvenčních jednoosých creepových zkoušek v tahu a SPCT. Při rovnosti dob do lomu se navzájem koreluje zatížení SPCT a napětí creepové zkoušky a pomocí této korelace je pak možné hodnotit creepovou odolnost materiálů i pomocí SPCT. Ve zjednodušené podobě a pro identickou tloušťku vzorku nabývá vztah (2) tvaru:

$$\frac{F}{\sigma} = \Psi, \quad (3)$$

Hodnota konstanty Ψ v této rovnici se pohybuje obvykle v rozmezí asi 1,2 až 2,5 pro většinu ocelí a naopak hodnota $\Psi < 1$ je typická pro kompozitní materiály s kovovou maticí vyztužené krátkými vlákny Al_2O_3 .

Některé výzkumy však ukazují, že tato jednoduchá závislost nemusí být pro všechny materiály teplotně ani časově nezávislá, a může tak být pro některé materiály uváděná i ve tvaru polynomu [9].

Podobně jako doba do lomu může být korelována i rychlost sekundárního tečení při creepové zkoušce s měřenou deformací a rychlost stacionárního tečení při SPCT.

V září roku 2004 inicioval Evropský výbor pro normalizaci (CEN) vznik dokumentu CWA 15627 (CEN Workshop Agreement) „Small Punch Test Method for Metallic Materials“, který byl vydán v roce 2007 [10]. CWA je technická dohoda v rámci CEN a vlastněná CEN jako publikace, která odráží konsenzus konkrétních expertů a organizací odpovědných za její obsah. CWA proto reprezentuje nižší úroveň konsenzu, než jakou

představuje evropská norma. CWA 15627 je rozdělen do dvou samostatných částí, z nichž ta první (Part A: A Code of Practice for Small Punch Creep Testing) se zabývá creepovými zkouškami malých vzorků a druhá (Part B: A Code of Practice for Small Punch Testing for Tensile and Fracture Behaviour) stanovením mechanických vlastností a houževnatosti. V roce 2016 pak byla iniciována v rámci European Committee for Iron and Steel Standardization (ECISS) a jejího technického výboru TC-101 pracovní skupina WG1, jejímž cílem je do konce roku 2018 podat návrh evropské normy pro zkoušky malých vzorků (Small Punch Test Method for Metallic Materials). Podobné aktivity se vyvíjejí také v rámci ASTM (ASTM WK47431 New Practice for Small Punch Test Method for Metallic Materials) a v Japonsku mají již od rok 2012 schválený standard pro SPCT [11]. Jak je z výše uvedeného výčtu patrné, jsou konečně zkoušky malých vzorků začleňovány do zkušebních standardů nejvyspělejších světových ekonomik a také do standardů mezinárodních.

2. SPCT modifikované chromové oceli typu F

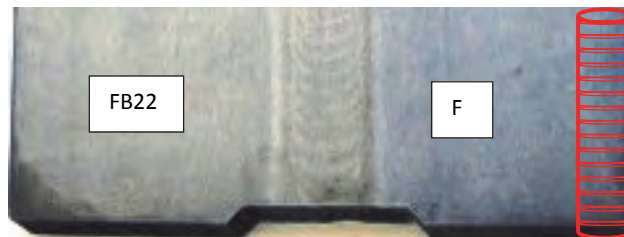
Modifikovaná chromová ocel typu F (X14CrMoVNbN10-1) byla vyvinuta v rámci programu mezinárodní spolupráce ve vědě a výzkumu COST 501 „Advanced materials for power engineering components, High Efficiency, Low Emission Systems“ jako jedna z perspektivních ocelí pro rotory a turbíny pracující s ultrapřehřátou párou (USC kotle). Chemické složení oceli použité v práci je uvedeno v tab. 1. Tepelné zpracování oceli bylo provedeno v režimu 1050 °C/6 h + 1100 °C/6 h + 570 °C/12,5 h + 720 °C/24 h; výrobcem oceli byla firma SAARSCHMIEDE GmbH Freiformschmiede.

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

Tab. 1 Chemical composition of steel F (mass %)

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo
0,11	0,56	0,06	0,005	0,003	10,36	0,64	1,46
V	Nb	N	B	Al			
0,20	0,059	0,022	0,0079	0,009			

Ve VZÚ Plzeň probíhá v rámci projektu Center kompetence TE01020068 „Centrum výzkumu a experimentálního vývoje spolehlivé energetiky“ rozsáhlé testování žárupevnosti nových progresivních 9 – 12% Cr ocelí a jejich svarových spojů. V návaznosti na výsledky creepových vlastností získaných konvenčními creepovými zkouškami v jednoosém tahu a metodou tzv. zrychlených creepových zkoušek (Accelerated Creep Test) se provádělo měření žárupevnosti metodou SPCT na stejných materiálech, na kterých jsou k dispozici výsledky creepových zkoušek. Jednalo se o zkušební blok svařence zahrnujícího kořenovou oblast svarového spoje dvou progresivních modifikovaných chromových ocelí F a FB2 (obr. 3). Z oceli F byla vyrobena zkušební tělíska pro SPCT, jak je naznačeno na obr. 3 vpravo. Orientace osy zkušebních těles byla kolmá k povrchu zkušebnímu kusu.



Obr. 3 Svařenec s naznačením místa přípravy zkušebních tělísek z oceli F

Fig. 3 Weldment with testing specimen made of steel F

Pro SPCT byla z části základního materiálu oceli F neovlivněně svařováním vyrobena zkušební tělíska – disky $\varnothing 8 \text{ mm} \times 0,5 \text{ mm}$, které byly zkoušeny při dvou teplotách (625 a 650 °C), a to v rozmezí zatížení od 330 do 480 N. SPCT byly prováděny na zkušebním stroji SPUTT 500 konstrukce MMV v ochranné atmosféře argonu.

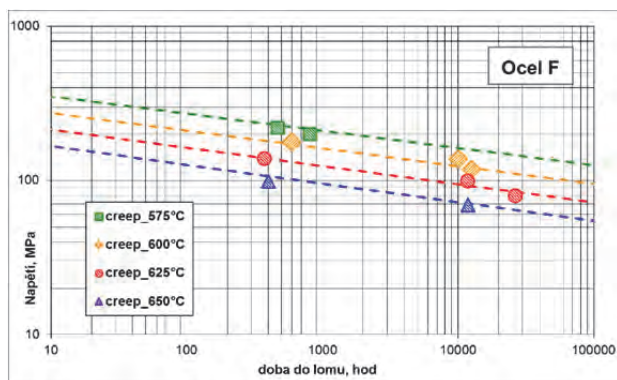
Metoda creepových testů malých vzorků a jejich vyhodnocení je, podobně jako v případě penetračních testů, založena na jejich korelaci s výsledky creepových zkoušek. Vzhledem ke složitosti napěťových stavů u SPCT se pro korelaci využívá rovnosti dob do lomu u konvenční creepové zkoušky a u SPCT. Při rovnosti dob do lomu se pak navzájem koreluje zatížení SPCT a napětí creepové zkoušky a pomocí této korelace je možné srovnávat creepovou odolnost materiálů. Výsledky celého programu jsou shrnuty v tab. 2.

Tab. 2 Výsledky SPCT oceli F

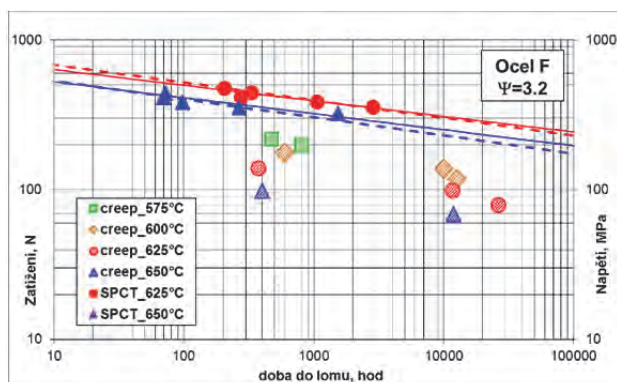
Tab. 2 Results of SPCT of steel F

Zkouška	Teplota (°C)	Zatížení (N)	Čas (h)	Deflexe (mm)	Rychlost deflexe (mm·s ⁻¹)
625_480	625	480	203	2,69	$4,8 \cdot 10^{-07}$
625_450	625	450	327,7	2,88	$3,7 \cdot 10^{-07}$
625_420	625	420	273	2,92	$3,9 \cdot 10^{-07}$
625_390	625	390	1044	2,86	$1,5 \cdot 10^{-07}$
625_360	625	360	2833	2,80	$3,0 \cdot 10^{-08}$
650_450	650	450	70,5	2,65	$1,8 \cdot 10^{-06}$
650_420	650	420	68,4	2,76	$1,8 \cdot 10^{-06}$
650_390	650	390	96,3	2,67	$1,3 \cdot 10^{-06}$
650_360	650	360	261	2,63	$4,6 \cdot 10^{-07}$
650_330	650	330	1503	2,50	$9,7 \cdot 10^{-08}$

Praktická využitelnost výsledků SPCT spočívá v jejich aplikaci pro odhad životnosti nebo creepové odolnosti. Pro tyto případy je podle výše uvedených rov. (3) nutné stanovit přepočítací faktor Ψ mezi napětím u konvenčních creepových zkoušek a zatížením u SPCT zkoušek. Jelikož kromě SPCT byl realizován i program zkoušek creepových, bylo možné oba tyto soubory porovnat a určit hodnotu přepočítacího faktoru. Teplotně-napěťová závislost doby do lomu creepových zkoušek je uvedena na obr. 4 a porovnání obou sérií výsledků pomocí přepočítacího faktoru Ψ ve výši 3,2 na obr. 5.



Obr. 4 Teplotně-napěťová závislost doby do lomu oceli F
Fig. 4 Stress-temperature dependence of time to rupture of steel F



Obr. 5 Korelace mezi creepovými zkouškami a SPCT oceli F
Fig. 5 Correlation of both series of creep and SPC tests of steel F

3. Shrnutí a diskuse dosažených výsledků

Výsledky SPCT byly matematicko-statisticky zpracovány regresní analýzou a byly stanoveny konstanty Nortonovy rovnice uváděné pro dobu do lomu ve tvaru:

$$t_r = A_{cr} \cdot \sigma^{-n_{cr}} \quad (4)$$

V případě využití SPCT vzorků pak lze tento vztah vyjádřit ve formě:

$$t_r = A_{SP} \cdot F^{-n_{SP}} \quad (5)$$

Napěťová závislost minimální rychlosti creepu $\dot{\epsilon}_s$ při creepové zkoušce a závislost minimální rychlosti deformace (deflexe) $\dot{\delta}_{min}$ na aplikovaném zatížení při creepové zkoušce malých vzorků může být popsána rovněž pomocí Nortonova zákona vztahy:

$$\dot{\epsilon}_s = B_{CR} \cdot \sigma^{m_{CR}} \quad (6)$$

$$\dot{\delta}_{min} = B_{SP} \cdot F^{m_{SP}} \quad (7)$$

I v případě, že SPCT nejsou vedeny až do lomu, je možné porovnávat také další významnou creepovou charakteristiku, a to rychlost stacionárního (sekundárního) creepu, tedy rychlost tečení v oblasti ustáleného creepu. Tato charakteristika patří rovněž mezi sledované materiálové vlastnosti žárupevných ocelí. Obecně platí, že čím je tato rychlost nižší, tím je delší doba do lomu, a tedy také odolnost vůči tečení je za daných podmínek vyšší. Kvantifikace tohoto vztahu je obsažena v Monkmanově-Grantově rovnici, která koreluje rychlost stacionárního creepu a dobu do lomu ve tvaru:

$$\dot{\epsilon}_{min} = C_{cr} \cdot t^{-p} \quad (8)$$

pro konvenční creepové zkoušky, resp. rychlost deflexe,

$$\dot{\delta}_{min} = C_{SP} \cdot t_r^{-s} \quad (9)$$

pro SPCT.

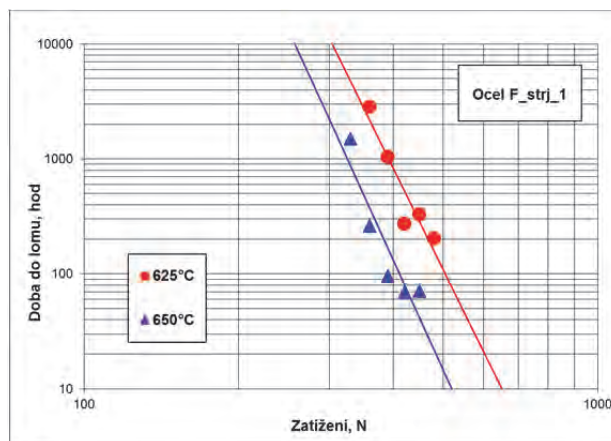
V rov. (4) – (9) jsou A_{CR} , A_{SP} , N_{CR} , N_{SP} , B_{CR} , B_{SP} , m_{CR} a m_{SP} teplotně závislé konstanty.

V tab. 3 jsou uvedeny hodnoty příslušných koeficientů rov. (4), (5) a (7) pro obě zkušební teploty 625 i 650 °C, pochopitelně s výjimkou konstant Monkmanova-Grantova vztahu, který je teplotně nezávislý. Na obr. 6 jsou výsledky tohoto zpracování pro SPCT oceli F ukázány graficky ve tvaru bilogaritmické závislosti doby do lomu na aplikovaném zatížení, obr. 7 ukazuje závislost rychlosti ustáleného tečení na aplikovaném zatížení F , v obou případech včetně uvedení regresní přímky příslušné závislosti.

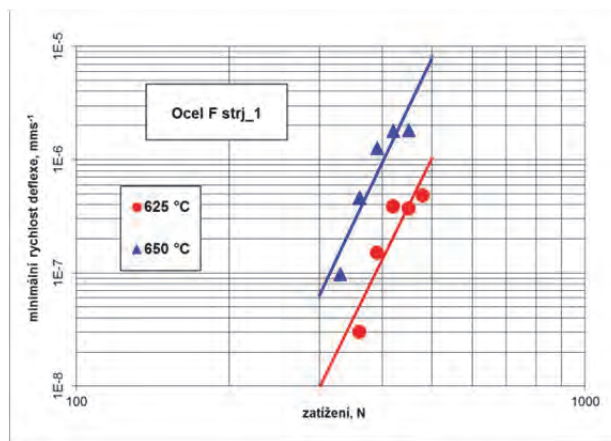
Tab. 3 Koeficienty Nortonových rov. (5) a (7) oceli F pro teplotu 625 a 650 °C

Tab. 3 Coefficients of Norton Eqs. (5) and (7) for steel F tested at 625 and 650 °C

Teplota	$\log A_{SP}$	n_{SP}	$\log B_{SP}$	m_{SP}	$\log C_{SP}$	s
625 °C	26,50	9,82	-30,67	9,14	-3,90	1,01
650 °C	27,68	9,82	-30,63	9,46		

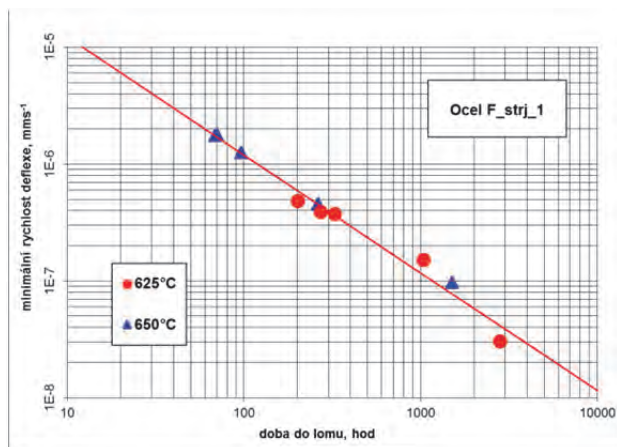


Obr. 6 Korelační vztah mezi zatížením a dobou do lomu, ocel F
Fig. 6 Correlation between loading and time to rupture, steel F



Obr. 7 Korelační vztah mezi zatížením a minimální rychlostí deflexe
Fig. 7 Correlation between loading and time to rupture, steel F

Jak vyplývá z údajů v tab. 3 a také jak zřetelně ukazují grafy, odpovídají výsledky SPCT velice dobře předpokladům o podobnosti hodnot obou exponentů n_{SP} a m_{SP} v případech, kdy zkušební podmínky odpovídají uplatnění identických mechanismů creepu i existenci stejného strukturního stavu materiálu, což v daném případě lze s vysokou pravděpodobností očekávat.



Obr. 8 Korelační vztah mezi dobou do lomu a minimální rychlostí deflexe

Fig. 8 Correlation between time to rupture and minimum deflection rate, steel F

Hodnota exponentu p v původní Monkmanově-Grantově rov. (8) je kladná a větší nebo se rovná 1 pro naprostou většinu materiálů. Koreluje-li se (v logaritmickeém měřítku) doba do lomu s rychlostí stacionárního creepu, nacházejí se všechna data bez ohledu na teplotu zkoušení na jedné přímce se směrnici matematicky vyjádřenou právě hodnotou exponentu p . Podobně by tomu mělo být i v případě SPCT, což se také experimentálně prokázalo a výsledky všech 10 zkoušek prakticky leží v jedné přímce (obr. 8).

Stěžejním problémem pro široké uplatnění SPCT pro hodnocení aktuálního stavu creepově exponovaných materiálů a zejména zbytkové životnosti komponent bloků klasické energetiky je ale nalezení vhodných korelačních vztahů mezi výsledky konvenčních creepových zkoušek a zkoušek prováděných pomocí malých vzorků. Pro korelaci mezi zatěžující silou F u SPCT a napětím σ u konvenční creepové zkoušky se využívá závislosti zatížení-doba do lomu a vychází se z rovnosti dob do lomu u obou typů zkoušek při stejné teplotě. Hodnota koeficientu $\Psi = 3,2$, která byla zjištěna pro ocel F, je mírně vyšší jak oproti faktoru dříve stanovenému na našem pracovišti na oceli P 92 ($\Psi = 2,6$) [12], tak i ve srovnání s výsledky získanými jinými autory u oceli P91, kdy byla stanovena hodnota tohoto koeficientu 2,85 [6].

Závěr

Creepové zkoušky malých vzorků představují jednu z perspektivních experimentálních metod zejména pro

odhady zbytkové životnosti energetických zařízení, a to jak díky tomu, že vzhledem k malému množství zkušebnímu materiálu je možné jej opakovaně odebírat i z kritických míst konstrukce, tak i proto, že dosahované výsledky lze dobře korelovat s výsledky konvenčních creepových zkoušek. Ukazuje se, že i pro SPCT platí obvyklé závislosti, které se stanovují u creepových zkoušek včetně Monkmanovy-Grantovy rovnice, což umožňuje dále zpřesňovat výsledky odhadů zbytkové životnosti.

Poděkování

Autoři příspěvku děkují za podporu poskytnutou v rámci projektu TE01020068 „Centrum výzkumu a experimentálního vývoje spolehlivé energetiky“ řešeného a financovaného v rámci programu TAČR Centra kompetence.

Literatura

- [1] LUCAS, G. E. The Development of Small Specimen Mechanical Test Techniques. *Journal of Nuclear Materials*, 117 (1983) July, 327–339.
- [2] PETZOVÁ, J., BŘEZINA, M., KAPUSŇÁK, M., KUPČA, I. Application of Small Punch Testing Methods for Thermal Ageing Monitoring at Primary Circuit Components in Nuclear Power Plant. *ASME 2015 Pressure Vessels and Piping Conference*, Vol. 1A: Codes and Standards, Paper No. PVP2015-45539, Boston, Massachusetts, USA, July 19–23, 2015. ISBN 978-0-7918-5692-5.
- [3] KUMAR, J. G., LAHA, K. Small Punch Creep Deformation and Rupture Behavior of 316L (N) Stainless Steel. *Materials Science and Engineering, A*, 641 (2015), 315–322.
- [4] LI, Y., STURM, R. Small Punch Test for Weld Heat Affected Zones. *Materials at High Temperatures*, 23 (2006) 3 and 4, 225–232.
- [5] HURST, R. C., LANCASTER, R. J., NORTON, G., BANIK, R., BACHE, M. R. A Renaissance in Small Punch Testing at Swansea University. *Baltica IX*, VTT Technology, Helsinki, 11–13 June 2013, pp. 538–552.
- [6] MILIČKA, K., DOBEŠ, F. Small Punch Testing of P91 Steel. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 83 (2006) 625–634.
- [7] ŠTURM, R., JENKO, M., ULE, B., SOLAR, M. Small-punch Testing of Smart Weld Materials, In *The 2nd Int. Conf. on Structural Integrity of High Temperature Welds*, IOM3 Communications, London, Nov. 2003, pp. 269–278.
- [8] CHAKRABARTY, J. A Theory of Stretch Forming over Hemispherical Punch Heads. *International Journal of Mechanical Sciences*, 12 (1970) 4, 315–325.
- [9] DOBEŠ, F., MILIČKA, K. Studium lokálních creepových vlastností kolena vysokotlakého parovodu po dlouhodobém provozu. In 9. mezinárodní konference metalurgie a materiálů *Metal 2000*, příspěvek 717, Ostrava: Tanger, květen 2000.
- [10] CEN WORKSHOP AGREEMENT (CWA) 15627. Code of Practice for Small Punch Test Method for Metallic Materials. 2007.
- [11] Standard for Small Punch Creep Test – Estimation of Residual Life for High Temperature Component, *The Society of Materials Science*, Japan (Ed.), 2012. ISBN 978-4-901381-38-3.
- [12] KUBOŇ, Z. Hodnocení creepových charakteristik ocelí – metody a úskalí. *Hutnické listy*, 70 (2017) 6, 36–40, ISSN 0018-8069.

Recenzované výzkumné články

Numerická simulace tlakového zatížení tahokovů

Numerical Simulation of Pressure Loads of Expanded Metals

Mgr. Marek Vindyš; Ing. Ladislav Kander, PhD.

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

V článku je popsáno využití numerické simulace při zhodnocení vlivu tlakových podmínek v sušárnách dřeva na jednotlivé typy tahokovů, jakožto prokladového materiálu. Práce byly součástí společného projektu „Vývoj tahokovů pro optimalizaci technologie vysušování“ realizovaného v rámci programu Podnikání a inovace pro konkurenceschopnost – Aplikace se společností Technotron-Metal s.r.o. a výzkumnou organizací MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. Článek prezentuje výsledky první etapy řešení projektu, kdy byla pozornost věnována numerické simulaci pro ověření vhodnosti jednotlivých typů tahokovů z pohledu jejich deformačních charakteristik. Numerická simulace kvalitativně reflektuje hodnoty z tlakových zkoušek provedených v laboratoři únavových a křehkolomových vlastností řešitelského pracoviště. V současné době probíhají experimenty zaměřené na dlouhodobou rozměrovou a strukturní stabilitu.

Klíčová slova: numerická simulace; metoda konečných prvků; tahokov; tlaková zkouška

The paper deals with the use of numerical simulation in the assessment of the influence of pressure conditions in wood driers on individual types of expanded metals as a transfer material, which was investigated within the framework of the project "Development of expanded metals for the Optimization of Drying Technology", which was implemented as part of a joint project under the Enterprise and Innovation Program for Competitiveness - Application with the company Technotron-Metal Ltd. and with research organization MATERIAL AND METALURGICAL RESEARCH Ltd. In the first stage of the project solution, attention was paid to numerical simulation for verifying the suitability of individual types of expanded metals in terms of their deformation characteristics. Numerical simulations by the method of the final pressure load elements of the expanded metals were made using software Forge version NxT 2.1 of the French company Transvalor. The aim of the simulations was to evaluate expanded metals in terms of their ability to withstand the perpendicular pressure developed by two horizontally positioned absolute rigid plates, which approximated the actual load of the expanded metals in the large-capacity wood driers. A total of 9 numerical simulations were performed in this way with different types of expanded metals. The numerical simulations were experimentally verified by the instrumented pressure tests where both load and axial strain were measured during the test. The numerical simulation qualitatively reflects the values from the pressure tests carried out in the laboratory of fatigue and fractal properties in MMV Ltd. The performed numerical simulations showed a very good agreement with experimental results. Experiments are currently under way on long-term dimensional and structural stability.

Key words: numerical simulation; finite element method; expanded metal; pressure test

Tahokov je mřížovina vyrobená bezodpadovou technologií tak, že se vždy do tabule kovového plechu (hliník, ocel) prosekne pomocí speciálních nástrojů řada otvorů a po zvednutí nožů se celý plech natáhne. V dalším kroku se nástroje posunou o předem definovaný úhel a celý proces se opakuje. Projekt je zaměřen zejména na optimalizaci výchozího rozměru (tloušťky) vstupních polotovárů a tvaru proseknutého tahokovu z pohledu dosažení optimálních materiálových vlastností v podmínkách dlouhodobého užívání v průmyslovém velkokapacitním sušení dřeva, kdy v jednotlivých sušících cyklech je kovový materiál vystaven jak mechanickému namáhání

v podobě tlaku sušeného dřeva, tak teplotním cyklům v rozsahu -20 °C až +60 °C.

V současné době se v procesu sušení dřeva používají dvě technologie. Prvním způsobem je řezání za sucha, kdy se do sušících pecí vkládají hrubé desky, které jsou naskládány na sebe a jednotlivé vrstvy jsou od sebe navzájem odděleny hliníkovými překlady. Po vysušení jsou desky naděleny na lamely o tloušťce cca 5 mm, které jsou dále zpracovávány. Takto je možné sušit všechny druhy dřeva od nejvyšší jakosti, bez suků, až po dřevo s nejnižší jakostí, obsahující značný podíl suků. Délka procesu trvá cca 40 dnů.

Druhým způsobem je řezání za mokra, kdy je nevysušené dřevo naděleno na lamely, které jsou následně na sebe naskládány a proloženy Al překlady. Tento proces je vhodnější pro vyšší jakosti dřeva a trvá přibližně 4 až 6 dnů. U dřeva nižší jakosti při tomto zpracování dochází k vypadávání suků a obecně vyšší zmetkovitosti.

Výhodou použití tahokovů, a to zejména v druhém případě, je velký počet podpěrných bodů, díky kterým nedochází k vypadávání suků, deformacím lamel (kroucení, prohýbání) či praskání dřeva. Tímto způsobem lze i celý technologický proces sušení významně urychlit a zkrátit jej v případě řezání za sucha rovněž přibližně na 4 – 6 dnů.

Neznámou je v tomto procesu dlouhodobá trvanlivost a životnost tahokovu v prostředí velkokapacitní sušárny, kdy jsou jednotlivá plata tahokovu vystavována teplotně-deformačním cyklům, které by mohly způsobit jejich rozměrové změny, a tedy ztrátu kontaktů v dotykových bodech.

V první etapě řešení projektu byla pozornost věnována numerické simulaci pro ověření vhodnosti jednotlivých typů tahokovů z pohledu jejich deformačních charakteristik. Výstupy tohoto příspěvku jsou nyní ověřovány experimentálně tepelně-deformačními cykly.

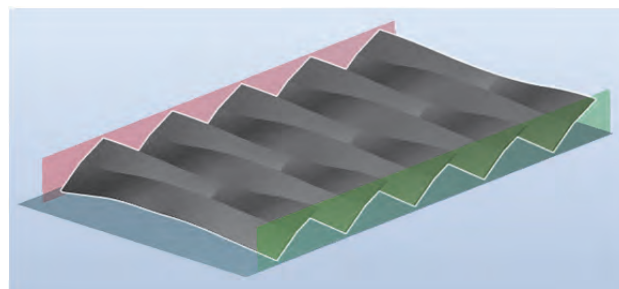
1. Popis numerické simulace

V rámci projektu „Vývoj tahokovů pro optimalizaci technologie vysušování dřeva“ byly vypracovány numerické simulace tlakového zatížení tahokovů pomocí metody konečných prvků v programu Forge verze NxT 2.1. Cílem simulací bylo vyhodnotit jednotlivé tahokovy po stránce schopnosti odolávat kolmému tlaku vytvořenému pomocí dvou horizontálně umístěných, absolutně tuhých desek (obr. 1), které aproximují skutečné zatížení tahokovů ve velkokapacitních sušárnách dřeva.

Problém byl řešen ve 3D s použitím 2 rovin symetrie umístěných pouze ve směru, ve kterém se jednotlivá oka symetricky opakují. V druhém směru (kolmém na první) existuje pouze periodická (translační) symetrie [1], se kterou ovšem neumí program Forge pracovat. Proto byla původní idea zatěžování jednoho oka tahokovu opuštěna a nahrazena pěti oky v tomto nesymetrickém směru, které reprezentují dostatečný počet ok pro dosažení přibližně ustáleného stavu. U modelů (grafických znázornění jednotlivých typů tahokovů), kde došlo k malé deformaci modelu tahokovu bylo, jak se v simulaci ukázalo, použití většího počtu ok zbytečné. Okrajové části těchto tahokovů vykazovaly stejnou deformaci jako středové oblasti.

Horní deska stlačovala tahokov rovnoměrným pohybem až do dosažení mezní síly odpovídající tlaku 100 kPa. Objektivnější řešení statického namáhání nemohlo být v prostředí programu Forge realizováno, protože pro definování okrajové podmínky ve smyslu aplikované síly musí být vymezen určitý objem z tvářeného kusu, na který je daná podmínka vztažena, na počátku simulace. Průnik oblastí působící desky a tahokovu je ovšem na

počátku zatěžování prázdná množina (z hlediska počtu elementů).



Obr. 1 Znárodnění 5 segmentů tahokovu s použitými dvěma rovinami symetrie – červená a zelená plocha. Horní tlačná deska pro názornost není zobrazena

Fig. 1 Visualisation of 5-mesh expended metal with two symmetry planes used - red and green. The upper push plate for illustration is not displayed

Velkým problémem se ukázal transport modelu vytvořeného v programu Inventor do programu Forge. Převod probíhal přes univerzální formát .stl. Z 10 zadaných modelů proběhl u 7 z nich transport bez potíží. U dvou zadaných modelů si výpočet neporadil s velkou neregulárností konečné prvkové (dále jen KP) sítě. Musela být proto použita jiná metoda tvorby objemové KP sítě, a u jednoho modelu se nezdařil přes veškerou snahu převod vůbec. To platí pro model tahokovu Research, který byl po domluvě se zadavatelem řešení TECHNOTRON – METAL s.r.o. ze zadání vypuštěn.

Materiálový model pro simulaci byl použit z materiálové databáze programu Forge Al99.5. s chemickým složením uvedeným v tab. 1.

Tab. 1 Chemické složení odpovídající materiálovému modelu Al99.5 (hm. %)

Tab. 1 Chemical composition of Al99.5 material model in weight percent (wt. %)

Prvek	Obsah
Al	99,5
Si	0,125
Fe	0,2
Cu	0,025
Mn	0,025
Mg	0,025
Zn	0,025
Ti	0,015

Deformační chování tohoto materiálu za studena je popsáno aproximací podle Spittela [2] ve zjednodušeném tvaru obsahujícím čtyři parametry $m_1, \dots, m_4$:

$$\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = Ae^{m_1 T} \varepsilon^{m_2} \dot{\varepsilon}^{m_3} e^{\frac{m_4}{\varepsilon}}. \quad (1)$$

Tření mezi deskami a tahokovem bylo zvoleno jako „střední za studena“, popsané podle zákona Coulomba a Trescy s hodnotami koeficientů tření $\bar{m} = 0,8$ a $\mu = 0,4$

[3]. Okolní prostředí, včetně nástrojů a tahokovu mělo konstantní teplotu 60 °C charakterizující prostředí v sušárně.

Původně zadavatel specifikoval předpokládané zatížení tahokovů cca 3,3 kPa (ekvivalent cca 800 kg na 3 m² plus rezerva). Při tomto zatížení byla deformace modelů tahokovů příliš malá. Přesnost geometrického modelu a jeho nasíťování KP sítí nebylo dostatečné pro relevantní výsledky při zatížení tímto tlakem. Proto bylo zvoleno cílové zatížení 100 kPa a sledoval se průběh zátěžové síly (resp. tlaku) na posuvu desky.

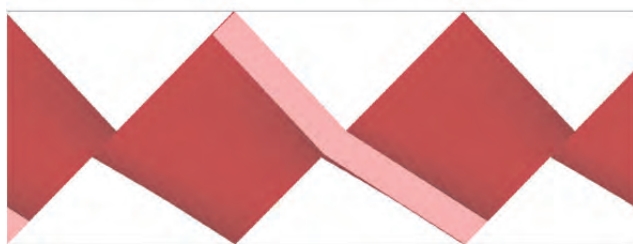
Posléze bylo předpokládané zatížení na tahokovy přehodnoceno na 20 kPa. Tato hodnota je uvnitř intervalu zátěžovacích tlaků, takže nebylo nutno provádět změny.

2. Výsledky numerických simulací

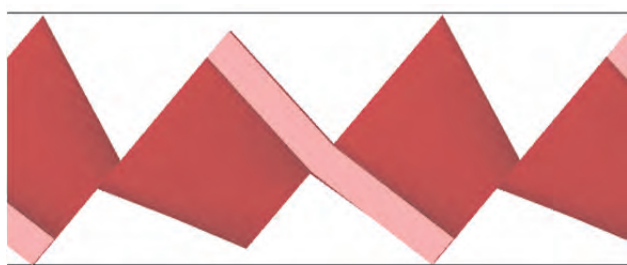
V podstatě se dají jednotlivé modely tahokovu podle výsledků numerické simulace namáhání kolmým tlakem rozdělit do dvou skupin: vyhovující a nevyhovující podle počtu bodů kontaktu tahokovu s rovnoběžnými deskami, které vyvolávají tlak. Nevyhovující modely tahokovů se nedaly aplikovat do roviny tak, aby spolehlivě zajistily podepření horní tlačící desky.

Mezi tyto nevyhovující modely patří Brain, Energy, Challenge a Partnership. Energy a Challenge jsou značně nevyhovující.

Obr. 3 a 4 představují pohled v horizontálním směru na uspořádání tahokovu a tlakových desek u dvou charakteristických zástupců tahokovu. Za vyhovující skupinu byl vybrán model Sušárna, za nevyhovující Challenge.

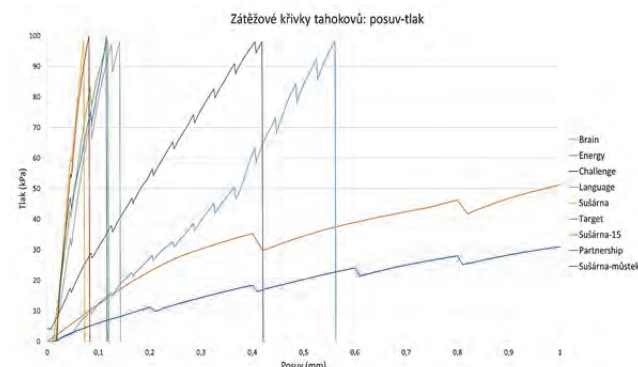


Obr. 3 Sušárna – dobrý kontakt s tlačnými deskami
Fig. 3 Drier – good contact with pressure plates



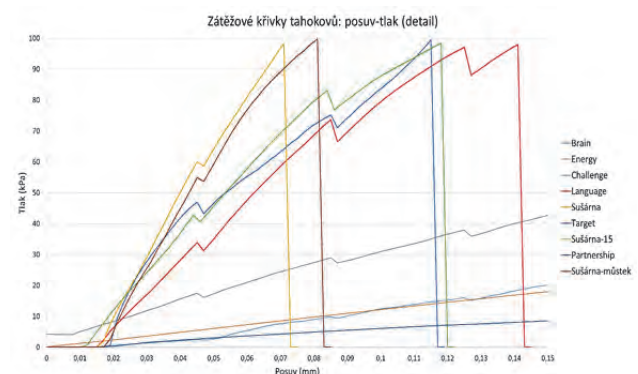
Obr. 4 Challenge – velmi špatný kontakt s tlačnými deskami
Fig. 4 Challenge – very bad contact with pressure plates

Výsledné zátěžové křivky posuv-tlak jsou zobrazeny na obr. 5 a 6 (detail pro vyhovující modely). Schopnost jednotlivých tahokovů odolávat kolmo působícímu tlaku je dána sklonem (směrnicí) zátěžové křivky. U většiny modelů ji lze aproximovat v tomto rozsahu deformace do podoby přímky. Čím je strmější sklon (větší směrnice), tím odolnější je model tahokovu vůči tlaku.



Obr. 5 Znáznornění zátěžových křivek posuv-tlak jednotlivých modelů tahokovů

Fig. 5 Load curves displacement-pressure of individual models of expanded metals



Obr. 6 Znáznornění detailu zátěžových křivek posuv-tlak jednotlivých modelů tahokovů

Fig. 6 Load curves displacement-pressure of individual models of expanded metals in detail

Charakteristická zubatost křivek je dána pravidelným přesíťováním KP sítí jednotlivých modelů v průběhu zatěžování.

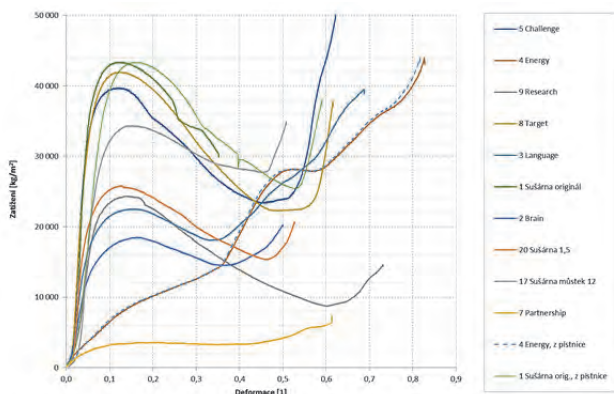
Vzhledem k nepřesnosti KP sítí se počátky křivek mírně rozcházejí. Přesto lze tahokovy dobře seřadit podle odolnosti vůči kolmé tlakové síle.

3. Výsledky experimentálních zkoušek

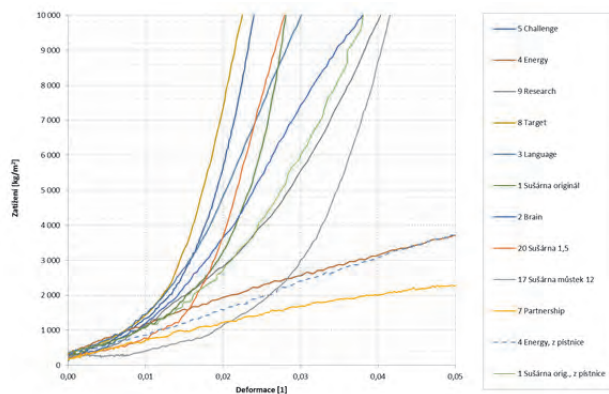
Výsledky numerické simulace byly ověřeny praktickými experimenty, které spočívaly ve zkoušce tlakem jednotlivých typů tahokovů mezi dvěma rovnoběžnými ocelovými deskami. Pro experimenty byly zvoleny jednotné rozměry tahokovu. Byly testovány segmenty o rozměrech 200 × 300 mm. Zkoušky byly provedeny v souladu s příslušnou normou [4]. Zkoušky byly provedeny na

univerzálním servohydraulickém zkušebním zařízení MTS 500 kN. V průběhu každé zkoušky byly snímány hodnoty síly a deformace v ose zatěžování. Výsledky experimentů jsou graficky shrnuty v obr. 7.

V tab. 2 jsou jednotlivé tahokovy seřazeny vzestupně podle hodnoty posuvu horní tlačící desky pro cílový tlak 100 a 20 kPa. Zároveň jsou pro srovnání uvedeny experimentálně změřené hodnoty.



Obr. 7 Experimentálně změřené zátěžové křivky tahokovů
Fig. 7 Experimentally measured load curves of expanded metals



Obr. 8. Experimentálně změřené zátěžové křivky tahokovů v detailu do zatížení 10 000 kg·m⁻²
Fig. 8 Experimentally measured load curves of expanded metals in detail to the load of 10 000 kg·m⁻²

Tab. 2 Srovnání jednotlivých posuvů tlačných desek (mm) pro tlak 100 a 20 kPa numerické simulaci a fyzikálním experimentu
Tab. 2 Comparison of displacements of push plates (mm) for pressures of 100 a 20 kPa in numerical simulation and physical experiment

Tahokov		Simulace		Experiment	
		Deformace pro cílový tlak		Změřená deformace pro cílový tlak	
		100 kPa	20 kPa	100 kPa	20 kPa
1.	Sušárna	0,071	0,025	0,38	0,21
2.	Sušárna-můstek 12	0,081	0,027	0,57	0,36
3.	Target	0,115	0,027	0,23	0,13
4.	Sušárna-1,5	0,118	0,028	0,35	0,21
5.	Language	0,141	0,033	0,43	0,18
6.	Challenge	0,419	0,057	0,28	0,15
7.	Brain	0,561	0,149	0,55	0,20
8.	Energy	2,800	0,170	2,56	0,28
9.	Partnership	>3,000	0,500	>1,40	0,90

4. Shrnutí a závěr

Numerické simulace, které byly ověřeny výsledky z fyzikálních experimentů, ukázaly, že lze vzájemně porovnat jednotlivé modely tahokovů z hlediska schopnosti odolávat kolmému tlakovému působení. Z tabulky 2 je patrné, že některé modely lze k použití jako prokladového materiálu v sušárnách dřeva přímo vyloučit vzhledem k jejich velmi nízkým pevnostním parametrům. Jedná se především o modely Brain, Energy a Partnership.

Ostatní modely vykazují poměrně dobrou odolnost vůči kolmému tlakovému zatížení. Jako nejefektivnější se v tomto ohledu jeví tahokovy skupiny Sušárna, Target a Language. Přesnější seřazení výše uvedených tahokovů

je vzhledem k velmi malým deformacím těchto tahokovů obtížné.

Následné experimentální zkoušky tlakem probíhaly až do úplného zborcení tahokovů. Rovněž zde je obtížné srovnat tahokovy vystavené malému tlaku kolem 20 kPa (i 100 kPa, tab. 2). Z obr. 8, který v zásadě reprezentuje křivky tuhosti jednotlivých modelů tahokovů, je však jasně zřejmé, které ze zkoušených modelů vykazují nízkou tuhost, a tedy se pro předpokládané průmyslové použití jeví jako nevhodné. Pokud bychom přesto srovnali výsledky numerické simulace s provedenými praktickými tlakovými zkouškami, pak zjistíme z kvalitativního hlediska velmi dobrou shodu fyzikálního experimentu a numerické simulace. Identifikace tří nevhodných typů tahokovů numericky i experimentálně je zcela totožná.

U ostatních typů tahokovů výsledky numerické simulace a fyzikálního experimentu jsou přibližně srovnatelné. Drobné rozdíly mezi výsledky jsou způsobeny především velmi malými deformacemi. Pořadí tahokovů v simulaci a experimentu je uvedeno v tab. 3. Největší rozdíl v pořadí se zjistil u modelu Sušárna můstek 12.

Tab. 3 Srovnání pořadí tahokovů podle schopnosti odolávat kolmému tlaku

Tab. 3 Comparison of the order of expanded metals according to their ability to resist perpendicular pressure

Tahokov	Pořadí tahokovů podle fyzikálního experimentu	Pořadí tahokovů podle numerické simulace
Target	1.	3.
Challenge	2.	6.
Sušárna 1,5	3.	4.
Sušárna originál	4.	1.
Language	5.	5.
Brain	6.	7.
Research	7.	-
Sušárna můstek 12	8.	2.
Energy	9.	9.
Partnership	10.	10.

Z kvantitativního pohledu se dosažené výsledky poměrně značně odlišují. Tento fakt je však způsoben minimálními posuvy přítlačných desek. Dalším faktem je pak

skutečnost, že model použitý v simulaci byl importován s určitou přesností, která je dále degradována existencí KP sítě.

Na základě dosažených výsledků byl pro další studium dlouhodobé strukturní a rozměrové stability následně vytvářen výběr nejvhodnějších modelů tahokovů pro uvažovanou praktickou aplikaci. Vybrané modely jsou nyní podrobeny dlouhodobé teplotní expozici odpovídající provozu průmyslové sušárny.

Poděkování

Tato práce vznikla v rámci realizace výzkumného projektu dotačního programu Aplikace – OP PIK, č. CZ.01.1.02/0.0/0.0/16_084/0009887 - „Vývoj tahokovů pro optimalizaci technologie vysušování dřeva“ spolufinancovaného Evropskou unií a Ministerstvem průmyslu a obchodu České republiky.

Literatura

- [1] https://www.fs.vsb.cz/export/sites/fs/330/.content/files/MKP-I_cv.-4-symetrie.ppt
- [2] Forge reference documentation: Part 5: Process data, Chapter I.A.6. Viscoplastic flow law according to the "Hansel-Spittel" model
- [3] Forge reference documentation: Part 5: Process data, Chapter III. Friction
- [4] ASTM E 9 Standard Test Method for Compression Testing of Metallic Material at Room Temperature

Požár transformátoru ve válcovně SSAB Hämeenlinna ve Finsku / Transformer fire at SSAB Hämeenlinna mill

Press release, Hämeenlinna SSAB Europe, June 12, 2018. www.ssab.com

Odpoledne 12.6.2018 vznikl ve válcovně firmy SSAB Europe ve finském městě Hämeenlinna požár transformátoru. Válcovna byla kvůli kouři evakuována. Požár byl uhašen, k žádným zraněním nedošlo. Podle předběžného odhadu bude výroba v úseku válcování za studena po dobu několika dnů snížena. Pozinkované a povlékané pásy bude možné brzy vyrábět za normálních rychlostí, ale válcování za studena bude mít zpočátku omezenou kapacitu. Oprava začne co nejdříve.

Závod SSAB v Hämeenlinně je moderní závod asi 100 km severně od Helsinek, založený v roce 1972. Vyrábí za studena válcované ocelové pásy a také trubky (v samostatné hale). Má asi 900 zaměstnanců. Závod se rozkládá na ploše 54,6 ha, zastavěná plocha je 13 ha. Na jeho území je 9 km železnice a 2,5 km silnic.

Technologické zařízení na zpracování pásu sestává z mořicí linky, tandemové válcovny za studena, hladicí válcovací stolice, dvou žhacích linek, tří pozinkovacích linek, linky na povlékání svitků (v samostatné hale), převíjecí linky, příčné dělicí linky, dvou podélných dělicích linek, balicí linky na svitky a balicí linky na podélně dělené svitky.

Použití kovonosných briket ke snížení obsahu dusíku v oceli

Use of Metallic Briquettes to Reduce the Content of Nitrogen in Steel

Ing. Jaromír Kaleta; Ing. Bohuslav Chmiel; Ing. Tomáš Huczala, Ph.D.; Ing. Vladimír Troszok

TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s., Průmyslová 1000, 73970 Třinec-Staré město, Česká republika

Výroba vakuované oceli s nízkým obsahem dusíku na elektroocelárně TŘINECKÝCH ŽELEZÁREN, a. s. je limitována použitím chemického ohřevu v procesu sekundární metalurgie. Důvodem je zvyšování množství strusky v pánvi a následně zhoršení podmínek odplynění oceli ve vakuu. Technologie výroby oceli s nízkým obsahem dusíku vyžaduje dosažení nízkých obsahů dusíku v oceli již v elektrické obloukové peci (EOP). Snížení obsahu dusíku v EOP je ztíženo souběžnými požadavky na nízké obsahy fosforu a síry. K zefektivnění technologie výroby těchto ocelí bylo použito přisazení kovonosných briket do vsázky. Proces aktivního tavení k dosažení nízkých obsahů dusíku v oceli z EOP je hlavním tématem tohoto příspěvku.

Klíčová slova: elektrická oblouková pec; kovonosné brikety; dusík; fosfor; ocel

The production of steel with low nitrogen content in the electric steelwork of TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a. s. is limited by the use of chemical heating in the secondary metallurgy process. This results in an increase in the amount of slag in the ladle and consequently causes deteriorated conditions of degassing of the steel in vacuum. Basicity of slag (CaO/SiO_2) decreased below 2 after chemical heating and do not allow effective desulphurisation of steel. The technology of production of steel with low content of nitrogen, phosphorus and sulphur requires that low levels of these undesirable elements are achieved already in the electric arc furnace (EAF). Concurrent requirements for low levels of phosphorus and sulphur reduce the efficiency of denitrogenation. The reason is to remove the slag and to uncover the steel bath. An experiment was proposed to use metallic briquettes in the batch. This has resulted in an active melting process. The aim of the experiment was to achieve low levels of nitrogen in steel from EAF and concurrently low levels of phosphorus and sulphur. Coke was used to reduce the amount of phosphorus in the batch. The use of briquettes with added coke allowed the control of the decarburization process, when the optimal carbon content in steel is reached after melting. Further carbon reduction occurs during boiling of carbon. The mean value test confirmed a statistically significant difference in nitrogen content after melting of the batch between melts with briquettes and melts without briquettes. Vacuum degassing eliminates the increase in nitrogen that occurs during the reduction phase of the melt and during tapping. Experimental melts led to achievement of an average nitrogen content of 47 ppm. Modification of the technology allowed the production of new steel grades at the electric steel plant of TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s.

Key words: Electric Arc Furnace; metallic briquettes; nitrogen; phosphorus; steel

Přechod dusíku z okolní atmosféry do ocelové lázně probíhá podle Sievertsova zákona. Proces přechodu dusíku lze popsat základními mechanizmy [1]: difuzí molekul na mezifázovou hranici atmosféra-kov, adsorpcí plynu na povrchu, disociací molekuly dusíku N_2 na atomy a absorpcí a difuzí z povrchu do objemu taveniny. Oceli vyrobené v EOP obsahují vyšší obsahy dusíku ve srovnání s oceli vyrobenými v kyslíkových konvertorech. Ingotové oceli jsou v elektroocelárně TŘINECKÝCH ŽELEZÁREN, a. s. (EO TŽ) zpracovány na zařízení VOD, které umožňuje chemický ohřev a vakuování nelegovaných i legovaných ocelí (proces VD). Doba vakuování je limitována poklesem teploty oceli, množstvím přísad a dostatečnou teplotní rezervou pro dohrotení tavby. Množství oxidů, které jsou produktem chemických reakcí z ohřevu oceli, výrazně zvyšuje množství strusky. Tím dochází ke snížení difuzní plochy povrchu tekuté oceli a snížení účinnosti vakuování. Míchání oceli v pánvi a řízení velikosti „oka“

je zajištěno dmýcháním inertního plynu (Ar) přes porézní kámen v pánvi. Rozborem problematiky celého procesu byl navržen experiment se zavedením aktivního tavení vsázky v elektrické obloukové peci (EOP) pomocí přísady kovonosných briket.

Podmínky pro snížení obsahu dusíku v oceli

Snížení obsahu dusíku probíhá v obráceném pořadí jako jeho přechod z atmosféry do ocelové lázně. Tento vratný děj lze popsat chemickou rovnicí podle [2]

$$\frac{1}{2} \text{N}_{2(g)} \leftrightarrow [\text{N}] \quad (1)$$

Rovnovážnou konstantu obecné rov. (1) můžeme upravit na tvar, který je matematickým vyjádřením Sievertsova zákona:

$$[X] = \frac{K_X}{f_X} \sqrt{(p_{X_2})_r} \quad (2)$$

kde K_X je rovnovážná konstanta Sievertsova zákona (%),

f_X je aktivitní koeficient prvku (dusíku), který vyjadřuje vliv složení oceli (hmotnostního zastoupení ostatních prvků v oceli) na hmotnostní obsah dusíku (-),

$[X]$ - rovnovážný obsah atomárně rozpuštěného plynu v oceli (%),

$(p_{X_2})_r$ - relativní parciální tlak dvouatomového plynu (-).

Aktivitní koeficient dusíku f_N v oceli o n složkách lze spočítat např. pomocí rovnice 3.

$$\log f_N = \sum_{j=2}^n e_N^j [\%j] + \sum_{j=2}^n r_N^j [\%j^2] \quad (3)$$

kde e_N^j a r_N^j jsou interakční koeficienty vyjadřující vliv hmotnostního obsahu složky j na aktivitu dusíku v tavenině železa. Interakční koeficienty jsou tabelovány. Nejcitovanější databází je práce Sighworda a Elliotta [3].

Ze Sievertsova zákona vyplývá, že obsah dusíku v oceli lze snížit nízkým parciálním tlakem dusíku. V EOP jsou tyto podmínky dosaženy ve vznikajících bublinách CO. Při mimopecním zpracování oceli v pánvi (MPZ), umístěné v kesonu, je využíváno snížení atmosférického tlaku. Na termodynamické podmínky rovnovážných obsahů dusíku má vliv i chemické složení oceli. Prvky s kladnou hodnotou interakčního koeficientu (hodnoty jsou uvedeny v závorkách) zvyšují aktivitu N a podporují snížení jeho obsahu. Jsou to především C (0,13), Si (0,047), Ni (0,01). Naopak prvky se zápornou hodnotou aktivitu N snižují a zhoršují podmínky pro snížení obsahu dusíku. Mezi tyto prvky patří Cr (-0,047), Mn (-0,02) a Mo (-0,011). Zhoršené podmínky pro snížení obsahu N v oceli budou proto u ocelí s nízkým obsahem C, legované Mn, Cr nebo Mo. Na tepelnou bilanci reakce podle rov. (1) má největší vliv endotermická disociace molekul dusíku na atomy. Přechod dusíku do oceli proto podporuje zvýšená teplota oceli.

Termodynamické podmínky daného procesu nejsou jedinými parametry k dosažení rovnováhy systému. Důležité jsou i kinetické podmínky procesu. Rychlost snížení obsahu plynu rozpuštěného v oceli je dána nejpomalejším článkem z výše uvedených dějů. Tím je difuze atomu plynu z objemu taveniny k mezifázové hranici kov-plyn. U reálných taveb je nutno uvažovat i vliv strusky. Struska může kov chránit před pecní atmosférou nebo naopak bránit zpětnému přechodu dusíku z kovu do atmosféry během vakuování oceli v kesonu. Rychlost difuze atomů plynu lze popsat kinetickou rovnicí 1. řádu

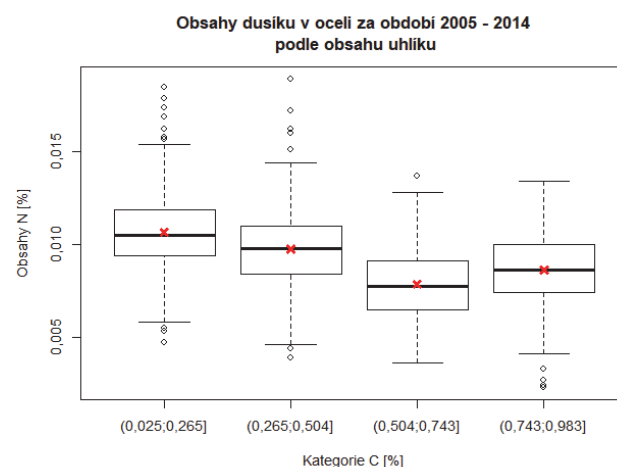
$$-\frac{d[x]}{d\tau} = \beta \cdot \frac{F}{V} ([x] - [x]_p) \quad (4)$$

kde je β součinitel přenosu hmoty $\beta = D/\delta$ (-), D je součinitel difuze plynu v kovu ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$), δ je tloušťka difuzní vrstvy (m), F je plocha povrchu mezifázového rozhraní kov-plyn (m^2), V je objem kovu (m^3), $[x]-[x]_p$ je koncentrační gradient rozpuštěného plynu v objemu a na povrchu kovu (%).

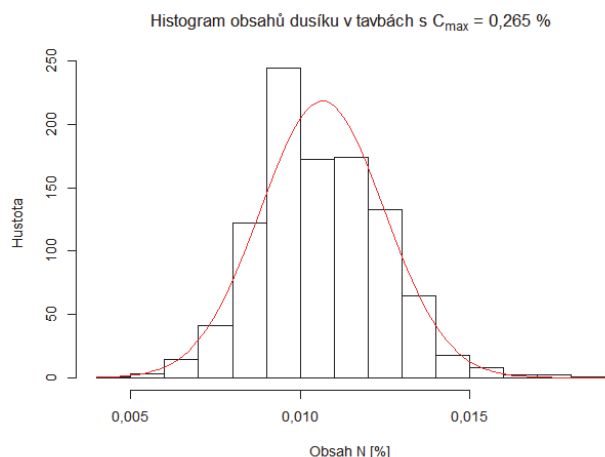
Integrace rov. (4) a její úprava vede k exponenciální závislosti poklesu obsahu rozpuštěného plynu v čase. Dosažení nízkých obsahů dusíku zvyšuje časovou náročnost procesu. K účinnému oddušení v EOP je proto potřeba delší doba intenzivního varu oceli, a tím i vyšší počáteční obsahy uhlíku v oceli. Povrchově aktivní prvky, jako kyslík a síra, obsazují místa na povrchu kovu. Snižují tak počet potřebných míst k adsorpci molekul plynu na mezifázové hranici atmosféra-kov a snižují rychlost difuze dusíku [4]. Snížením obsahů dusíku v EOP ze zabývali např. autoři v [5]. K intenzifikaci uhlíkové homogenizace reakce injektovali do lázně práškové přímo redukované železo (DRI), které obsahovalo 20 - 25 % FeO. Tato technologie je ale technicky náročná.

Výchozí stav technologie

EO TŽ vyrábí široký sortiment především legovaných ocelí. Za účelem návrhu experimentálních taveb a možnosti porovnání technologií k dosažení nízkých obsahů N, P a S byl proveden prvotní rozbor vyráběných ingotových ocelí. Vyráběný sortiment byl rozdělen do čtyř kategorií podle obsahu uhlíku (obr. 1). Toto základní rozdělení nejlépe charakterizuje výrobu ingotových ocelí i technologické postupy z pohledu konečných obsahů dusíku. Nejnižších obsahů N bylo dosahováno u ocelí s obsahy C = 0,50 – 0,74 %. Skupiny ocelí s nejnižšími obsahy uhlíku vykazují nejvyšší střední hodnoty dusíku (medián i průměr). Rozložení dat v této skupině je znázorněno v histogramu na obr. 2.



Obr. 1 Obsah dusíku v oceli podle obsahu uhlíku
Fig. 1 Nitrogen content in steel according to the carbon content



Obr. 2 Histogram rozdělení obsahu dusíku v oceli
Fig. 2 Histogram of the nitrogen content in steel

Slabý var oceli s nízkým obsahem uhlíku na konci oxidačního údobí v EOP a relativně vysoká teplota oceli v redukčním údobí podporují nárůst obsahu dusíku během zpracování tavby na EOP. Za předpokladu shody rozdělení obsahů dusíku v této skupině s normálním rozdělením je pravděpodobnost dosažení obsahu dusíku pod 80 ppm menší jak 7,32 %, pod 50 ppm pak menší jak 0,10 %. Vysoká teplota likvidu nízkouhlíkových ocelí, a tím i vyšší teploty lití, ovlivňuje možnost snížení obsahu dusíku ve vakuovém kesonu. Rychlost ochlazování se za vyšších teplot zvyšuje a na EO TŽ dosahuje 2 - 3 °C·min⁻¹. Délka trvání vakuování je omezena, případně vyžaduje vysoké teploty. Vyšší teplota podporuje rozpustnost dusíku v oceli a snižuje účinnost vakuování. Vysoká teplota má vliv i na snížení životnosti pánví. Prodloužení doby vakuování je proto problémové z technologického i ekonomického hlediska. Tato skupina taveb vyžaduje snížení obsahu dusíku již během výroby oceli v EOP.

Výchozí podmínky provozního experimentu

Experiment s prosazením briket do vsázky probíhal ve dvou fázích. V první fázi experimentu byly na provozu EO TŽ provedeny zkoušky prosazení kovonosných briket. Účelem bylo vyhodnocení využití hutních odpadů v technologii výroby oceli v EOP. Zpracování výrobních zbytků pelletizací nebo briketováním patří mezi nejlepší

dostupné metody (BAT – Best Available Techniques), které omezují znečištění životního prostředí. Kovy jsou v odpadech přítomné především v metalické nebo oxidické formě. Možnosti využití Fe-C briket v EOP bylo experimentálně vyzkoušeno v Železárnách Podbrezová a.s. Autoři v článku [6] se věnují především problematice náhrady surového železa metalickými Fe-C briketami s vysokým podílem Fe. Využitím prvků Fe, Mn a Cr přítomných v briketách v oxidické formě se zabývali např. autoři v [7]. Na základě provozně-výzkumných taveb s prosazením 3 % briket (obsah C = 17,4 %) a 6 % briket (obsah C = 24,4 %) usuzují, že podstatná část oxidů se redukuje již v briketách pomocí uhlíku (koksárenský hrášek) z briket.

Pro experimentální tavby byly použity oxidické brikety s přídavkem koksového prachu (C ~ 5 %) vyrobené firmou Progres Ekotech, s.r.o., která vyvinula vlastní patentovou technologii briketace [8, 9]. Po ověření vhodného množství briket do vsázky byl v druhé fázi experimentu navržen postup, jehož cílem bylo vyrobit ocel s obsahem dusíku N < 100 ppm (N_{max} = 80 ppm v tavebním vzorku), fosforu P < 0,010 % a síry S < 0,010 %.

Prosazení briket do vsázky

Pro ověřování možnosti prosazování přísady briket do vsázky byla vybrána ocel s nízkými nároky na obsah doprovodných prvků. U běžných taveb nebylo do vsázek použito okují nebo rudy. Základní informace jsou uvedeny v tab. 1. Zkoušky proběhly ve třech kampaních. Výsledky ukázaly, že prosazení většího množství briket bylo problematické. Prosazení nižšího množství (4,2 %) briket do vsázky bylo bezproblémové a byly zjištěny nižší průměrné hodnoty obsahu dusíku v oceli.

Do vsázky taveb vyráběných v třetí kampani byly prosazeny brikety v množství 3 % hmotnosti šrotu a koks 6 kg·t⁻¹. Tavby vykazovaly srovnatelnou specifickou spotřebu elektrické energie s běžnými tavnými. Struska se u těchto taveb nestahovala. Skupina taveb z třetí kampaně vykazovala nejnižší obsahy dusíku. Obsah fosforu (po zpětné redukci) byl při použití koksu nižší. Průměrné obsahy fosforu po natavení vsázky činily 0,014 %. Prosazení briket do vsázky nemělo vliv na nauhličení lázně při použití koksu.

Tab. 1 Porovnání běžných taveb a taveb s prosazením kovonosných briket

Tab. 1 Comparison of ordinary heats with the heats containing metallic briquettes

Kampaň	Počet taveb	Brikety	Hm. kovonosné vsázky	Podíl	Obsah prvku				
					C	P	S	Cr	N
(-)			(kg)	(%)	(%)				
běžně	242	0	9497	0	0,54	0,031	0,018	0,31	0,0086
I.	5	652	10 073	6,5	0,48	0,034	0,023	0,30	0,0083
II.	6	387	9294	4,2	0,40	0,031	0,021	0,32	0,0075
III.	5	290	9599	3,0	0,53	0,027	0,017	0,26	0,0063

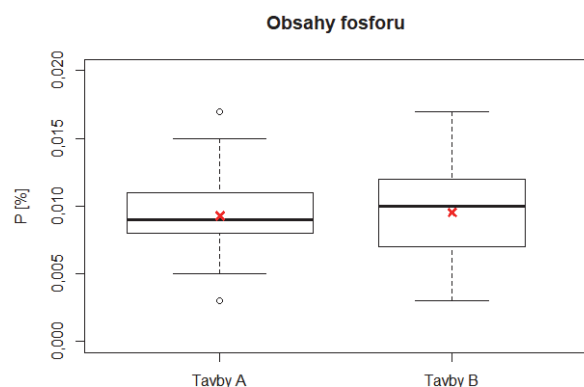
Návrh experimentálních taveb pro druhou fázi experimentu

V druhé fázi experimentu byly navrženy dvě skupiny taveb pro ověření hypotézy o vlivu přísady briket na obsahy dusíku. Technologie aktivního tavení s prosazením briket do vsázky předpokládá, že produkty oxidačních reakcí SiO_2 a Al_2O_3 spolu s FeO z briket jsou základem prvotní strusky, ve které se rozpouští přísada páleného vápna. Brikety tak urychlují tvorbu pěnivé strusky, která kryje vznikající lázeň a brání přechodu dusíku do oceli.

První soubor taveb tvořily tavby ocelí ze skupiny s nejnižším obsahem uhlíku a omezeným obsahem dusíku do 150 ppm (tavby A), u kterých byl cíleně zvýšen obsah uhlíku (koks) ve vsázce proti běžně vyráběným ocelím. Druhý soubor tvořil experimentální tavby (tavby B). Vsázku tvořil šrot, pálené vápno $10 \text{ kg} \cdot \text{t}^{-1}$, kovonosné brikety v množství $30 \text{ kg} \cdot \text{t}^{-1}$ a koks $6 \text{ kg} \cdot \text{t}^{-1}$. Množství koks bylo voleno tak, aby po natavení mohla být provedena dostatečně dlouhá oxidace plynným kyslíkem. Struska byla před MPZ stažena, aby se minimalizovalo její množství v pánvi po chemickém ohřevu oceli. Během odlévání oceli do kokil byla standardně používána ochrana licího proudu, která brání reoxidaci oceli i zvýšení obsahu dusíku v oceli během lití. Na ocel byly kladeny požadavky k dosažení obsahu $\text{N} < 0,0080 \%$, $\text{P} < 0,010 \%$ a $\text{S} < 0,008 \%$.

Vyhodnocení průběhu tavení s cílem snížení obsahu dusíku v oceli

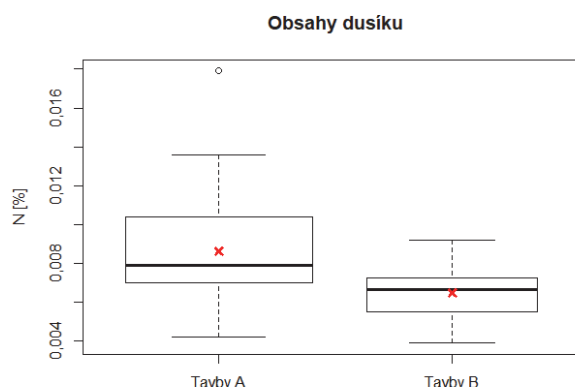
Obsahy fosforu taveb A i taveb B (s použitím briket ve vsázce) jsou zobrazeny pomocí krabicových grafů na obr. 3. Odfosfoření probíhalo již během tavení. Bylo podporováno nižší teplotou, a to za předpokladu vytvoření tekuté oxidační a bazické strusky. K odfosfoření



Obr. 3 Porovnání obsahu fosforu v oceli po natavení
Fig. 3 Comparison of the phosphorus content in the batch

je potřeba vysoké aktivity FeO v bazické strusce. Je-li ve vsázce použit k nauhličení koks, může jeho přebytek ve strusce snižovat množství FeO . Mediány obsahů fosforu po natavení (EOP_ZK1) i průměrné hodnoty jsou u obou taveb téměř shodné. Vlivem použití koks do vsázky (nízký obsah P v koks) byl obsah fosforu po natavení nízký. Byl proveden test rozdílů středních hodnot dvou nezávislých výběrů. Všechny testy byly provedeny na standardní hladině významnosti $\alpha = 0,05$. Testování normality bylo provedeno pomocí Shapiro-Wilkova testu pro malé soubory ($n < 50$). Soubor dat obsahoval 21 pozorování taveb A a 35 pozorování taveb B. Na zvolené hladině významnosti nebyla normalita rozdělení dat zamítnuta. Homogenita dat byla testována pomocí F-testu. Vzhledem k tomu, že na zvolené hladině významnosti nebyla zamítnuta nulová hypotéza o homogenitě výběrů, byl proveden T-test s testovacím kritériem pro shodu rozptylů [10]. Na základě p-hodnoty t-testu nebylo možno zamítnout nulovou hypotézu o shodě střední hodnoty. Nebyl potvrzen vliv briket na obsahy fosforu po natavení. Zároveň lze potvrdit původní zjištění, že použití koks do vsázky k nauhličení ocelové lázně neovlivnilo oxidační schopnost strusky, a tím i průběh odfosfoření.

Znatelné rozdíly mezi tavbami jsou v obsazích dusíku po natavení (obr. 4). Vyšší pravděpodobnost dosažení nižšího obsahu dusíku je ve skupině taveb B. Soubor dat obsahoval 21 pozorování taveb A a 24 pozorování taveb B. Opět byly testovány střední hodnoty obou výběrů. Po odstranění jednoho odlehlého pozorování u taveb A nebyla normalita dat na testované hladině významnosti zamítnuta. Hypotéza shody rozptylů byla F-testem zamítnuta na testované hladině významnosti. K testu významnosti rozdílu mezi dvěma výběrovými průměry byl proto použit t-test s Welchovou korekcí pro heterogenní výběry [11]. Na základě velmi nízké p-hodnoty ($p\text{-hodnota} = 0,003$) lze zamítnout nulovou hypotézu a přijmout alternativní hypotézu, že rozdíl středních hodnot mezi výběry je významný.



Obr. 4 Porovnání obsahu dusíku v oceli po natavení
Fig. 4 Comparison of the nitrogen content in the batch

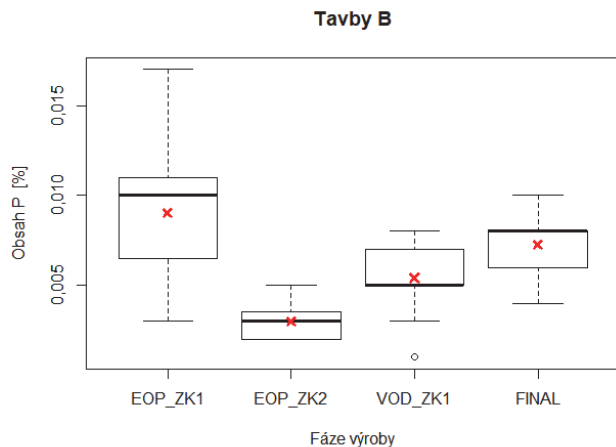
V této fázi je prokázáný významný vliv použití kovonosných briket do vsázky. Disociace molekul N_2 je silně endotermický děj, a proto je podporován ionizací

dusíku a obnažováním lázně v okolí elektrického oblouku [12]. V průběhu tavení nejsou rozpuštěny všechny struskotvorné přísady a lázeň není dokonale kryta.

Teplota tání čistého CaO je 2580 °C. Pálené vápno (CaO) se ve vznikající strusce asimiluje postupně. Teplotu tání CaO výrazně snižují oxidy SiO_2 a FeO. Brikety s vysokým obsahem FeO umožňují oxidaci hliníku a křemíku v oceli. Tím urychlují tvorbu strusky během tavení vsázky. Vznikající pěnivá struska zakrývá elektrické oblouky a chrání ocel před okolní atmosférou. Snížení obsahu Cr, Mn, Si a Al urychluje začátek uhlíkové reakce.

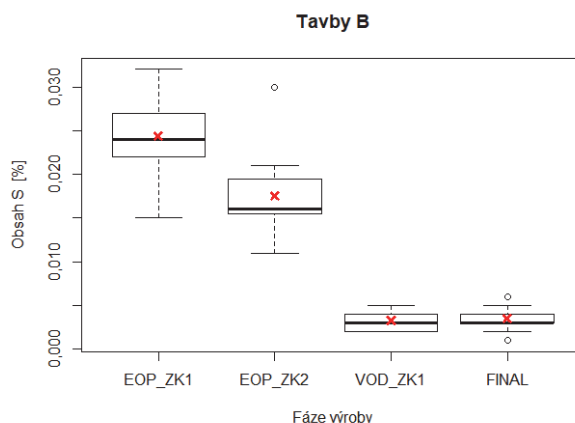
Odfosfoření a odsíření oceli

Snížení obsahu fosforu vyžaduje nízkou teplotu a vysokou aktivitu kyslíku. Změnou podmínek se fosfor redukuje ze strusky zpět do oceli. Odsíření oceli je podporováno především nízkou aktivitou kyslíku a vysokou bazicitou strusky. K dosažení nízkých obsahů fosforu a síry v EOP je zapotřebí dokonalé stažení strusky na konci oxidace a vytvoření nové redukční bazické strusky. Tím dochází k obnažení lázně a k nárůstu obsahu dusíku. Obsah dusíku se během zpracování uklidněné oceli zvyšuje. Proto se na celkovém zvýšení obsahu dusíku v oceli po konci oxidační fáze významně podílí i délka redukční fáze tavby. Toto zvýšení lze pozorovat v příjezdové analýze na zařízení VOD (VOD_ZK1). Obsahy fosforu a síry v tavbách s přísadou briket jsou zobrazeny na obr. 5 a 6. Analýza taveb na konci oxidačního údobí je označena EOP_ZK2, konečná analýza je v grafech označena jako FINAL.



Obr. 5 Krabicové grafy obsahu fosforu v oceli
Fig. 5 Box diagrams of the phosphorus content in steel

Řízení obsahu fosforu v oceli je dáno především oxidační fází a volbou legujících přísad v redukčním údobí tavby. Přísady byly voleny s ohledem na maximální přípustnou hodnotu fosforu v oceli. Odsíření oceli bylo provedeno před MPZ a obsah síry, jak je znázorněno pomocí krabicových grafů na obr. 6, se již dále významně neměnil. Požadované obsahy P a S byly splněny i přes vyšší obsah síry po natavení.



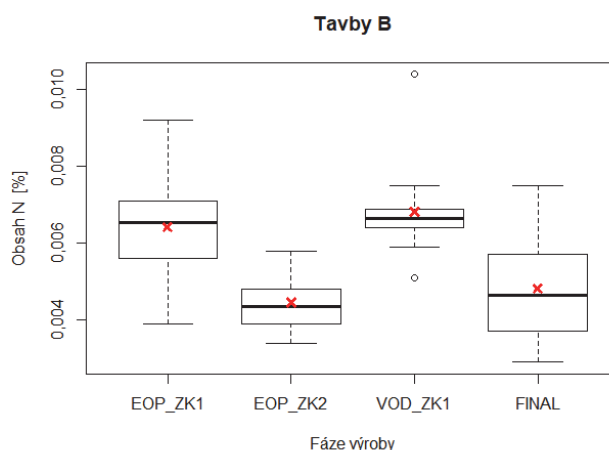
Obr. 6 Krabicové grafy obsahu síry v oceli
Fig. 6 Box diagrams of the sulphur content in steel

Obsahy dusíku jsou znázorněny na obr. 7. Konečné obsahy dusíku jsou ovlivněny především počátečním obsahem dusíku před vakuováním.

Tyto hodnoty lze ovlivnit:

- nízkým obsahem dusíku po natavení vsázky,
- dobou a intenzitou uhlíkového varu,
- zamezením navýšení obsahu dusíku v redukčním údobí tavby (rychlé vytvoření krycí redukční strusky, krátká doba redukce).

Z obr. 7 je zřejmé, že vlivem vyšších obsahů uhlíku po natavení vsázky ($C = 0,49 - 0,79 \%$) byl obsah dusíku během oxidace snížen pod $N < 60$ ppm. Obsahy dusíku před vakuováním vykazovaly nízkou variabilitu podle mezikvartilového rozpětí a zároveň se vyskytly dvě vybočující hodnoty. Průměrná dosažená hodnota obsahu dusíku v oceli byla $N = 47$ ppm.



Obr. 7 Krabicové grafy obsahu dusíku v oceli
Fig. 7 Box diagrams of nitrogen content in steel

Závěr

Základním cílem navržených experimentálních taveb ocelí s nízkým obsahem prvků N, P a S bylo ověřit možnost prosazování briket do vsázky a jejich vlivu na čistotu ingotových ocelí. Za nízkých teplot se jako první oxidují prvky s vysokou afinitou ke kyslíku. V EOP to je především Al, Si a v menším míře Mn a Cr. Gibbsova energie (volná entalpie) jejich reakcí s kyslíkem je při nízkých teplotách nižší než volná entalpie uhlíkové reakce. Experimentální tavby potvrdily, že technologie aktivního tavení s prosazením briket do vsázky urychluje tvorbu pěnivé strusky, která kryje vznikající lázeň a brání přechodu dusíku do oceli. Oxidace fosforu, která probíhá na mezifázové hranici struska-kov, vyžaduje vysoký obsah FeO ve strusce. Na základě výsledků prosazování briket a experimentálních taveb lze stanovit závěr, že proces odfosfoření nebyl ovlivněn použitím koksu k nauhličení vsázky.

Výraznější rozdíly lze pozorovat u obsahů dusíku. Byly prokázány statisticky významné rozdíly středních hodnot obsahů dusíku po natavení mezi tavbami s briketami a bez briket. Použití briket neovlivnilo obsahy uhlíku po natavení vsázky. Nízké obsahy dusíku po natavení vsázky jsou základem k dosažení nízkých konečných obsahů dusíku v oceli. Na konečnou hodnotu N mají velký vliv všechny fáze výroby. Použití briket do vsázky stabilizuje výrobní proces. Technologie je nyní na elektroocelárně TŘINECKÝCH ŽELEZÁREN, a.s. aplikována na všechny druhy oceli s požadavkem zaručených obsahů dusíku a umožnila nejen stabilizaci výroby, ale i rozšíření portfolia vyráběných ocelí.

Literatura

- [1] KALOUSEK, J., DOBROVSKÝ, L. *Teorie hutních pochodů*, 3. vyd. Ostrava: VŠB – Technická univerzita, 2004. ISBN 80-248-0658-4.
- [2] ADOLF, Z. *Mimopecní rafinace oceli*, 3. vyd. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2002, 133 s., ISBN 80-7078-968-9.
- [3] SIGWORTH, G. K., ELLIOTT, J. F. The Thermodynamics of Liquid Dilute Iron Alloys, *Metal. Science* [online], 8 (1974) 1, 298–310 [cit. 2018-06-02]. ISSN 0306-3453.
- [4] HAN, Seung-Min, PARK, Joo-Hyun, JUNG, Sung-Mo, PARK, Jung-Ho, MIN, Dong-Joon. Kinetic Study on Surface Dissolution of Nitrogen on Liquid Steel by Isotope Exchange Technique. *ISIJ International* [online]. 49 (2009) 4, 487–494. [cit. 2018-06-28]. ISSN 1347-5460.
- [5] PAL, J. Thermodynamic analysis of nitrogen removal in EAF by DRI fines injection. *Ironmaking & Steelmaking* [online]. 33 (2013) 6, 465–470. [cit. 2018-06-20]. ISSN 03019233.
- [6] CHO MIČ, V., et al. Možnosti využitia Fe-C brikiet pri výrobe ocele v EOP, In *Sborník 29. Ročníku konference Oceláři*, 2013, 4.-5. dubna 2013, Karlova Studánka, ISBN 978-80-87294-37-6.
- [7] QIXING, Y., HOLMERC, N., et al. EAF Smelting Trials of Waste-Carbon Briquettes at Avesta Works of Outokumpu Stainless AB for Recycling Oily Mill Scale Sludge from Stainless Steel Production. *Process Metallurgy*. DOI: 10.2374/SRI09SP003; submitted on 12 November 2008, accepted on 3 February 2009.
- [8] <http://www.progres-ekotech.com/>.
- [9] GAJDICA, M., et al. Výzkum, vývoj a aplikace technologie briketace a následné recyklace kovonosných odpadů z výroby a opracování oceli, In *Sborník 29. ročníku konference Oceláři*, 2013, 4.-5. dubna 2013, Karlova Studánka, ISBN 978-80-87294-37-6.
- [10] MELOUN, M., MILITKÝ, J. *Kompéndium statistického zpracování dat*. Praha: Karolinum, 2012. ISBN 978-80-246-2196-8.
- [11] KABACOFF, R. *R in action: data analysis and graphics with R*. Shelter Island, NY: Manning, c2011. ISBN 9781935182399.
- [12] KEPKA, M. *Rafinace oceli* (celost. vysokošk. příručka pro skupinu studijních oborů hutnictví) Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1989. ISBN 80-03-00079-3.

INVENT ARENA 2018 je za námi

Předsednictvo České hutnické společnosti, z. s. (ČHS) provedlo na svém zářijovém zasedání vyhodnocení 2. ročníku Mezinárodní výstavy technických novinek, patentů a vynálezů INVENT ARENA 2018.

Výstavy se zúčastnilo 47 vystavovatelů z 22 zemí. Bylo vystaveno 138 vynálezů a patentů od 382 vynálezců a inovátorů. Nejlepší obdrželi zlaté, stříbrné a bronzové medaile včetně několika speciálních cen.

Kromě ČHS se na její organizaci podílely TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s., Český svaz vynálezů a zlepšovatelů, Úřad průmyslového vlastnictví a společnost INTERNATIONAL FEDERATION OF INVENTORS' ASSOCIATION.

Výstavu finančně podpořil Moravskoslezský kraj, město Třinec a společnost Ocelářská unie, a.s. Jako partneři akce podpořili Ministerstvo průmyslu a obchodu, Ministerstvo školství, mládeže a tělovýchovy, Hospodářská komora České republiky, Akademie věd České republiky a Technologická agentura České republiky.

Byl zpracován Katalog výstavy, který je k dispozici na webových stránkách akce <http://www.inventarena.cz>. Tento katalog výstavy shrnuje základní informace o organizátorech a vystavovatelích.

Organizátoři akce již začali s přípravou 3. ročníku, který by se měl uskutečnit v roce 2020.

Měření rychlosti a modelování proudění vzduchu pro účely ochlazování válcovaného materiálu

Velocity measurement and modelling of airflow for the purpose of cooling the rolled material

Ing. Mario Machů, Ph.D.; Ing. Luboš Polcar; prof. Dr. Ing. René Pyszek

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

In metallurgy, measurement of fluids flow rate and velocity, e.g. cooling water, air or heating gases, is usually a key part of the process control system with significant influence on quality and economy of the process. Controlled cooling of steel wire requires a specific amount and distribution of air over the width and length of the cooling conveyor. For purposes of measurement during adjusting of the technology, the originally recommended vane anemometer was compared to measurement based on pressure difference by Pitot and Prandtl tubes. Differences in the results obtained by these three types of sensors as well as sensitivity to the probe distance from the nozzle outlet and deviation of the sensor longitudinal axis from the flow direction were evaluated in the laboratory. CFD calculations of the air velocity profile in the nozzle outlet were done and compared to the measured values.

Key words: fluid flow; measurement; CFD simulation

V metalurgickém průmyslu je měření průtoků a rychlosti tekutin jako chladicí vody, vzduchu nebo topných plynů obvykle klíčovou součástí systému regulace provozu s významným vlivem na kvalitu a ekonomiku procesu. Proces řízeného ochlazování válcovaného drátu vyžaduje určité množství a rozdělení vzduchu po šířce a délce chladicího dopravníku. Pro účely měření během seřizování technologie byl (původně doporučený) vrtulkový anemometr porovnán s měřením na základě diferenčního tlaku za použití Pitotovy a Prandtlovy trubice. Rozdíl naměřených hodnot pomocí všech tří sond a také citlivost na vzdálenost snímače od ústí dýzy a úhlovou odchylku podélné osy snímače od směru proudění byly laboratorně vyhodnoceny. Pitotova trubice vykazala téměř stejné naměřené hodnoty jako Prandtlůva trubice. Pitotova trubice vykazala menší odchylku měřené rychlosti způsobenou odklonem osy snímače vůči směru proudu v porovnání s Prandtlůvou trubicí. Z celkového porovnání užitečných vlastností, odolnosti, investiční náročnosti a přesnosti měření vychází užití Pitotovy trubice v náročných podmínkách válcoven jako nejvýhodnější ze všech tří porovnávaných sond. Získané výsledky měření na laboratorní dýze byly porovnány s CFD simulací. Pro simulaci byly použity výpočetní modely $k-\varepsilon$ -realizable, RNG, Spallart-Allmaras, $k-\omega$ -realizable, Reynolds-Stress SST a DES. Ve srovnání s naměřenými hodnotami vykázal model $k-\varepsilon$ -realizable nejmenší rychlostní odchylku v ose proudu $1,24 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, což je rozdíl 4,4 % oproti naměřené hodnotě po celé šířce proudu z modelu dýzy.

Klíčová slova: proudění tekutin; měření; CFD modelování

1. Introduction

Heat removal from hot metallurgical products can be conducted in several ways which are based on convective heat transfer from the product into a cooling medium and heat transfer by radiation. Commonly used cooling mediums are water, oil and air. The air can be in some cases a suitable option as it does not pollute the surrounding space by vapor and liquid. The cooling effect is more controllable over a wide range, starting at very low values. There is also no issue that would cause a non-linear cooling effect as a Leidenfrost effect. Air is therefore used for cooling rolled railway rails, wires etc.

Increasing quality demands of hot rolled products require precise control of the whole manufacturing process from steel production, continuous casting through rolling to the

final cooling operation. Excessive cooling rate shifts material structure more into the quenched one. Decreased cooling rate shifts material structure close to the annealed one. Proper adjustment of the cooling intensity is important for the transformation of austenite to the desired structures [1, 2].

In case of hot wire rolling, the material should be cooled equally around the perimeter of the loops lying on the cooling conveyor to obtain mechanical properties within a desired narrow range. The wire can be cooled either with a decreased rate under a cover with limited radiation to the surroundings, normally by natural convection and radiation or with increased rate by the air stream from fans located beneath the conveyor. As wire loops are partially laid across each other on the conveyor, more air should be directed to zones with more layers of wire.

Air flow rate and velocity are set to meet technological parameters. Compliance with desired values should be controlled by measurement. A common method of such measurement involves a manual procedure using a micro vane flow meter (anemometer). Such a method is laborious, increases the risk of sensor destruction by solid particles in the flowing air and provides low accuracy and repeatability due to uneven and unsteady airflow. The paper deals with a measurement technique that provides an easier, safer and robust measurement while using a different type of sensor.

2. Goals and methods

Fluid volume or mass flow can be measured by numerous devices based on different physical principles. Some register force from flowing medium impacting measuring device (vane air flow meters), some evaluate the cooling effect of fluid flow (hot wire, hot rod method), other register differential or total pressure in fluid [3]. The latter method is suitable for metallurgical plants for its robustness, simplicity and durability.

From Bernoulli's equation which presents the law of energy conservation, it is possible to derive velocity from the sensed difference between the total and static pressure. However, for very low Reynolds numbers, computations are more accurate using Stokes' Law [4]. Normalization to standard conditions can be calculated by temperature and humidity compensation. These types of sensors can also be used for measuring very low liquid flow velocities [5] as well as very high velocities, e.g. in avionics.

The manufactured rolled wire is cooled by air coming from nozzles located between rollers. The amount and distribution of air in the direction perpendicular to the wire is crucial for the cooling process, see Fig. 1.

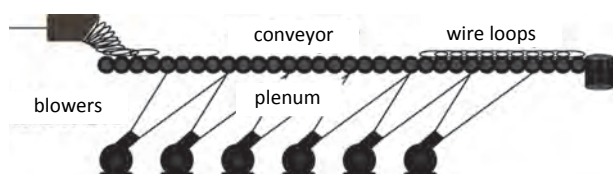


Fig. 1 Diagram of cooling conveyor [6]

Obr. 1 Schéma chladičho dopravníku [6]

According to the production facility manufacturer, a vane anemometer was recommended for the air distribution adjustment, but due to difficult work conditions and excessive time demand, evaluating air velocity from the measured differential pressure was used during an experiment [7]. In particular, Pitot and Prandtl tubes were considered. The concern was, whether those methods deliver the same results. The Pitot tube was compared to Prandtl tube, and vane anemometer during velocity measurements near the rectangular outlet of the laboratory nozzle, see Fig. 2.

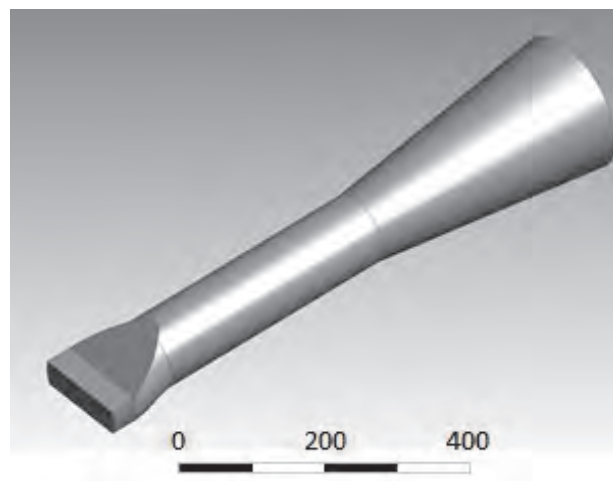


Fig. 2 Model of a nozzle (mm) [8]

Obr. 2 Model dýzy (mm) [8]

Pitot tube uses one inlet hole for total pressure sensing while the static pressure is measured in different position where the air is stationary. A simple example of the Pitot tube measurement is shown in Fig. 3. The measured differential pressure corresponds to the difference in levels Δh of the liquid in the U-tube which can be replaced by an electronic micro-manometer.

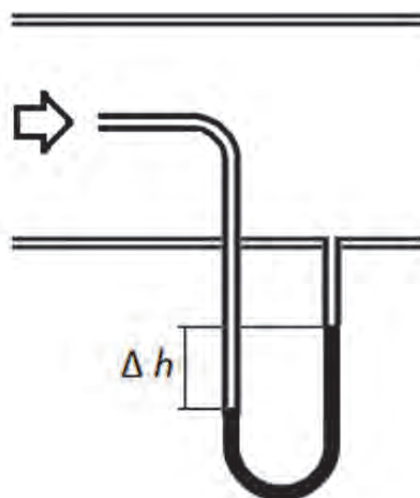


Fig. 3 Example of Pitot tube measurement [9]

Obr. 3 Příklad měření Pitotovou trubicí [9]

The Prandtl tube has one opening towards the fluid flow direction for measuring total pressure and several small static pressure sensing openings, located perpendicularly to the flow direction around the circumference of the tube at a certain distance from the tube tip.

Dimensions of the Prandtl tube used during the experiment are shown in Fig. 4. Outer diameter of the Pitot tube was 4 mm and internal diameter was 2 mm.

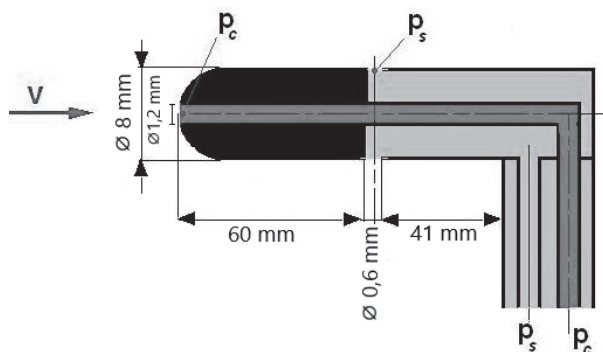


Fig. 4 Dimensions of Prandtl tube
Obr. 4 Rozměry Prandtlovy trubice

Velocity at a distance of 20 mm from the nozzle orifice was measured and compared. The velocity dependence on a coordinate perpendicularly to the flow direction as well as the dependency of velocity on the distance from the nozzle orifice was measured.

In a real application, as the sensor moves along the conveyor across the individual air nozzles, the Pitot tube is not always co-linear with a flow direction. Angular deviation between the flow direction and the sensor axis may affect the data [10]. For that reason, the effect of the

sensor angular deviation from the local flow direction was evaluated as well.

Differential pressure was measured by a differential pressure gauge. Dynamic pressure is derived from the total and static pressure. Micro-manometer Airflow APM 5000, micro vane anemometer Testo 445, probe 0635.9540 with measurement range $2 - 60 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ and data-logger Grant 2020 were used.

3. Measurements results

A comparison of the velocity change relative to the velocity at the nozzle outlet in dependence on a distance from the outlet obtained by means of a Pitot tube and a micro vane sensor is shown in Fig. 5.

The difference in measured values by micro vane anemometer falls into the range of device accuracy of $\pm (0.2 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1} + 1 \% \text{ of m.v.})$.

A comparison of all three sensors during 15 measurements at a constant position while decreasing air flow velocity is shown in Fig. 6. The values measured by Pitot and Prandtl tubes were close. Their difference from micro vane sensor data is close to linear function and in praxis can be corrected by calibration.

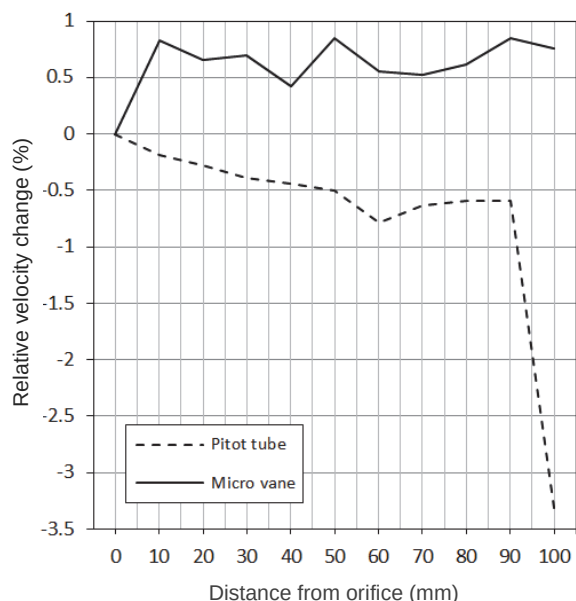


Fig. 5 Velocity change relative to the velocity at the outlet in dependence on a distance from the outlet
Obr. 5 Relativní změna rychlosti vůči rychlosti na výstupu dýzy v závislosti na vzdálenosti od ústí dýzy

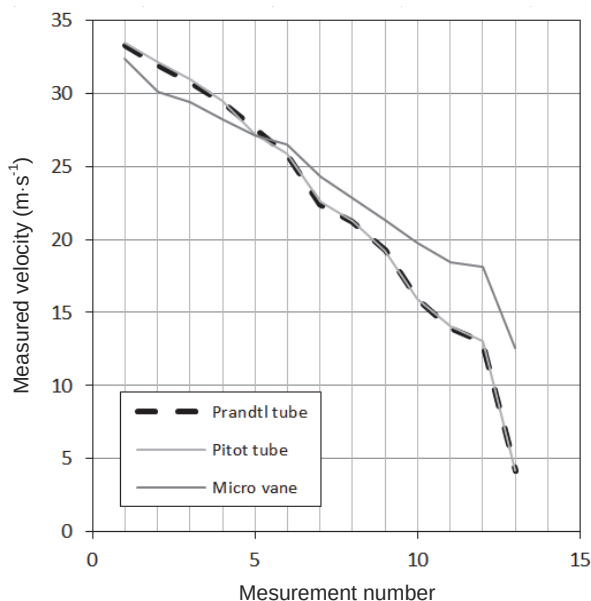


Fig. 6 Comparison of micro vane anemometer, Pitot tube and Prandtl tube
Obr. 6 Srovnání vrtulkového anemometru s Pitotovou a Prandtlovou trubicí

Pressure decline with an increasing distance from the outlet was investigated using the Pitot tube for different velocities and results. Obtained trends seem to be consistent and promising for further use. Up to

a distance of 9 cm from a nozzle orifice, there is only a negligible drop in obtained differential pressure for all three initial air flow velocities, see Fig. 7.

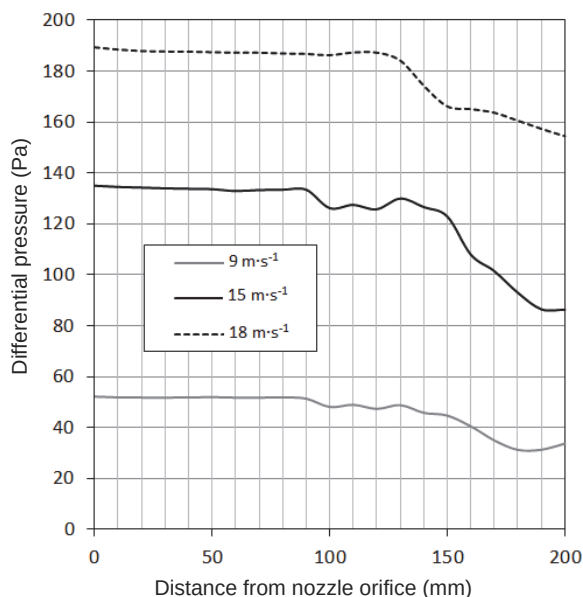


Fig. 7 Differential pressure dependence on a distance of the Pitot tube from the nozzle orifice

Obr. 7 Závislost diferenčního tlaku na vzdálenosti Pitotovy trubice od ústí dýzy

The sensor angle deviation sensitivity was evaluated for Pitot and Prandtl tubes for velocity of $18 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Measured data from the Pitot tube vary less than that of the Prandtl tube. However, for both sets of data, the angle of 15° represents a limit for accuracy. However, the Pitot tube is less affected by increased angle deviation in comparison to the Prandtl tube. Data are presented in Fig. 8.

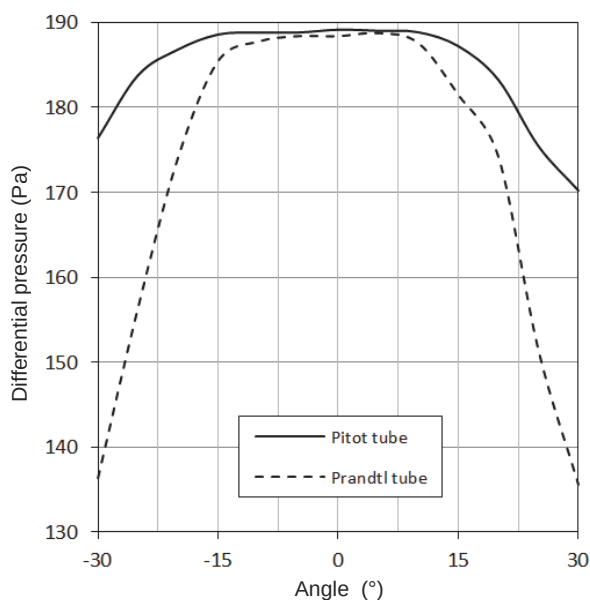


Fig. 8 Angle deviation sensitivity for Pitot and Prandtl tubes
Obr. 8 Citlivost na úhel náklonu Pitotovy a Prandtlovy trubice

The angle deviation sensitivity for two different velocities was measured by the Pitot tube. Measurement confirmed previously obtained results. Differential pressure decline can be neglected up to the angle of 15° . However, with increased airflow velocity the concavity of the curve increases, see Fig. 9.

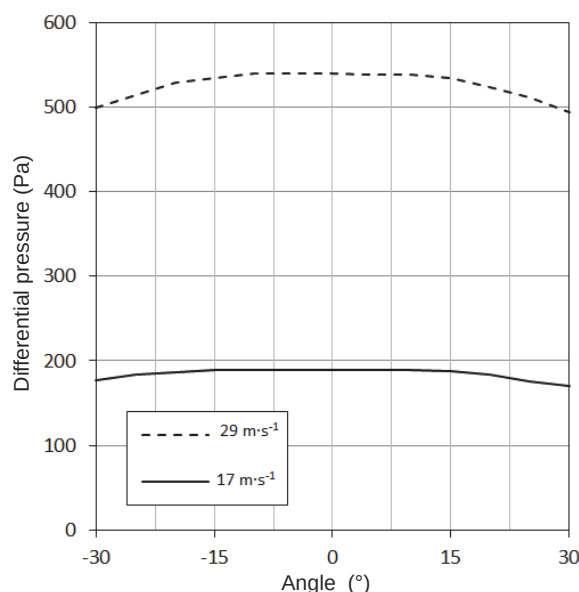


Fig. 9 Pitot tube differential pressure dependence on sensor angular deviation at airflow velocity of $17 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ and $29 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$

Obr. 9 Změna diferenčního tlaku Pitotovy trubice pro rychlosti $17 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ a $29 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ v závislosti na náklonu snímače k ose proudu

In order to define the sensitivity of the Pitot tube to the angular deviation from the flow direction, a dependence of relative measured velocity change on the angle was evaluated for velocities of 18 and $30 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Velocity change relative to the velocity measured while the sensor is parallel with air flow is shown in Fig. 10. Up to angle of 15° , the relative change of measured velocity is below 1 %, however at the deviation of 30° relative velocity change is higher than 5 %.

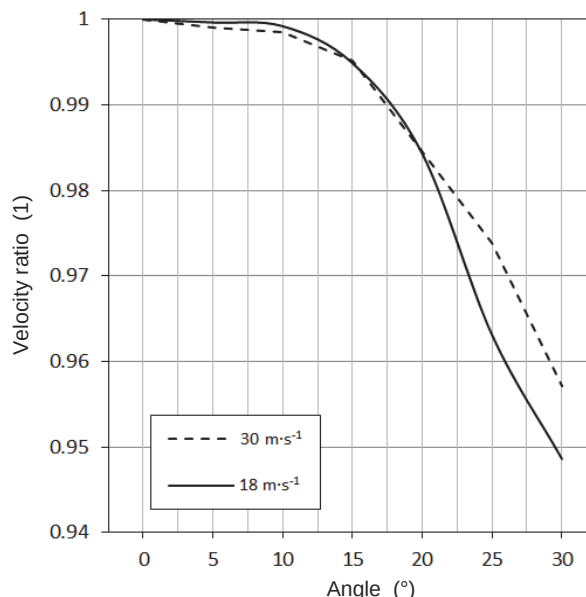


Fig. 10 Ratio of measured velocity to velocity in the direction of flow depending on sensor angular deviation

Obr. 10 Poměr naměřené rychlosti k rychlosti ve směru proudění v závislosti na úhlové odchylce Pitotovy trubice

Experiments indicated that the use of the differential pressure probe is a suitable choice not only for the resistance to mechanical damage but also in terms of the measurement results.

To confirm that the flow is fully developed in a virtual plane perpendicular to the flow direction at a distance of 25 mm from the outlet of the nozzle and that the previously measured values are not affected by uneven velocity field, a velocity profile across the nozzle outlet plane was measured. It suggests that the flow is fully developed, as shown in Fig. 11. The velocity profile is close to linear and declines only near the walls.

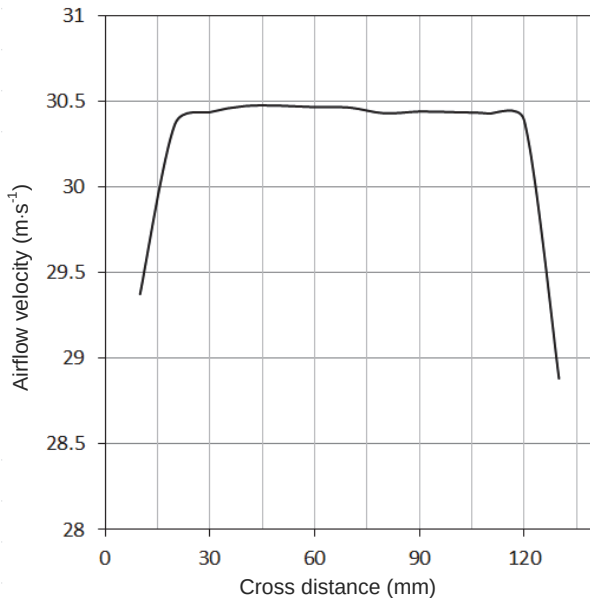


Fig. 11 Measured nozzle outlet velocity profile
Obr. 11 Naměřený rychlostní profil u výstupu z dýzy

4. CFD simulation

The airflow from the nozzle was also examined via CFD simulation with regards on mesh size, turbulence models and turbulence intensity level at the inlet [11].

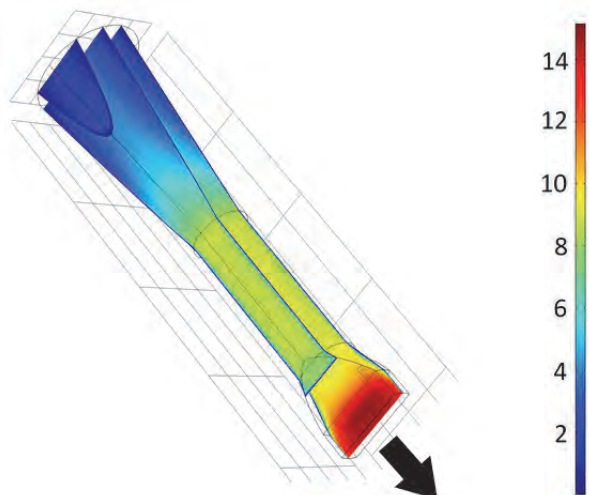


Fig. 12 Airflow velocity in the nozzle model ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$)
Obr. 12 Rychlost proudu vzduchu v modelu dýzy ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$)

Computer simulations provide numerous computing methods that can lead to significantly different results. A 3D model of a nozzle was created, and six simulations with different calculation models were executed in order to obtain a comparison with measured results. A

simulated layout of airflow velocity inside the nozzle is shown in Fig. 12.

The following turbulent models were used: k - ϵ -realizable and RNG, Spallart-Allmaras, k - ω -realizable, Reynolds-Stress SST and DES.

Various turbulent models exhibit similar results. Differences are notable in computational time. Spallart-Allmaras model is a single equation model, and k - ϵ and k - ω are two equation models (an equation is added due to turbulence to Navier-Stokes equations in the RANS method).

The shape of velocity profiles for each computational method obtained via CFD simulation reliably represent measured data. A comparison of computed and measured velocity profiles is in Fig. 13. The horizontal axis represents a ratio of a distance from the nozzle axis in the direction of the outlet longer dimension to half of the nozzle outlet shorter dimension. The closest values to measured data were obtained by both k - ϵ models and DES model.

The measured velocity profile reaches higher values when compared to simulation results. However, the velocity difference in the nozzle axis is only $1.24 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, which represents 4.4 % for the k - ϵ -realizable model. The error is the sum of the model error and the uncertainty of the measurement including possible inaccuracy of the air parameters.

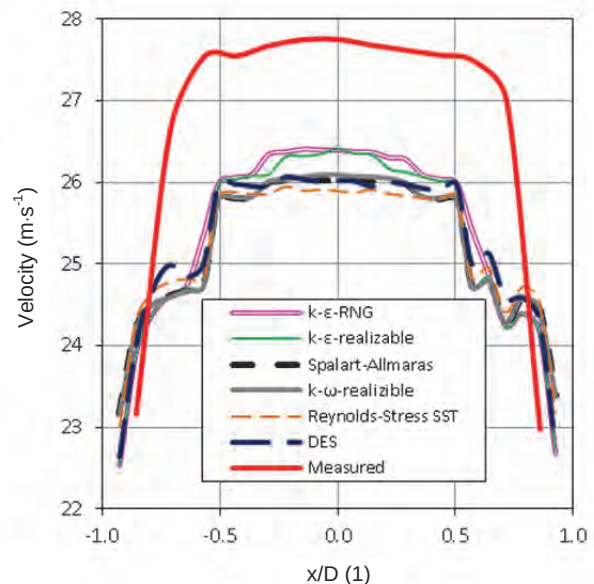


Fig. 13 Velocity profile of CFD simulation and measured results
Obr. 13 Rychlostní profil CFD simulace a výsledků měření

Conclusions

For practical use in real conditions of hot rolling production, the simple Pitot tube as a sensor offers unique advantages as it features low cost, high reliability, simplicity, low wear and minimal maintenance demands. It also delivers results very similar to Prandtl tube.

It was also found out, that Pitot tube can provide accurate results up to its 15° angular deviation from the airflow direction.

A comparison of measured data with CFD simulation showed a velocity difference of $1.33 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ in the nozzle axis, which represents the relative error of 4.8 % for the k-ε-realizable model. CFD simulations confirmed that the airflow is fully developed in the plane perpendicular to the nozzle axis at a distance of 25 mm from the nozzle outlet.

Acknowledgment

This paper was partially supported by the specific university research grants of the Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic No. SV2018/94 and No. SV2018/60 at VŠB - Technical University of Ostrava, and project No. LO1203 "Regional Materials Science and Technology Centre - Feasibility Program" funded by Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic and also by Support for Science and research in the Moravian-Silesian Region No. RRC/10/2017.

References

- [1] CAMPBELL, P.C., HAWBOLT, E.B., BRIMACOMBE, J.K. Microstructural Engineering Applied to the Controlled Cooling of Steel Wire Rod: Part: II. Microstructural Evolution and Mechanical Properties Correlations. *Metallurgical Transactions A*. 17 (1991) 12, 2779–2790. ISSN 0360-2133.
- [2] LENKA, S., KUNDU, S., CHANDRA, S., SINGH, S.B. Effect of Recalescence on Microstructure and Phase Transformation in High Carbon Steel. *Materials Science and Technology*. 23 (2013) 6, 715–725. ISSN 0267-0836.
- [3] KLOPFENSTEIN, R. Jr. Air Velocity and Flow Measurement Using a Pitot Tube. *ISA Transactions*. 37 (1998) 4, 257–263. ISSN 0019-0578.
- [4] SPELAY, R.B., ADANE, K.F., SANDERS, S.R., SUMMER, R.J., GILLIES, R.G. The Effect of Low Reynolds Number Flows on Pitot Tube Measurements. *Flow Measurement and Instrumentation*. 27 (2015) 46, 247–254. ISSN 0955-5986.
- [5] LYNN, R.J., HALJASMAA, I.V., SHAFFER, F., WARZINSKI, R.P., LEVINE, J.S. A Pitot Tube System for Obtaining Water Velocity Profiles with Millimeter Resolution in Devices with Limited Optical Access. *Flow Measurement and Instrumentation*. 26 (2014) 40, 50–57. ISSN 0955-5986.
- [6] HONG, L., WANG, B., FENG, S., YANG, Z., YU, Y. PENG, W., ZHANG, J. A Three-Dimensional Mathematical Model to Predict Air-Cooling Flow and Temperature Distribution of Wire Loops in the Stelmor Air-Cooling System. *Applied Thermal Engineering*. 18 (2017) 116, 766–767. ISSN 1359-4311.
- [7] MRAČNA, M. *Ochlazování drátu na dopravníku kontidrátové tratě*. Ostrava. Diplomová práce. Vysoká škola báňská -Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství. 2017, 55 s.
- [8] MONIAKOVÁ, S., MACHŮ, M., SKŘÍŠOVSKÁ, P., PYSZKO, R. Comparison of Air Flow Velocity Meters Based on Different Principle and Evaluation of Their Confidentiality for Practical Measurement Purposes. In *ISDM 2016 Proceedings*, Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, 2016, s. 119–122.
- [9] Engineering ToolBox. *Pitot Tubes*. [online]. 2001.[cit. 2018-8-22]. PNG, 7,94kB. Dostupné z: https://www.engineeringtoolbox.com/pitot-tubes-d_612.html
- [10] KANG, W., TRANG, N.D., LEE, S.H., CHOI, H.M., SHIM, J.S., JANG, H.S., CHOI, Y.M. Experimental and Numerical Investigations of the Factors Affecting the S-type Pitot Tube Coefficients. *Flow Measurement and Instrumentation*. 17 (2015) 44, 11–18. ISSN 0955-5986.
- [11] WĘCEL, D., CHMIELNIAK, T., KOTOWICZ, J. Experimental and Numerical Investigations of the Averaging Pitot Tube and Analysis of Installation Effects on the Flow Coefficient. *Flow Measurement and Instrumentation*. 18 (2008) 5, 301–306. ISSN 0955-5986.

Noc vědců letos na symbolické téma - sto let české vědy

Tradiční akce Noc vědců proběhne v pátek 5. října 2018 na více než třech desítkách míst České republiky a téma je symbolické - 100 let české vědy. Letošní 14. ročník zastřešuje jako národní koordinátor seskupení 3 vzdělávacích institucí - Ostravská univerzita, VŠB - Technická univerzita Ostrava a Svět techniky v Dolních Vítkovicích. Půdu univerzit, vědeckých pracovišť, science center i nemocnic opět navštíví veřejnost všech věkových kategorií. Připravené jsou večerní i noční workshopy, přednášky a další popularizační programy.

Noc vědců je akce pro veřejnost, která vznikla z podnětu Evropské komise v roce 2005 a jejím posláním je popularizace vědy a osobností vědců. Jeden den v roce jsou na stovkách míst v Evropě ve večerních a nočních hodinách zpřístupněny univerzity, vědecká a výzkumná pracoviště, science centra a další pracoviště, ve kterých se zdarma konají komentované prohlídky, populárně vzdělávací přednášky, workshopy, experimenty, vědecké show, hudební vystoupení apod. Cílem Noci vědců je bořit mýty o vědcích a vědkyních jako lidech zavřených v laboratořích a ukázat nejširší veřejnosti, že vědci jsou „obyčejní lidé“, kteří vykonávají práci přínosnou pro každého z nás, dokážou ji poutavě představit, ale také se dovedou bavit. Vědci přednášejí široké veřejnosti, předvádějí zábavné pokusy, organizují soutěže, a to vše při aktivním zapojení návštěvníků.

- red -

Mikrostrukturní charakteristika slitin NiTiZr a NiTiHf

Micro-structural Characteristic of NiTiZr and NiTiHf Alloys

Ing. Václav Strung; doc. Ing. Ivo Szurman, Ph.D.; Ing. Jan Juřica; Ing. Martin Pohludka, Ph.D.

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

Tato práce se zabývá studiem mikrostruktury slitin NiTiZr a NiTiHf. Tyto vysokoteplotní slitiny s jevem tvarové paměti ve složení 49,8Ni-42,2Ti-8,0Zr a 49,8Ni-42,2Ti-8,0Hf (at. %) byly připraveny za pomoci plasmové metalurgie a následně taveny v indukční peci s grafitovým kelímkem. Mikrostruktura obou připravených slitin byla zdokumentována s užitím optického mikroskopu a řádkovacího elektronového mikroskopu. Chemické složení slitin bylo ověřeno za pomoci EDS analýzy, které bylo využito plošně i bodově. Mikrostruktura slitin byla polykrystalická. Jednotlivá zrna sestávala z dendritů tvořených fází NiTi. Ve směru od středu primární větve dendritu k mezidendritickému prostoru rostla koncentrace legujícího prvku zirkonia, případně hafnia. Na hranicích dendritů docházelo k precipitaci fází bohatých na tyto vysocetavitelné prvky. Bližší charakteristika těchto fází je prozatím předmětem budoucího studia. Druhá část experimentu se zabývala čistotou připravených slitin. Hlavním předmětem zájmu bylo sledování koncentrace kyslíku. V průmyslově vyráběných paměťových slitinách na bázi NiTi by hodnoty kyslíku neměly překročit $O_2 < 0,02$ hm. %. Protože námi dosažené výsledky byly nižší, můžeme konstatovat, že vybraná metodika přípravy – plasmová metalurgie a následně vakuové indukční tavení – zabránila naoxidování obou slitin.

Klíčová slova: NiTiZr; NiTiHf; EDS analýza; mikrostruktura

The aim of this paper is a study of the NiTiZr and NiTiHf microstructures. These high-temperature alloys with shape memory phenomena were prepared by a plasma metallurgy method followed by a vacuum induction melting process in a furnace with a graphite crucible. The nominal compositions of the alloys were 49.8Ni-42.2Ti-8.0Zr and 49.8Ni-42.2Ti-8.0Hf (at. %). Microstructures of the both alloys were documented using an optical and scanning electron microscopes. Chemical compositions of the alloys were determined using spot and area EDS analyses. Optical microscope observing confirmed that the microstructures of the both alloys were polycrystalline. Individual grains consisted of dendrites formed by NiTi phase. In a direction from the primary arm dendrite central line to interdendritic space, the concentration of the alloying elements (zirconium or hafnium) increased. On the dendrite boundaries, specific phases with high concentration of alloying elements occurred. Closer identification of these specific phases is still one of our future goal. The second part of the experiment was focused on purity of prepared alloys, mainly an oxygen concentration. Industrially prepared shape memory NiTi alloys must have an oxygen concentration less than 0.02 wt.%. Because the reached results were lower, therefore we can claim that chosen alloy preparation methods (i.e. plasma metallurgy and vacuum induction melting) prevented the oxidation of the both alloys.

Key words: NiTiZr; NiTiHf; EDS analysis; microstructure

NiTi slitiny jsou známy jako nejdůležitější paměťové slitiny s dobrým paměťovým efektem a pseudoelasticitou. Tyto vysokotavitelné slitiny s tvarovou pamětí jsou uváděny jako materiál s fázovou transformací nad teplotou 100 °C. Těší se většímu zájmu převážně na polích robotiky, automobilového průmyslu, leteckého průmyslu a také v medicíně, a to především kvůli jejich skvělé biokompatibilitě a korozní odolnosti. Vysokou transformační teplotu u slitin NiTi můžeme získat přidáním třetího prvku do slitiny, jako je například Pt, Pd, Au, Zr nebo Hf. Z těchto prvků se Hf a Zr jeví za nejvhodnější vzhledem k jejich nižší ceně ve srovnání se zbylými prvky. Avšak z několika důvodů nebyly dosud vyvinuty praktické přístroje. Jeden z nejzávažnějších problémů slitin NiTiZr a NiTiHf je jejich nízká zpracovatelnost. Jejich tvrdost se zvyšuje na úkor

zpracovatelnosti a tažnosti za studena, které jsou výrazně sníženy přidáním Zr a Hf. Zlepšení zpracovatelnosti slitin NiTiZr a NiTiHf za studena je životně důležité pro jejich výrobu do vhodných velikostí a tvarů a pro řízení mikrostruktur. Proto byly slitiny NiTiZr a NiTiHf značně studovány v uplynulých letech [1 – 5].

Jedním z nejdůležitějších předpokladů praktické aplikace těchto slitin je zvládnutí problematiky výroby. Ta klade zvýšené nároky na čistotu výchozích surovin i na výrobní proces samotný. Z důvodu zamezení přístupu nežádoucích příměsí se výroba slitin NiTiZr a NiTiHf realizuje většinou tavením ve vakuu. V dnešní době je již známa řada různých způsobů tavení (tavení ve vysokofrekvenční indukční vakuové peci, tavení v obloukové peci, tavení v plazmové peci, tavení elektronovým paprskem). Další možností je příprava za pomoci práškové metalurgie. Při tavení

samotném působí nepříznivě především kyslík a uhlík. Dalším problémem je dodržení vhodných podmínek krystalizace a s tím související minimalizace mikro a makrosegregace. Taktéž je nutné zabránit znečištění materiálu nekovovými vměstkami (např. z tavných elektrod či tavicích kelímků). Tvorba karbidů a oxidu titanu ze slitiny Ti – Ni způsobuje posuny koncentrací jednotlivých prvků s následnými změnami teplot přeměn. Vznikem nízkotavitelné fáze Ti_2Ni dochází k náchylnosti k tvorbě trhlin za tepla. Pro výrobu slitin $NiTiZr$ a $NiTiHf$ jsou nejvíce využívány metody obloukového a indukčního tavení ve vakuové peci [6 – 10].

Při vakuovém indukčním tavení se může dosáhnout chemické homogenity volbou vhodné velikosti střídavého proudu, který ovlivňuje indukci a tím také promíchávání taveniny. Zásadní vliv na kvalitu ingotu má především materiál kelímku. Důležitým faktorem vhodnosti použití kelímku je jeho obsah kyslíku. Jako nepoužitelné kelímky lze označit kelímky z Al_2O_3 a MgO . U grafitových kelímků se zanedbatelným obsahem kyslíku musí být brána v potaz silně teplotně závislá absorpce uhlíku. Uhlík je dobře rozpustný v tekutém niklu a má dobrou afinitu k titanu. Nápadité je vyložení povrchu kelímku plíšky z Ti. Následně vzniklá vrstva TiC , která pak působí jako difuzní bariéra. Obsah uhlíku ve výsledném kovu je díky tomu nižší než při klasickém uspořádání vsázky. Běžně jsou slitiny na bázi Ti – Ni taveny při teplotě přibližně okolo $1500\text{ }^{\circ}C$. Pod touto teplotou může být absorbováno přibližně 800 ppm uhlíku. Ještě nižšího obsahu uhlíku, pod 500 ppm lze dosáhnout použitím kelímku z CaO [7].

Při obloukovém vakuovém tavení není tavenina v kontaktu s grafitovým kelímkem. Tudíž je možné touto metodou vyrobit slitinu s vyšší čistotou. Obsah uhlíku zpravidla nepřekročí hodnotu 200 ppm. Proti znečištění zde působí ztuhlý materiál na stěnách měděné pánve, jež je chlazená vodou. Proces má i několik nevýhod, mezi které patří malý objem získané taveniny a špatná konvekce v tavenině, která způsobuje nehomogenitu ingotů. Zlepšení homogenity lze dosáhnout několika opakovanými cykly tavby [7].

Další metodou přípravy slitin je plazmové zonální tavení. Materiál se u této metody umístí do měděného, vodou chlazeného krystalizátoru, který je unášen šroubem pod plazmový hořák. Jako plazmotvorný plyn se používá argon. Pro vlastní tavení je zapotřebí použít argonu co nejčistšího, a to z důvodu vysoké reaktivity titanu ke kyslíku. Teplota plazmatu při tomto tavení dosahuje až 6500 K [7].

1. Experiment

Slitiny $NiTiZr$ a $NiTiHf$ ve složení 49,8Ni-42,2Ti-8,0Zr a 49,8Ni-42,2Ti-8,0Hf (at. %) byly připraveny za pomoci plasmové metalurgie a následně taveny v indukční peci s grafitovým kelímkem. Tavení probíhalo za následných parametrů. Nejprve byla pec evakuována na zbytkový tlak $p = 50\text{ Pa}$ a pak napuštěna Ar (6N) na tlak $p = 20\text{ kPa}$.

Tento proces byl zopakován 3×. Následně byla pec evakuována na $p = 2,5\text{ Pa}$. Tavení probíhalo po dobu 12 minut při výkonu $P = 10 - 19\text{ kW}$, proudu $I = 100 - 125\text{ A}$, napětí $U = 150 - 190\text{ V}$ a frekvenci $f = 3,6 - 3,7\text{ kHz}$. Po roztavení byla tavenina ještě cca 10 sekund promíchávána indukčními proudy. Následovalo napuštění pece Ar (6N) na tlak několik kPa a odlití materiálu. Odlity byly do grafitové kokily ve tvaru krátkých válců s průměrem 10 mm. Tyto válce byly poté nařezány příčným řezem na kotoučové pile MIKRON 110. Nařezané vzorky byly zalisovány do technické pryskyřice. Tento úkon byl proveden na stroji MTH Standart 30. Následovalo broušení a leštění. Vzorky byly broušeny na stroji MTH Kompakt 1031 za pomoci brusného papíru ze SiC (zrnitost 180, 220, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1500). Posléze na stejném stroji proběhlo i leštění vzorků za pomoci kulečnickového plátna a suspenze hliníku (Al_2O_3) s průměrnou velikostí zrna $1\text{ }\mu\text{m}$ a $0,3\text{ }\mu\text{m}$. Mikrostruktura byla poté leptána Krollovým činidlem ($8HF : 15HNO_3 : 77H_2O$).

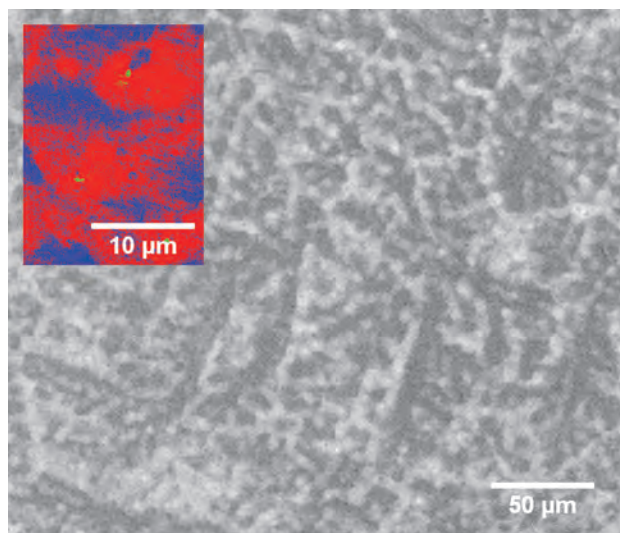
Poté byla mikrostruktura vzorků pozorována na inverzním metalografickém mikroskopu Olympus GX51 vybaveném digitální kamerou DP12 a softwarem Analysis FIVE. Zařízení provedlo fotodokumentaci mikrostruktury. Pro zjištění chemického složení bylo využito řádkovacího elektronového mikroskopu QUANTA FEG 450 vybaveného sondou APOLLO X. Na tomto zařízení byla provedena EDS analýza a opětovně zde byla pořízena fotodokumentace vzorku slitin $NiTiZr$ a $NiTiHf$.

2. Výsledky a diskuse

2.1 EDS analýza a mikrostruktura

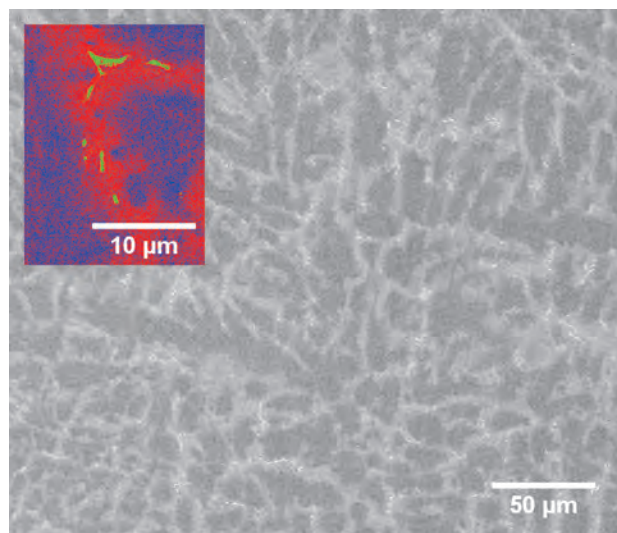
Jak již bylo zmíněno, na vzorcích slitin $NiTiZr$ a $NiTiHf$ byla provedena EDS analýza, a to jak plošná, tak i bodová. Jelikož intenzita zpětného rozptylu elektronu je úměrná atomovému číslu jednotlivých prvků v osvětleném prostoru, světlejší oblasti na obr. 1 a 2 ukazují oblasti s vyšším obsahem Zr a Hf. Naopak tmavší oblasti mají vyšší obsah Ti. Je zřejmé, že existují tři různé kontrastní oblasti, včetně tmavě šedé matrice, světle šedém mezidendritickém prostoru a bílým částicím bohatým na Zr či Hf. Bylo provedeno několik měření pro zjištění složení jednotlivých fázových oblastí.

Z plošné analýzy (tab. 1 a 2) je možné jednoznačně určit, že majoritními prvky jsou v obou slitinách Ni a Ti. Ve srovnání s ternárním fázovým diagramem Ni-Ti-Zr [11] a prací Hsieh a kol. [12] bodová analýza slitiny $NiTiZr$ (obr. 1) ukázala, že složení (tab. 1) tmavě šedé matrice (modrá barva na miniatuře) odpovídá fázi (Ti, Zr)Ni. Složení světle šedého mezidendritického prostoru (červená barva na miniatuře) je mírně odlišné a to především mírným zvýšením obsahu Zr. Dle [12] by se však opět mělo jednat o fázi (Ti, Zr)Ni. V světlé kulovité částici (zelená barva na miniatuře), jež je označena zelenou barvou na miniatuře, je možno spatřit nárůst obsahu Zr na úkor Ni. Jedná se o monofázi $ZrTiNi$ (dle [11] Lavesová fáze typu $MgZn_2$).



Obr. 1 Slitina NiTiZr, litý stav; zvětšení 1000×, barevná miniatura s detailem fází bohatých na Zr (modrá a červená barva – fáze (Ti, Zr)Ni; zelená barva – fáze ZrTiNi), zvětšení 5000×

Fig. 1 NiTiZr alloy, cast state; magnification 1000×, colourful miniature with detail of phase rich at Zr (blue and red colour – (Ti, Zr)Ni phases; green colour – ZrTiNi phase), magnification 5000×



Obr. 2 Slitina NiTiHf, litý stav; zvětšení 1000×, barevná miniatura s detailem fází bohatých na Hf (modrá a červená barva – fáze (Ti, Hf)Ni; zelená barva – fáze HfTiNi), zvětšení 5000×

Fig. 2 NiTiHf alloy, cast state; magnification 1000×, colourful miniature with detail of phase rich at Hf (blue and red colour – (Ti, Hf)Ni phases; green colour – HfTiNi phase) magnification 5000×

Tab. 1 EDS plošná a bodová analýza slitiny NiTiZr

Tab. 1 EDS area and spot analysis of the NiTiZr alloy

NiTiZr - EDS plošná a bodová analýza (at. %)			
	Ti	Ni	Zr
plocha	41,25 ± 0,07	51,61 ± 0,05	7,15 ± 0,02
červená	39,19 ± 0,09	51,80 ± 0,14	9,01 ± 0,05
modrá	42,97 ± 0,13	52,00 ± 0,12	5,03 ± 0,02
zelená	37,33 ± 1,27	34,35 ± 0,78	28,32 ± 2,05

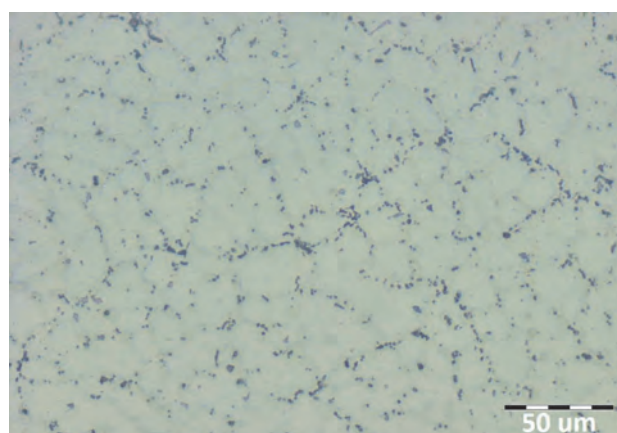
Tab. 2 EDS plošná a bodová analýza slitiny NiTiHf

Tab. 2 EDS area and spot analysis of the of the NiTiHf alloy

NiTiHf - EDS plošná a bodová analýza (at. %)			
	Ti	Ni	Hf
plocha	40,05 ± 0,10	51,30 ± 0,13	8,65 ± 0,08
červená	39,00 ± 0,04	51,95 ± 0,02	9,05 ± 0,02
modrá	40,46 ± 0,36	51,19 ± 0,04	8,36 ± 0,32
zelená	33,74 ± 1,52	39,23 ± 2,11	27,03 ± 3,63

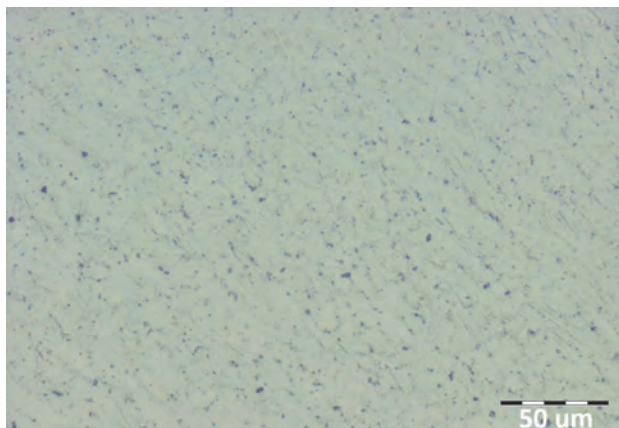
Slitina NiTiHf (obr. 2) se z chemického hlediska výrazně podobá slitině NiTiZr. Z chemického složení tmavě šedé matrice (modrá barva na miniatuře) (tab. 2), je patrné, že se opět skoro neliší od plošného složení. Dle práce Koniga a kol. [13] odpovídá složení matrice fázi (Ti, Hf)Ni. Složení mezidendritického prostoru jenž reprezentuje světle šedou barvu na obr. 2 (červená barva na miniatuře) je podobné matrici. S rozdílem pouze nárustu Hf. Dle [13] se jedná opět o fázi (Ti, Hf)Ni. Bílá fáze vyskytující se uvnitř mezidendritického prostoru (zelená barva na miniatuře) je složením skoro totožná se slitinou NiTiZr. Opět je zde vidět nárůst obsahu Hf na úkor Ti a Ni. Složení odpovídá monofázi HfTiNi (Lavesova fáze typu MgZn₂).

Vzorky slitin byly podrobeny metalografickému studiu struktury. Struktura vzorků ukázala, že vlivem složení a výroby se jedná polykrystalické materiály s nahodile uspořádanými dendrity jak je patrné z obr. 3 a 4.



Obr. 3 Slitina NiTiZr, litý stav; zvětšení 500×

Fig. 3 NiTiZr alloy, cast state; magnification 500×



Obr. 4 Slitina NiTiHf, litý stav; zvětšení 500×

Fig. 4 NiTiHf alloy, cast state; magnification 500×

Jelikož je titan významným getrem, byl ve vzorcích ingotů obou slitin sledován obsah kyslíku. Slitina 49,8Ni-42,2Ti-8,0Zr obsahovala 0,003 hm. % O_2 a pro slitinu 49,8Ni-42,2Ti-8,0Hf činila hodnota O_2 0,0005 hm. %. V porovnání s průmyslově vyráběnými pamětovými slitinami na bázi NiTi, by hodnota kyslíku neměla překročit $O_2 < 0,02$ hm. % (viz [14]).

Závěr

V této práci bylo provedeno studium mikrostruktury ve slitinách NiTiZr a NiTiHf (o složení 49,8Ni-42,2Ti-8,0Zr a 49,8Ni-42,2Ti-8,0Hf at. %). Bylo zjištěno, že vzorky mají jemnozrnnou strukturu, obsahující nahodile uspořádané dendrity. Slitiny byly polykrystalické. Za pomoci EDS analýzy byly následně určeny jednotlivé fáze v obou slitinách. Slitina NiTiZr, jež měla složení matrice (Ti, Zr)Ni, obsahovala monofázi Lavésového typu ZrTiNi. Slitina NiTiHf měla složení podobné. Složení matrice bylo (Ti,Hf)Ni. Taktéž jako v předchozím případě, se zde vyskytovala monofáze HfTiNi. Jak již bylo zmíněno, titan je významným getrem, a proto byl v obou slitinách měřen obsah kyslíku. Slitina 49,8Ni-42,2Ti-8,0Zr obsahovala 0,003 hm. % O_2 a pro slitinu 49,8Ni-42,2Ti-8,0Hf činila hodnota O_2 0,0005 hm. %. Jelikož by hodnota kyslíku v průmyslově vyráběných slitinách neměla překročit 0,05 hm. %, můžeme tedy konstatovat, že zvolená metodika přípravy zabránila naoxidování slitin.

Vzhledem k tomu, že výzkum těchto dvou typů slitin bude pokračovat a z důvodu, že EDS analýza je k přesnému určení fázi nedostatečná, budou na vzorcích těchto slitin v průběhu roku probíhat další typy měření, jako jsou například TEM mikroskopie, rentgenová difrakce, či EBSD analýza.

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] KIM, S., PARK, CH., HONG, J. Fracture Toughness of TiNiHf Alloys: A Hybrid Study Using In-situ Transmission Electron microscopy Experiments and Finite Element Analyses. [online]. 655 (2016) 10 [cit. 2017-10-01].
- [2] HSIEH, S. F., HSUE, W. S., CHEN, S. L. Surface Characteristics and Shape Recovery Ability of Ti35.5Ni48.5Zr16 and Ni60Al24.5Fe15.5 Ternary Shape Memory Alloys. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 571 (2013) 6 [cit. 2017-10-01].
- [3] KIM, J.I., INAMURA, T., KIM, H.Y., HOSODA, H., MIYAZAKI, S. Shape memory characteristics of Ti-22Nb-(2-8)Zr(at.%) biomedical alloys. *Materials Science and Engineering* [online]. 2005, 13.05.2005, (405), 6 [cit. 2018-05-01].
- [4] KIM, H.Y., MIZUTANI, M., MIYAZUKI, S. Crystallization process and shape memory properties of Ti-NiZr thin films. *Acta Materialia* [online]. 2009, 21.02.2009, (57), 11 [cit. 2018-05-01].
- [5] KIM, H.Y., JINGUO, T., NAM, T., MIYAZAKI, S. Cold workability and shape memory properties of novel Ti-Ni-Hf-Nb high-temperature shape memory alloys. *Acta Materialia* [online]. 2011, 30.07.2011, (65), 4 [cit. 2017-10-01].
- [6] FILIP, P., CÍŽEK, L., KURSA, M., KUCHAR, L., MAZANEC, K. Základní technologické údaje o přípravě ekvatomární slitiny TiNi. In *Sborník vědeckých prací Vysoké školy báňské v Ostravě*. 1988, č. 1, s. 125–139.
- [7] KURSA, M., SZURMAN, I., DRÁPALA, J., LOSERTOVÁ, M., GREGER, M. *Pamětové materiály Ni-Ti-Me a možnosti řízení jejich transformačních charakteristik*, 1. vyd. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita, 2005. 155 s. ISBN 80-248-0894-3.
- [8] BENAFAN, O., BIGELOW, G.S. *Additive Manufacturing of NiTiHf High Temperature Shape Memory Alloy* [online]. Ohio, 2017, 16 [cit. 2017-10-01].
- [9] SCHETKY, L., WU, M.H. *Issues in the Further Development of Nitinol Properties and Processing for Medical Device Applications*. Bethel: Memry Corporation, Connecticut, USA, 2004.
- [10] PORTER, D. A., Easterling, K. E. *Phase Transformations in Metals and Alloys*, 2. vyd. Boca Roca, United States: Taylor & Francis Inc, 1992.
- [11] GUPTA, K.P. The Ni-Ti-Zr System (Nickel-Titanium-Zirconium). *Journal of Phase Equilibria* [online]. 1999, (20), 8 [cit. 2017-10-01].
- [12] HSIEH, S.F., WU, S.K. Room-temperature phases observed in $Ti_{53-x}Ni_{47}Zr_x$ high-temperature shape memory alloys. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 1998, 29.06.1997, (266), 7 [cit. 2017-10-01].
- [13] KONIG, D., ZARNETTA, R., SAVAN, A., BRUNKEN, H., LUDWIG, A. Phase transformation, structural and functional fatigue properties of Ti-Ni-Hf shape memory alloys. *Acta Materialia* [online]. 2011, 04.03.2011, 9 [cit. 2017-10-01].
- [14] MORGAN, WICK, DICELLO, GRAHAM. Carbon and Oxygen Levels in Nitinol Alloys and the Implications for Medical Device Manufacture and Durability. *Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*. 2006. 9 [cit. 2018-05-01].

Vliv chemického složení na strukturu a vlastnosti martenzitické oceli pro aplikaci v primárním okruhu jaderné elektrárny

Effect of Chemical Composition on the Structure and Properties of Martensitic Steel for Application in the Primary Circuit of a Nuclear Power Plant

Ing. Martin Balcar, Ph.D.¹; Bc. Pavel Růžička¹; Ing. Martin Gregor¹; Ing. Daniela Nacházelová, Ph.D.²; Ing. Petr Martínek²; Ing. David Hradil²; Ing. Jiří Malina, Ph.D.³; Ing. Jan Říha, Ph.D.³; Ing. Radovan Válek⁴; prof. Ing. Jiří Bažan, CSc.⁵

¹ ŽDAS, a.s., Strojírenská 675/6, 591 01 Žďár nad Sázavou, Česká republika

² COMTES FHT a.s., Průmyslová 995, 334 41 Dobřany, Česká republika

³ ŠKODA JS a.s., Orlická 266/15, Bolevec, 316 00 Plzeň, Česká republika

⁴ KOVÁRNA a.s., Za Škodovkou 893, 500 04 Hradec Králové, Česká republika

⁵ VŠB – Technická univerzita Ostrava, FMMI, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

Výroba martenzitické oceli typu 14Ch17N2 dle GOST 5632 (platnost od r. 1972) s ohledem na požadavky konstruktérů zařízení a komponent pro použití v primárním okruhu jaderných elektráren vyžaduje účelné řízení chemického složení materiálu. V rámci povoleného rozpětí koncentrace legujících prvků dané jakosti oceli lze získat vysokou variabilitu struktury, mechanických a technologických vlastností polotovarů a finálních výrobků. Současně nelze zanedbávat vliv struktury oceli na hodnoty deformačního odporu v rozsahu tvářecích teplot. Znalost deformačního odporu v rozsahu teplot tváření je efektivní nástroj pro optimalizaci technologie volného i zápusťkového kování, válcování a případně dalších postupů využívaných pro dosažení požadovaných rozměrů finálních výrobků. Výsledná struktura martenzitické oceli, definovaná zejména přítomností a poměrem jednotlivých legujících prvků stabilizujících austenit nebo ferit v přímé souvislosti s aplikovaným procesem tváření a tepelného zpracování, se zásadně podílí na úrovni dosažených parametrů užitečných vlastností.

Klíčová slova: martenzitická ocel; Schneiderův diagram; deformační odpor

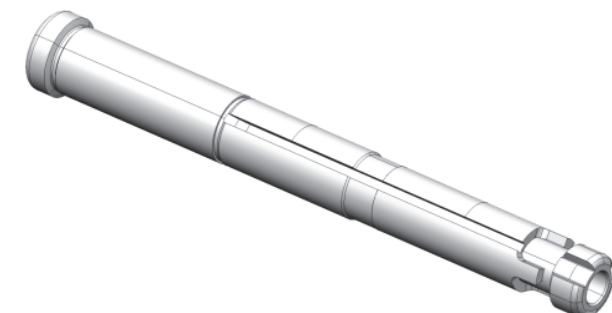
The production of martensitic stainless steel grade 14Ch17N2 according to GOST 5632 (valid since 1972) with regard to the requirements of designers of equipment and components for use in the primary circuit of nuclear power plants requires an effective targeting of the chemical composition of the material. Within the allowed range of concentration of alloying elements for investigated steel grade, it is possible to obtain high variability of structure, mechanical and technological properties of semi-finished and final products. At the same time, the influence of the steel structure on the deformation resistance values within the forming temperature range cannot be neglected. The knowledge of the deformation resistance within the forming temperature range is an effective tool for optimizing the technology of open die- and die-forging, rolling and possibly also of other techniques used to achieve the required dimensions of the final products. The resulting martensitic steel structure, defined in particular by the presence and the ratio of the individual alloying elements, which stabilize austenite or ferrite, in direct connection with the applied forming and heat treatment processes, contributes substantially to the level of the achieved performance parameters

Key words: martensitic stainless steel; Schneider diagram; deformation resistance

Komponenty strojních součástí instalovaných v primárním okruhu jaderných elektráren musí kromě požadavků na mechanické vlastnosti zohledňovat také některé speciální požadavky zajišťující bezpečný provoz zařízení. Výzkum vlastností oceli 14Ch17N2 a vývoj technologie výroby výkovků byl iniciován požadavkem na dosažení specifických mechanických parametrů. Komponenty vyrobené z této oceli se využívají v konstrukci pohonu modernizovaného regulačního orgánu PRO-M reaktoru VVER 440/V-213 a lineárního krokového pohonu LKP-M pro reaktor VVER 1000. Na příkladu komponent „Záchytu“ pohonu a „Brzdové čelisti“ je možné ilustrovat

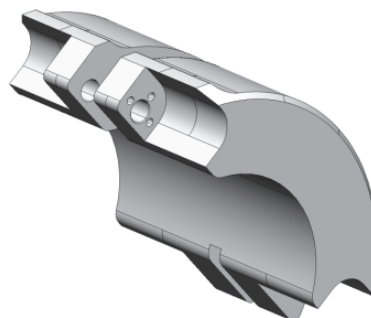
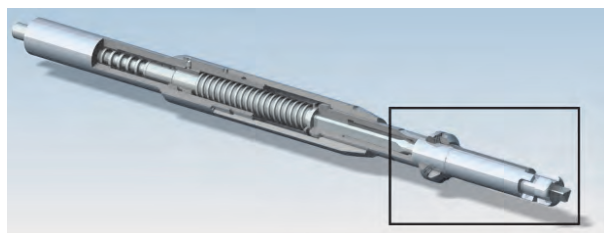
širší požadavků na mechanické vlastnosti, kterých je nutné dosáhnout kombinací vhodného chemického složení, technologie kování a tepelného zpracování polotovarů z oceli 14Ch17N2. „Záchyt“ pohonu se základní pevností (obr. 1) je součástí hřebenového uzlu a slouží ke spojení s vloženou tyčí pomocí bajonetového zámku. Proti tomu „Brzdová čelist“ (obr. 2), která je součástí odstředivého regulátoru pro usměrnění rychlosti posuvu regulační kazety v režimu havarijní ochrany reaktoru, vyžaduje výrazně vyšší tvrdost.

Obecně je pro ocel 14Ch17N2 dle normy GOST 5632 definováno chemické složení dle tab. 1.



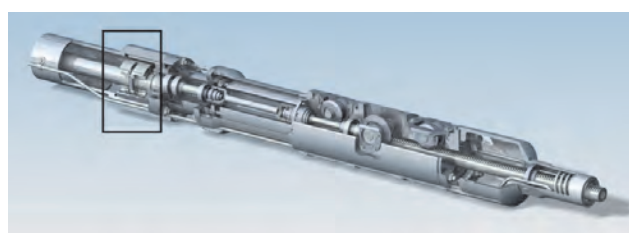
Obr. 1 Záchyt PRO-M (VVER 440/V)

Fig. 1 Component of Capture Part PRO-M (VVER 440/V)



Obr. 2 Brzdová čelist PRO-M (VVER 440/V)

Fig. 2 Brake Jaw PRO-M (VVER 440/V)



Tab. 1 Chemické složení – ocel jakosti 14Ch17N2 dle GOST 5632 (hm. %)

Tab. 1 Chemical Composition – Steel Grade 14Ch17N2 (GOST 5632) (wt. %)

	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Mo	V	W	Ti
min.	0,11	max.	max.	max.	max.	16,00	1,50	max.	max.	max.	max.	max.
max.	0,17	0,80	0,80	0,030	0,025	18,00	2,50	0,30	0,30	0,20	0,20	0,05

Vlastnosti dané oceli, zejména pevnost, houževnatost a tvrdost, vycházejí z obsahu legujících a doprovodných prvků, tedy i výchozí struktury a vhodného režimu tváření a tepelného zpracování.

K posouzení vlivu chemického složení na strukturu oceli, podílu fází martenzitu, feritu nebo austenitu, je možné využít niklový ekvivalent podle rov. (1), chromový ekvivalent podle rov. (2) a Schneiderův diagram dle obr. 3, který je pro martenzitické oceli vhodnější než rozsáhlejší diagram dle Schaefflera [1 – 3].

$$Ni \text{ ekvivalent} = Ni + Co + 0.5Mn + 0.3Cu + 30C + 25N \quad (1)$$

$$Cr \text{ ekvivalent} = Cr + 2Si + 1.5Mo + 5V + 5.5Al + 1.75Nb + 1.5Ti + 0.75W \quad (2)$$

Z porovnání rovnic (1) a (2) s předpisem chemického složení oceli 14Ch17N2 uvedeném v tab. 1 je zřejmé, že hodnoty niklového a chromového ekvivalentu jsou závislé i na obsahu dalších prvků, které nejsou v materiálové normě zmíněny. Hodnoty niklového a chromového ekvivalentu přímo ovlivňují podíl martenzitické, austenitické nebo feritické fáze, a proto je nezbytné se zajímat o přítomnost ostatních prvků s vlivem na hodnoty počítaných ekvivalentů. V daném případě oceli 14Ch17N2 to platí zejména o dusíku, který patří k prvkům stabilizujícím austenit [4]. Dusík je navíc v ocelích legovaných chromem přítomen obvykle v koncentraci, která je z pohledu vlivu na strukturu materiálu velmi významná. V metalurgické praxi se vlivu dusíku na strukturu oceli záměrně využívá, ale legování dusíku pro zvýšení hodnoty Ni ekvivalentu je limitováno u svařovaných konstrukcí jeho negativním vlivem na kvalitu svarových spojů [5].

Při zahrnutí povolených rozpětí obsahů legujících prvků v oceli 14Ch17N2 dle tab. 1, včetně běžných doprovodných prvků, jak je uvedeno v tab. 2, je možné provést výpočet niklového a chromového ekvivalentu.

Tab. 2 Koncentrace doprovodných prvků – oceli jakosti 14Ch17N2 dle GOST 5632(hm. %)

Tab. 2 Concentration of tramp elements – Steel Grade 14Ch17N2 (GOST 5632) (wt. %)

	Co	N	Al	Nb
min.	0,01	0,01	0,003	0,010
max.	0,05	0,05	0,030	0,030

Zanesení vypočtených hodnot niklového a chromového ekvivalentu do Schneiderova diagramu umožňuje vymezení hranice poskytující představu o možné struktuře oceli, jak uvádí obr. 3.

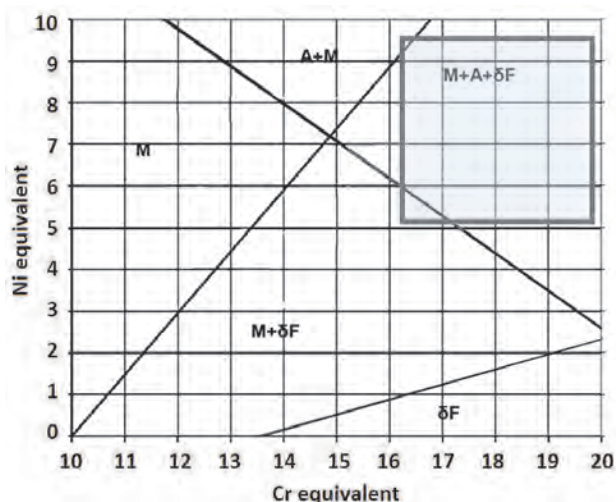


Fig. 3 Schneider Diagram – The Range of Chemical Composition of the Steel 14Ch17N2 (GOST 5632) is indicated

Obr. 3 dokládá, že variabilita z pohledu struktury oceli ve vazbě na chemické složení je značná, zahrnující okrajově oblasti M+ δ F, A+M a poměrně rozsáhlé oblast M+A+ δ F, kdy se podíl jednotlivých fází může poměrově měnit ve smyslu změny chemického složení, resp. niklového a chromového ekvivalentu [6]. Současně lze očekávat přítomnost karbidů a případně intermetalických fází [7, 8]. V souvislosti s přípustnou variabilitou chemického složení, a tedy i struktury oceli, lze pak předpokládat proměnlivé technologické a užitné vlastnosti ocelových polotovarů a výrobků [9, 10].

Experimentální práce

Na základě teoretických předpokladů, poskytujících prostor k řízení technologických a užitných vlastností oceli 14Ch17N2, byl navržen experiment pro stanovení trendů sledovaných parametrů oceli v závislosti na chemickém složení. Pro experimentální práce byly definovány 4 varianty chemického složení spadající do předpisu povolených rozpětí zkoumané oceli, jak uvádí tab. 3.

Tab. 3 Chemical Composition of Experimental Ingots of Steel Grade 14Ch17N2 (wt. %)

		C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	N
GOST 5632	min.	0,11	max.	max.	16,00	1,50	max.	-
	max.	0,17	0,80	0,80	18,00	2,50	0,30	
Tavba Heat No.		C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	N
1		0,17	0,75	0,15	16,00	2,50	0,05	0,060
2		0,11	0,20	0,75	18,00	1,50	0,15	0,020
3		0,11	0,20	0,10	16,00	1,50	0,10	0,020
4		0,17	0,75	0,75	18,00	2,50	0,10	0,060

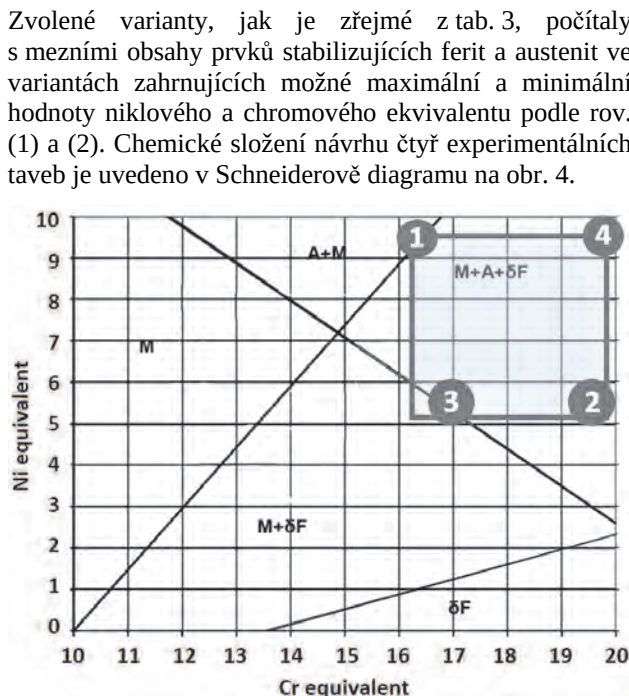


Fig. 4 Schneider Diagram – The Position of Four Experimental Heats in Range of Chemical Composition of the Steel 14Ch17N2

Z diagramu na obr. 4 je patrná snaha o zajištění čtyř variant experimentální oceli se základní strukturou martenzitu a přítomností odlišných obsahů feritu a austenitu.

Dle návrhu variant chemického složení uvedeného v tab. 3 byla realizována výroba experimentálních taveb v podmínkách společnosti COMTES FHT a.s. Vyrobená ocel byla odlita do kokil z šedé litiny dle obr. 5 s následným chlazením ingotů v kokile až do teploty pod 100 °C.

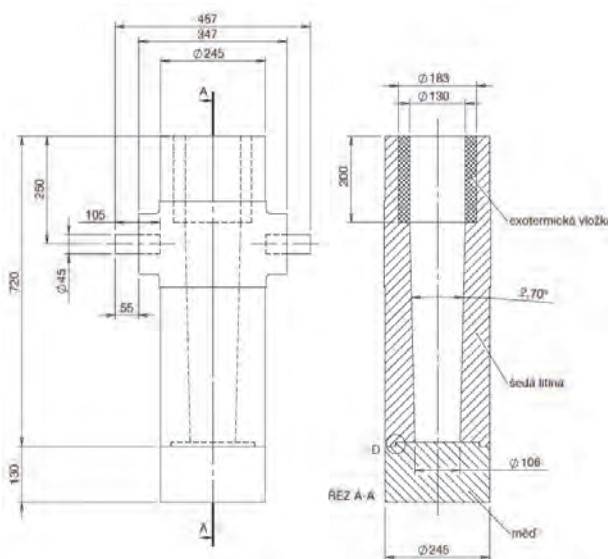


Fig. 5 The Mould for Casting of Experimental Ingots

Ingoty byly následně podrobeny analýzám chemického složení. Využity byly dále pro navazující experimentální práce s cílem stanovit vybrané technologické parametry materiálu, definovat strukturu oceli pomocí metalografických metod a potvrdit, na základě Schneiderova

diagramu, předpokládaný podíl strukturních fází. Současně byla provedena dokumentace struktury oceli v litém stavu a po zpracování ingotů volným kovááním.

V rámci laboratorních taveb byly vyrobeny experimentální ingoty s chemickým složením dle tab. 4.

Tab. 4 Dosažené chemické složení experimentálních ingotů oceli jakosti 14Ch17N2 (hm. %)

Tab. 4 Achieved Chemical Composition of Experimental Ingots, Steel Grade 14Ch17N2 (wt. %)

		C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	N
GOST 5632	min.	0,11	max.	max.	16,00	1,50	max.	-
	max.	0,17	0,80	0,80	18,00	2,50	0,30	
Tavba	Heat No.	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	N
1	Aim	0,17	0,75	0,15	16,00	2,50	0,05	0,060
	Result	0,17	0,73	0,16	16,48	2,55	0,08	0,084
2	Aim	0,11	0,20	0,75	18,00	1,50	0,15	0,020
	Result	0,10	0,28	0,76	18,00	1,61	0,19	0,042
3	Aim	0,11	0,20	0,10	16,00	1,50	0,10	0,020
	Result	0,11	0,19	0,09	15,82	1,51	0,13	0,029
4	Aim	0,17	0,75	0,75	18,00	2,50	0,10	0,060
	Result	0,17	0,74	0,73	17,58	2,46	0,13	0,071

Experimentální ingoty s chemickým složením dle tab. 4 byly dále zkoumány v litém stavu a po zpracování volným kovááním s následným vychlazováním výkovků na vzduchu.

Analýza v litém stavu

Z povrchové a osově oblasti ingotů byly odebrány vzorky vhodné pro provedení metalografické analýzy. Mikrostruktura vzorků byla vyvolána leptáním v činidle Vilella Bain a v činidle Beraha s přidáním $K_2S_2O_5$

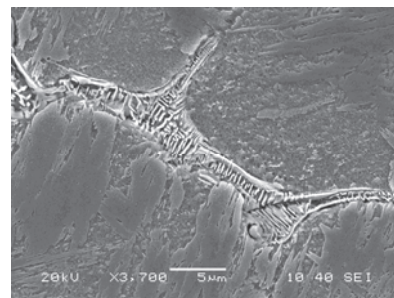
a dokumentována pomocí optického mikroskopu NIKON EPIPHOT 200. Mikroskop je vybaven softwarem pro digitální zpracování a analýzu obrazu NIS Elements 3.2. Detailní snímky vybraných vzorků byly pořízeny na řádkovacím elektronovém mikroskopu Jeol 6380. Lokální chemické složení bylo měřeno pomocí EDX analyzátoru INCAx-sight. Snímky byly pořízeny v režimu sekundárních elektronů (SEI) a zpětně odražených elektronů (BEC).

Příklady mikrostruktury ingotu tavby 1 uvádí obr. 6 a ingotu tavby 4 uvádí obr. 7.



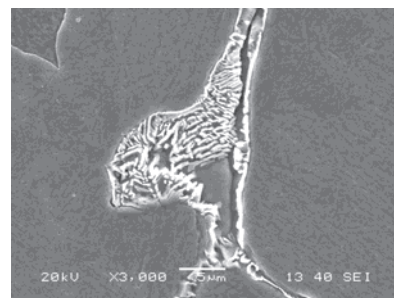
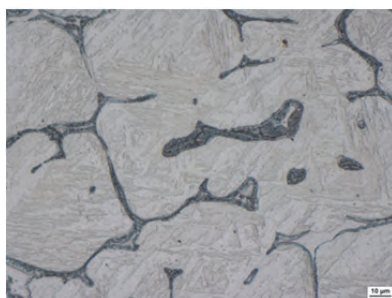
Obr. 6 Tavba 1 / Osa, Vilella Bain

Fig. 6 Heat No. 1 / Axis Part, Vilella Bain



Obr. 7 Tavba 4 / Osa, Vilella Bain

Fig. 7 Heat No. 4 / Axis Part, Vilella Bain



Jak je zřejmé z obr. 6 a obr. 7, mikrostruktura v osově části ingotů z taveb 1 a 4 je tvořena martenzitickou maticí s rozdílným zastoupením plošného podílu δ -feritu. Detailní snímky pořízené metodou SEM SEI dokládají přítomnost částic precipitujících přednostně ve feritu nebo na rozhraní mezi martenzitickou maticí a částicemi δ -feritu, kde tvoří souvislé síťoví. Byla provedena analýza částic metodou EBSD a bylo zjištěno, že se jedná o karbidy typu $M_{23}C_6$ s vysokým obsahem chromu.

Tváření experimentálních ingotů

Pro potřeby dalších analýz bylo provedeno tváření experimentálních ingotů, které odpovídalo běžným podmínkám volného kování, tedy deformaci materiálu v rozsahu teplot 1150 až 950 °C s postupnou změnou tvaru

prodlužováním ingotu až do okamžiku dosažení průměru tyče 70 mm. Tyče z experimentálních ingotů byly pomalu vychlazené na vzduchu částečně chráněné vláknitým tepelně izolačním materiálem. Na tvářených polotovarech byla následně provedena řada analýz a měření.

Hodnocení podílu fází po překování ingotů

Hodnocení podílu fází s cílem stanovit u jednotlivých variant chemického složení množství δ -feritu bylo provedeno v souladu s normou ASTM E 1245 mřížkovou metodou. Hodnocení v každé oblasti měření (povrch a osa výkovku) na vzorcích odebraných v podélném směru probíhalo z 20 polí. Výsledky měření množství δ -feritu ve struktuře martenzitu uvádí tab. 5.

Tab. 5 Podíl δ -feritu + karbidy, experimentální ingoty – po kování (14Ch17N2)

Tab. 5 Share of δ -ferrite + Carbides, Experimental Ingots – Forged (14Ch17N2)

Tavba Heat No.	Pozice Position	Podíl δ -feritu + karbidů Share of δ -ferrite + carbides (%) (base martenzite)
1	Povrch / Surface	0
	Osa / Axis part	0
2	Povrch / Surface	47,1 ± 1,9
	Osa / Axis part	45,4 ± 2,2
3	Povrch / Surface	20,3 ± 1,6
	Osa / Axis part	19,2 ± 1,0
4	Povrch / Surface	8,5 ± 0,7
	Osa / Axis part	8,9 ± 1,1

Z výsledků uvedených v tab. 5 je patrné, že podíl δ -feritu s karbidy je ve sledovaných oblastech povrchu a osy výkovků prakticky shodný. V množství δ -feritu nejsou pozorovány výrazné rozdíly nebo trendy. Současně je zřejmé, že zvolené varianty chemického složení umožňují

získat výrazně odlišné struktury oceli s podílem feritu od 0 až do 45 %. Příklady mikrostruktury výkovku z ingotu tavby 1 uvádí obr. 8 a výkovku z ingotu tavby 4 uvádí obr. 9.

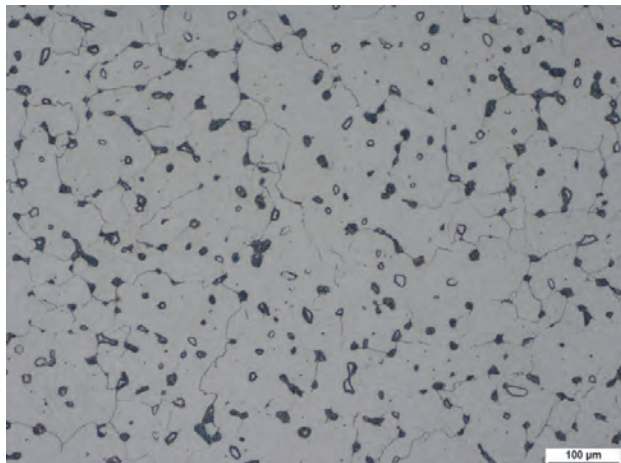


Obr. 8 Tavba 1 – výkovek / Příčný směr, Vilella Bain

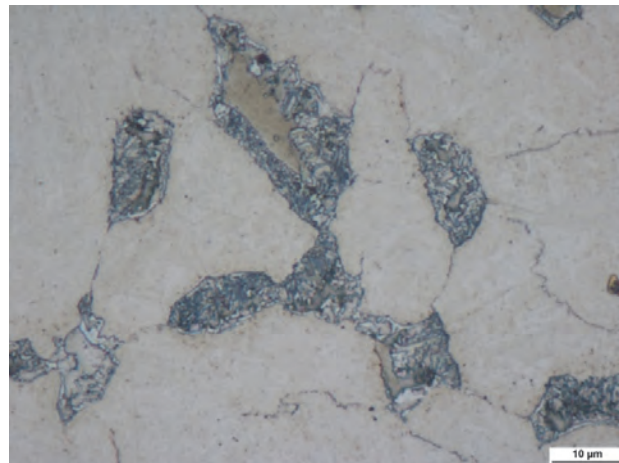
Fig. 8 Heat No. 1 – Forging / Transversal direction, Vilella Bain



Jak je zřejmé z obr. 8 výkovku z ingotu tavby 1, mikrostruktura v příčném směru je tvořena martenzitickou maticí bez přítomnosti δ -feritu. Na hranicích zrn jsou patné drobné karbidy.



Obr. 9 Tavba 4 – výkovek / Příčný směr – Vilella Bain
Fig. 9 Heat No. 4 – Forging / Transversal direction – Vilella Bain



Obr. 9 vztažený k tavbě 4 dokládá mikrostrukturu výkovku v příčném směru, která je v daném případě tvořena martenzitickou maticí a δ -feritem obsahujícím velké množství vyloučených karbidů chromu.

Z porovnání obr. 8 a 9 s obr. 6 a 7 je zřejmé, že tváření přispělo jednak ke zvýšení homogenity rozložení feritu ve struktuře martenzitu a jednak mělo patrně spolu s vyšší rychlostí ochlazování výkovků za následek potlačení výskytu δ -feritu.

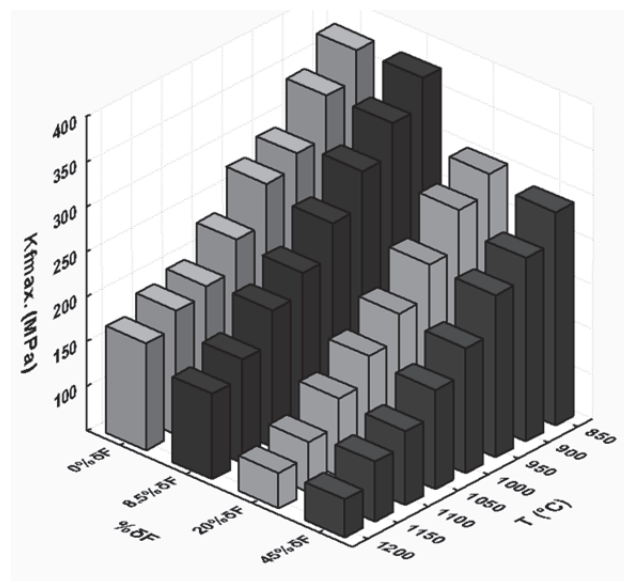
Lze předpokládat, že množství δ -feritu a jeho rozložení ve struktuře ovlivňuje nejen výsledné užité vlastnosti výkovků, ale má i významný vliv na některé technologické vlastnosti. Proto byly další výzkumné práce směřovány i do problematiky spojené s plasticitou materiálu v podmínkách využívaných pro volné kování.

Porovnání plastických vlastností experimentálních materiálů

Pro stanovení vlivu chemického složení, struktury oceli a podílu jednotlivých fází ve stavu při pokojové teplotě na chování materiálu v podmínkách výroby volně kovaných výkovků byla provedena řada zkoušek tlakem. Zkouška tlakem poskytuje informaci o maximální hodnotě tlakové síly nutné pro zajištění požadované deformace materiálu. Zjištěné hodnoty tlaku můžeme za určitých podmínek považovat za deformační odpor materiálu a na základě naměřených hodnot deformačních odporů tak lze posuzovat rozdíly v tvařitelnosti jednotlivých variant chemického složení oceli.

Vzorky o rozměrech $D = 8 \text{ mm}$ a $L = 12 \text{ mm}$ odebrané z materiálu experimentálních taveb martenzitické oceli jakosti 14Ch17N2 s obsahem 0; 8,5; 20 a 45 % δ -feritu (dle tab. 5) byly podrobeny zkoušce tlakem za teplot 850, 900, 950, 1000, 1050, 1100, 1150, 1200 °C při rychlosti pohybu tlakového nástroje $250 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$. Zkouška byla

provedena na zařízení MTS 810 v laboratořích společnosti COMTES FHT a.s. Výsledky zkoušky tlakem uvádí obr. 10.



Obr. 10 Zkouška tlakem – rychlost pohybu tlakového nástroje $250 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$

Fig. 10 Pressure Test – Speed of pressure tool $250 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$

Z výsledků zkoušky tlakem uvedených na obr. 10 vyplývá pro všechny zkoumané vzorky oceli výrazná závislost deformačního odporu (K_{fmax}) na teplotě. Je zřejmé, že s klesající teplotou zkoušené roste maximální síla v tlaku (deformační odpor). Současně však můžeme pozorovat závislost deformačního odporu na množství δ -feritu stanoveného ve vzorcích při pokojové teplotě, jak uvádí tab. 5. Je patrné, že deformační odpor materiálu jen zanedbatelně klesá s rostoucí hodnotou zjištěného podílu δ -feritu v rozmezí 0 – 8,5 nebo 20 – 45 % δ -feritu. Skokově se však deformační odpor materiálu mění při změně hodnoty z 8,5 na 20 % zjištěného podílu δ -feritu.

Závěr

Výzkumné práce, realizované při vývoji technologie komponent z oceli 14Ch17N2 dle normy GOST 5632 pro aplikaci v primárním okruhu jaderné elektrárny, umožňují komplexní přístup při návrhu jednotlivých technologických operací, počínaje návrhem vhodného chemického složení, postupu a podmínek tváření a navazujícího tepelného zpracování. Získané informace o struktuře oceli, podílu δ -feritu, jeho vlivu na technologické a následně i užité vlastnosti, lze využít při realizaci volně kovaných výkovků a je možné je dále přenášet i do dalších výrobních technologií využívajících postupů tváření oceli za tepla.

Další vývojové práce a analýzy budou realizovány s cílem ověření vlivu tepelného zpracování na hodnoty mechanických vlastností finálních výrobků, a to v přímé návaznosti na konkrétní požadavky předepsané pro komponenty konstrukce pohonu modernizovaného regulačního orgánu PRO-M reaktoru VVER 440/V-213 a lineárního krokového pohonu LKP-M pro reaktor VVER 1000.

Poděkování

Práce byla řešena v rámci programu Epsilon projektu TH01021066 „Progresivní technologie výroby polotovárů z korozivzdorných ocelí pro aplikace v primárním a sekun-

dárním okruhu jaderných elektráren“ za finanční podpory Technologické agentury České republiky.

Literatura

- [1] SCHAEFFLER, A. L. Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Metal. *Metal Progress*, 56 (1949) 11, 680–680B.
- [2] Application of the Schaeffler diagram. Dacapo Stainless [online]. Helmond: Dacapo, 2017 [cit. 2017-11-07]. Dostupné z: <http://dacapo.com/uploads/documents/40-document.pdf>
- [3] SCHNEIDER, H. *Foundry Trade Journal*, 108 (1960) 108, 563.
- [4] ČÍHAL, V. *Korozivzdorné oceli a slitiny*. Praha: Academia, Česká matice technická Academia, 1999. ISBN 80-200-0671-0, 437 s.
- [5] ESPY, R. H. Weldability of Nitrogen – Strengthened Stainless Steels. *Welding Journal*, 61 (1982) 5, 149–156.
- [6] ŽÍDEK, M. *Metalurgická tvárnost ocelí za tepla*. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, (učební texty) 1982, 167 s.
- [7] HETZNER, D. W., GEERTRUYDENB, V. W. *Crystallography and Metallography of Carbides in High Alloy Steels. Materials Characterization* [online]. 59 (2007) 7, 825–841 [cit. 2017-12-03].
- [8] VANDER VOORT, G. F., MANILOVA, E. P., MICHAEL, J. R., LUCAS, G. M. A Study of Selective Etching of Carbides in Steel. *Microscopy and Microanalysis* [online]. 10 (2004) 2, 1–6 [cit. 2017-12-03]. DOI:0.1017/S1431927604883375.
- [9] Koutský, J. *Slitinové oceli pro energetické strojírenství*. Praha: SNTL, 1981, 337 s.
- [10] FREMUNT, P., PODRÁBSKÝ, T. *Konstrukční oceli*. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 1996, 267 s., ISBN 80-858-6795-8.

Zvětšení tloušťky bramy povede k většímu výtěžku / Higher yield through increased slab thickness

SMS group newsletter, issue 01/2017 p.64

SMS group bude v ruském Magnitogorském Metalurgickém Kombinátu (MMK) modernizovat bramové kontilít č. 6 a válcovnu tlustých plechů a provede jejich inovaci elektrickými a automatizačními systémy X-Pact. Kontilit, které v současné době vyrábí bramy v tloušťkách 190, 250 a 300 mm, bude v budoucnu vyrábět i bramy o tloušťce 350 mm. Maximální odlévaná šířka zůstává nezměněna – 2700 mm. Vyšší metrová hmotnost bramy umožní v budoucnu lépe optimalizovat sortiment plechů válcovaných z bram.

SMS group bude mj. dodávat zařízení pro optimální sekundární chlazení, inovovat modely řízení technologického procesu (level 2), provádět supervizi montáže a uvedení do provozu.

Aby bylo možné vypořádat se s brami větší tloušťky, zvýší se maximální zdvih válce horizontální stolice z 320 na 350 mm. Dosáhne se toho hlavně modifikací CVC systému pro ohyb a posun válců, instalací nových ložiskových těles horního pracovního válce a adaptací systému vyvážení opěrných válců. SMS group také dodá nový model pro řízení ohřívací pece (level 2) a inovované procesní modely válcovny.

Plánovaný termín ukončení projektu byl do konce roku 2017. Válcovací stolice dodaná SMS group do Ruska v roce 2009 byla jako první vybavena systémem CVCplus. S válcovací silou 120 MN je to jedna z nejmohutnějších válcovacích stolic na světě.

Zprávy z Ocelářské unie a.s.

Meziroční porovnání měsíčních a postupných hutních výrob roku 2017 a 2018

	Výroba *)			Výroba	Index	Výroba	Index	Výroba	Index
	červen	červenec	leden-červenec	červen		červenec		leden-červenec	
	2018	2018	2018	2017	2018/17	2017	2017/18	2017	2017/18
	(tis. t)			(tis. t)	(%)	(tis. t)	(%)	(tis. t)	(%)
KOKS									
CELKEM	284,12	159,04	1867,85	282,52	100,56	293,71	54,15	2019,56	92,49
z toho (HŽ) ČR	152,34	159,04	1070,40	151,40	100,62	160,05	99,37	1081,03	99,02
(HŽ) SR									
AGLOMERÁT									
CELKEM	745,38	473,15	5329,71	779,50	95,62	832,11	56,86	5497,18	96,95
z toho ČR	433,38	473,15	3465,41	472,20	91,78	504,81	93,73	3276,68	105,76
SR									
SUROVÉ ŽELEZO									
CELKEM	680,69	351,71	4513,22	651,11	104,54	696,70	50,48	4680,69	96,42
z toho ČR	337,84	351,71	2421,27	306,67	110,17	338,15	104,01	2257,62	107,25
SR									
SUROVÁ OCEL									
CELKEM	856,36	478,73	5550,95	805,34	106,33	839,40	57,03	5763,34	96,31
z toho ČR	432,72	443,50	2949,85	382,11	113,25	411,74	107,71	2849,83	103,51
SR									
KONTISLITKY									
CELKEM	827,06	447,64	5356,25	774,74	106,75	810,37	55,24	5538,61	96,71
z toho ČR	404,03	413,02	2759,36	352,11	114,74	383,32	107,75	2629,31	104,95
SR									
BLOKOVNY									
CELKEM	51,54	57,38	359,14	58,69	87,81	59,18	96,97	396,84	90,50
z toho ČR	51,54	57,38	359,14	58,69	87,81	59,18	96,97	396,84	90,50
SR									
VÁLCOVANÝ MATERIÁL									
CELKEM	803,82	429,45	5334,79	744,04	108,03	746,41	57,54	5455,56	97,79
z toho ČR	433,31	405,68	3051,67	375,94	115,26	410,95	98,72	2898,94	105,27
SR									
TRUBKY									
CELKEM	59,11	48,76	418,33	65,21	90,65	54,98	88,69	407,66	102,62
z toho ČR	37,88	32,79	272,36	44,01	86,07	33,58	97,64	261,20	104,27
SR									
TAŽENÁ, LOUPANÁ, BROUŠENÁ OCEL									
CELKEM = (HŽ) ČR	20,96	20,66	139,45	19,64	106,73	19,32	106,94	141,22	98,75
STUDENÁ PÁSKA KLASICKÁ									
CELKEM = (HŽ) ČR	1,43	0,91	8,59	1,40	102,22	1,02	89,16	9,41	91,26

POZNÁMKA: *) Za poslední měsíc jsou údaje předběžné.

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

Historie hutnictví

Epilog

k seriálu Historie výroby kovů a její obraz v Bibli
publikovaném v Hutnických listech, roč. 69 – 71 (2016 – 2018)

Ing. Jan Počta, CSc.

CCM Ostrava, Česká republika

Těžba a úprava kovonosných surovin a pořizování zařízení na jejich zpracování bylo vždy investičně náročné. Na těžbu a úpravu navazují zpracovatelské technologie, které vytvářejí kovový fond, tj. množství kovu, které je v dané zemi (společnosti) obsaženo v předmětech výrobní, společenské a individuální spotřeby.

Výše kovového fondu závisí na exploataci primárních surovinových zdrojů a na obrátce, čili na množství kovového šrotu, který se recykluje. Kovový fond tedy tvoří množství kovu vyrobeného z rud nebo získaného v nalezištích v metalické podobě a množství kovu spotřebovaného recyklací. Výše kovového fondu je snižována nevratnými ztrátami, jako je technologický propal, koroze, zasypání potrubí v zemi, zalití kovu v betonu, použití kovu na určitý typ stavebních konstrukcí a další ztráty. Poslední tři druhy vyjmenovaných ztrát pro posuzování kovového fondu starobylých civilizací pochopitelně neplatí. U nich však připadá v úvahu ztráta kovu v rámci pohřebních rituálů, bezpečnostní úschově bohatství nebo v bitevních polích, čemuž vděčí nynější archeologové a historici pro studium historie. Výše kovového fondu je ovlivněna směnou kovu, tj. dovozem a vývozem, což platí i pro civilizace z počátku doby kovové. Směna kovů je kritérium, které způsobuje nejistotu ve sledování kovového fondu. Proto se v některých úvahách rozlišuje výroba kovů a zjevná spotřeba kovů. V této práci se problematika zjednodušuje a nerozlišují se oba pojmy ve vztahu ke kovovému fondu. Dnes je kovový fond sofistikovaně popisován vč. jeho dynamiky [1]. V historických pracích se s touto kategorií nepracuje, ale je implicitně obsažena v posuzování celkové úrovně té či oné civilizace.

Vývoj výroby nových kovů z rud v dlouhodobém měřítku odpovídá křivce na obr. 1, která má svůj náběhový úsek začínající v počátku souřadného systému VK – t, kde VK je objem výroby nových kovů a t je čas.

Doba kovová tedy začíná v počátku souřadného systému. Inflexní bod ve stoupající části křivky, resp. bod rozdělovací stoupající část křivky na progresivní a regresivní úsek, svědčí o nerovnoměrnosti historického vývoje jakékoliv lidské činnosti, čili i výroby kovů. Další průběh

křivky VK podle úseku 1 je extenzivní a v jejím důsledku dochází k vyčerpání přírodních zdrojů. Posuzování exploatace přírodních zdrojů je pochopitelně vztaženo k těžitelným, příp. bilančním zásobám, nikoliv ke geologickým zásobám. Prakticky je tedy průběh úseku 1 směřující do ∞ nereálný. Úsek 2 a 3 na křivce VK představuje zdravý způsob v hospodaření s přírodními zdroji, kdy VK dosahuje maxima, a to jednak z důvodu vyčerpávání zdrojů a jednak z důvodu nástupu, resp. rozšíření recyklace. VK se dále snižuje a v maximální míře se využívá recyklace, která výpadek výroby kovu z přírodních zdrojů nahrazuje přepracováním a využíváním již vyrobených kovů. Přitom úsek 3 je jen teoretický. Znamená úplné zastavení výroby nových kovů. Ve skutečnosti by tento stav znamenal i pokles kovového fondu v důsledku přirozených ztrát vyjmenovaných výše. Reálný průběh má tedy v dlouhodobém měřítku křivka v úseku 2, která se asymptoticky blíží nulové hodnotě VN a znamená uspokojení přirozených potřeb lidstva při současném respektování šetření přírodních zdrojů. V některých zemích nebo u některých kovů nabývá trend křivky VN skutečně tvar podle úseku 2. Příkladem může být pokles výroby železných, neželezných i drahých kovů v ČR, byť se v celosvětovém měřítku výroba zvyšuje.

Výroba nových kovů VK je časovou funkcí $VK = f(t)$. Vztah mezi kovovým fondem KF a výrobou nových kovů z rud VK (při zanedbání ztrát kovu vyjmenovaných výše) se řídí rovnicí

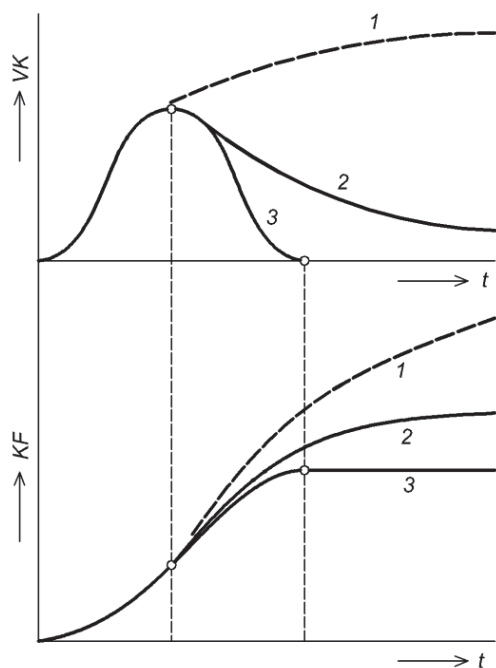
$$VN = \frac{dKF}{dt}, \quad (1)$$

z čehož se integrací dostává vztah pro kovový fond

$$KF = \int_0^t VK \cdot dt \quad (2)$$

Funkční závislost KF a t podle rov. (2) je nelineární. Obrazem vývoje kovového fondu KF v dlouhodobém měřítku je křivka nasycení s inflexním bodem v tom čase, kdy se lidstvo rozhodne opustit trend ve zvyšující se nebo konstantní těžbě kovových rud a přejde na intenzivní

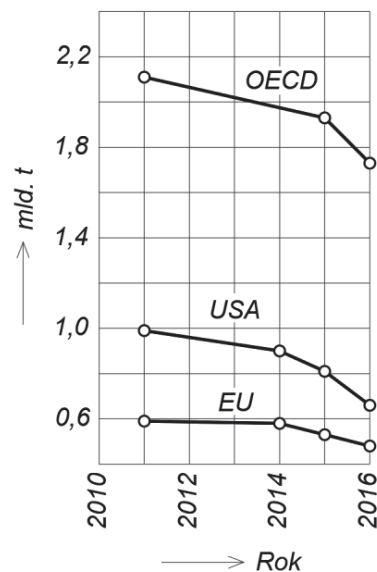
hospodaření s kovy. Tento okamžik odpovídá maximu VK a inflexnímu bodu na křivce KF. Přitom kovový fond KF stále stoupá, ale se snižující se intenzitou v čase. V případě dosažení nulové výroby nového kovu, dosáhne křivka KF stavu nasycenosti (úsek 3). Úsek 2 na křivce KF představuje reálný stav, kdy má KF parabolický průběh a asymptoticky se blíží k ose rovnoběžné s osou času t ve vzdálenosti ∞ od ní.



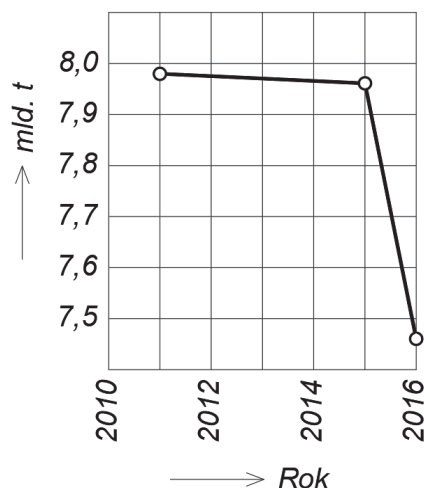
Obr. 1 Teoretický průběh výroby kovů a kovového fondu v čase

Taková je situace v oboru rud a jiných surovin pro výrobu kovů. Nahlédneme-li do příbuzné, primární části montanistiky, tj. do těžby přírodních surovin, jmenovitě do těžby uhlí, pak znaky zdravého vývoje podle obr. 1, křivka 2 jsou patrné již dnes. Na jedné straně se světové zásoby uhlí v r. 2016 oproti r. 2015 zvýšily o 28 %, což je dáno převodem mezi bilančními a využitelnými zásobami. (Geologické zásoby jsou pochopitelně konstantní.) Hodnota těchto realizovatelných zásob činí 1139 mld. t, přičemž na černé uhlí připadá 816 mld. t a podíl hnědého uhlí je 323 mld. t. Na druhé straně je v různých zemích světa patrný degresivní vývoj těžby uhlí nebo přímo její pokles [3, 4]. Změna trendu v průběhu těžby uhlí spadá do let 2014 – 2015. U Indie, Austrálie a Ruska lze pozorovat trvalý vzestup těžby, ale se snižující se intenzitou počínající v onom uvedeném přelomovém údobí. Jižní Afrika, Polsko a Kazachstán mají přibližně konstantní těžbu. V Číně, Indonézii a Německu se těžba zvyšovala až do přelomového údobí a od té doby se snižuje. Německo v letošním roce uzavře poslední dva hlubinné doly na černé uhlí, zatímco Velká Británie to učinila již přede dvěma lety. Obě země si tedy bilanci černého uhlí vyrovnávají dovozem. Další těžební destinace (USA, EU a OECD) mají již dlouhodobě klesající těžbu a v uvedených přelomových letech se tento trend ještě zvyrazňuje (obr. 2). Stejný charakter má časový průběh celosvětové

těžby uhlí, a to s tím, že ve stejném přelomovém období dochází k výrazně intenzivnímu poklesu (obr. 3).



Obr. 2 Těžba uhlí ve vybraných zemích [3, 4]



Obr. 3 Celosvětová těžba uhlí [4]

Čerpání ložisek železné rudy v čase také má svůj vývoj. Na jedné straně z historického hlediska (v měřících stáletí) dlouhodobě stoupá výroba surového železa a oceli, na druhé straně se zvyšuje efektivita technologií, a to jak co do využití materiálů, tak co do optimalizace energetické náročnosti. Výroba železa a oceli však silně podléhá situacím na mezinárodním poli a z toho pohledu lze železo a ocel stále považovat za strategický nástroj k mocenskému ovládnutí teritorií. Tlaky na ochranu životního prostředí a přírodu (stejně se projevující v minulosti jako v oboru výroby skla v důsledku odlesňování krajiny), chronický nedostatek zdrojů pro investice a modernizaci, optimalizace stávajících výrobních kapacit a snaha o snižování energetické náročnosti jsou často příčinou koncentrace výroby a přesunu hutnictví železa z tradičních výrobních oblastí do třetích zemí. Z globálního hlediska se tedy jedná spíše o přesuny, než

o redukci. Přesto však nelze pominout klíčovou úlohu nových, úspornějších technologií, majících vliv na snižování spotřeby železné rudy. Jen v měřících ČR lze připomenout v posledních 40 letech zrušení vysokopecní výroby v Kladně, Králově Dvoře a Vítkovicích, známou zamýšlenou koncepci distribuce výroby železa v závodech v Kunčicích do tří výrobních větví (v tamním závodě nazývaných minihutě), z nichž dvě měly být založeny na tavném procesu ve velkoobjemových elektrických obloukových pecích, nebo v Třinci, který uvažoval o částečné náhradě vysokých pecí horkovětrnou kuplovnou. Obě tyto koncepce sledovaly jeden cíl: využití pevné vsázky a redukce spotřeby železné rudy. Aplikací elektrických agregátů pro tavení je ve světě více. Např. flexibilní minihutě, založené na tavení šrotu v elektrické obloukové peci (pak plynulého odlévání sochorů a válcování jemných jednoduchých profilů nebo drátů, s kapacitou do 500 kt/r) se objevovaly již v 70. letech minulého století.

Posuzování kovového fondu dané civilizace je vždy obtížné, protože tato kategorie je ovlivňována také výší dovozu a vývozu. Historický seriál o výrobě kovů a jejím obrazu v Bibli, publikovaný postupně v Hutnických listech, 69 (2016) 5 až 71 (2018) 3, to dokladuje na příkladu obchodní výměny starověkých Sumerů nebo Babylonu s maloasijskými či kavkazskými zeměmi, Hebrejců s Pelištejci, národů v zemi Kanaán s Egyptem a Nubií, případně Řeků z helénského období s národy v severním Černomoří (kolonizace a obchodní expanze Řeků v helénském období byla zvláště rozsáhlá – dokonce až na severním Uralu byla nalezena antická amfora [2]). I kdyby byla výroba kovů nulová, platilo by $KF > 0$, protože do kovového fondu vstupuje recyklace a směna kovů, které obě mají nenulovou hodnotu. Snižování kovového fondu by mohlo nastat jen v teoretickém a katastrofickém scénáři, kdy by ztráty kovů převýšily jeho výrobu nebo množství v oběhu.

Zpočátku byly jednotlivé kultury geograficky izolované a navíc si své metalurgické technologie přísně střežily. Proto se dá jejich civilizační úroveň vzhledem k výše uvedenému zjednodušeně posuzovat podle prosté výroby kovů a jejich spotřeby v dané lokalitě. Tak, jak v průběhu času a v souvislosti s růstem a migrací populace docházelo ke stykům jednotlivých národů a vytváření celistvých osídlených oblastí (obchodní, kulturní, vojenské styky), docházelo k obohacování společností kovem z dovozu, čímž se zvyšovala hodnota kovového fondu těchto společností. V dnešní době se kovový fond posuzuje

výrobou, spotřebou a obchodní výměnou oceli a litiny. V časech počátků doby kovové je logicky kovový fond tvořen těmi kovy, které se tehdy vyráběly a užívaly, tj. především měď a bronz, příp. drahé kovy. Účast drahých kovů je však v kvantifikaci kovového fondu dosti diskutabilní, protože drahé kovy se v historii jen malou měrou dostávaly do výrobně-spotřebitelského cyklu a s postupem času se jejich podíl ve výrobně-spotřebitelském cyklu jen málo zvyšoval. Ve všech epochách sloužily pro reprezentační účely a jako symbol bohatství. Přesto měly drahé kovy v přeneseném smyslu často zásadní vliv na rozvoj techniky a technologií a v důsledku toho i na vývoj kovového fondu, jak je patrné z řady dobových (loupežných) tažení různých národů, na které se historický seriál odvolává. S nástupem doby železné lze i u starověkých civilizací započítat do kategorie kovového fondu železo a ocel. Na příkladu vojenského soupeření Hebrejců a Pelištejců, zmíněného v 9. části seriálu, nebo zničení amerických kultur Španěly, zmíněného v 11. části seriálu, lze dokladovat úspěšnost toho národa, který již používal železo.

Neznamená to však, že kovový fond je výlučné kritérium úspěšnosti národa nebo dané civilizace. Je to kritérium jen technické a technologické vyspělosti. Z archeologických nálezů a jiných historických bádání známe řadu příkladů, kdy národy, prožívající ještě svou dobu kamennou, mají vysoko převyšující kulturní úroveň nad nově nastupujícími, barskými národy. Dialektika historie a řada příkladů, kdy vítězní dobyvatelé splynuli s původním obyvatelstvem z obsazeného území, zcela se asimilovali v nových podmínkách, přejali původní kulturu, náboženství a někdy i jazyk, ukazují na pravdivost tohoto tvrzení. V konečném důsledku to tedy nejsou pouze kovy, co rozhoduje o životaschopnosti národů a civilizací, ale obecně kultura, podmíněná geografickými, přírodními, klimatickými a genetickými podmínkami.

Literatura

- [1] SUCHÝ, Z. Úvaha o vztahu výroby nového kovu z rud a kovového fondu. *Hutnické listy*, 49 (1994) 9, 40–42.
- [2] BOUZEK, J., HOŠEK, R. *Antické Černomoří*. Praha: Nakl. Svoboda, 1978, 350 s.
- [3] Ekonomický týdeník, 21.12.2015. www.kurzy.cz/zpravy/392236-soumrak-tezbyuhli [cit. 7.3.2018].
- [4] SLÍVA, K. Ze světa uhlí; der Neue Fischer Weltatlas. *Hornický zpravodaj*, 1/2018, Ostrava: Klub přátel Hornického muzea v Ostravě, z.s.

Historie a současnost Nové šamotky Velké Opatovice

Ing. Ladislav Kašpar

P-D Refractories, CZ a.s., Nádražní 218, 679 63 Velké Opatovice, Česká republika

Před 60 lety, 2.10.1958, předložilo vedení tehdejšího n. p. Moravské šamotové a lupkové závody (MŠLZ) Velké Opatovice svému nadřízenému orgánu – Oborovému svazu keramiky a surovin (OSKS), později přejmenovanému na Československé keramické závody, Praha ke schválení investiční úkol na výstavbu nového moderního závodu na výrobu šamotu. Tento akt byl výsledkem několikaletého obsáhlého hledání a posuzování různých návrhů na řešení zadání nejvyšších státních orgánů k pokrytí rostoucí potřeby šamotových tvarovek vyvolané extenzivním rozvojem těžkého průmyslu v tehdejší Československu. Roční kapacity na výrobu oceli měly být během 20 let navýšeny z 3 mil. t na počátku 50. let až na 9 mil. t. V souladu s tímto záměrem byla v r. 1951 zahájena výstavba Nové huti v Ostravě, posléze v roce 1959 i výstavba Východoslovenských železáren Košice. Rozvíjeny byly i stávající ocelárny ve Vítkovicích, Třinci, Kladně, Plzni, Hrádku u Rokycan, Podbrezové atd.

Obor výroby oceli byl a stále je největším spotřebitelem žárovzdorných materiálů. Měrná spotřeba žárovzdorných materiálů na výrobu 1 t oceli byla koncem 50. let cca 50 kg. Přesto bylo s podivem, že v analytické části přípravné dokumentace pro výstavbu nových kapacit pro výrobu šamotu zpracovávané hlavně na tehdejší Státním úřadu pro plánování, který byl předchůdcem Státní plánovací komise, se v roce 1958 objevil neuvěřitelně vysoký předpoklad spotřeby šamotu v roce 1965 v úrovni 690 kt. Zpětně je jasné, že tento odhad byl chybný, a to jednak z pohledu očekávatelného sestupného vývoje měrné spotřeby žárovzdorných materiálů při výrobě oceli a jednak (a to především) z hlediska nezvratného trendu postupného nahrazování tehdy dominantního šamotu bazickými a netvarovými žáromateriály. Plánovací orgány však byly úkolovány stranickými a vládními usneseními řešit očekávaný roční deficit cca 340 kt šamotu, neboť roční výroba šamotu byla koncem 50. let v Československu zhruba 350 tis. t. Státní plánovací úřad nejdříve prosazoval vybudování nových kapacit na Rakovnicku s využitím hořkoveckých lupků, nebo také na Mostecku, kde se nabízel využití doprovodných nadložních a podložních jílu. Svoje představy mělo i Ministerstvo hutnictví a rudných dolů, které připravilo projekty na výstavbu šamotek v rámci Nové huti Ostrava a Východoslovenských železáren Košice. Nakonec po zdoluhavém posuzování 8 studií byla schválena varianta předložená Ministerstvem stavebnictví, pod které byl OSKS Praha organizačně začleněn. Vybraná varianta vycházela ze záměru zpracovaného vedením MŠLZ Velké Opatovice na vybudování nové kapacity na roční výrobu 100 000 t šamotu a 80 000 t pálených lupků v rozšířeném areálu stávající, v roce 1892 založené Šamotky Velké Opatovice. V objemu šamotu

byla započítána výroba 25 000 t ručních tvarovek, což se záhy ukázalo technicky naprosto nereálné. Součástí záměru byla i výstavba 4 šachtových pecí na výpal lupků v Mladějově a otvírka nové lokality na těžbu jílu na Březince.

Príslušný investiční úkol byl schválen v r. 1959. Zadávací projekt a následné fáze projektové dokumentace již zpracovával ve funkci generálního projektanta Keramoprojekt Brno. Generálním dodavatelem stavební části byly určeny Průmyslové stavby Gottwaldov, generálním dodavatelem technologie pak Přerovské strojírny Přerov. Investiční náklady byly spočítány na 161,5 mil. Kč a zahájení stavby bylo určeno na září 1960. Kromě hlavních technologických jednotek zahrnoval projekt také centrální parní kotelnu, generátorovnu, strojní dílny se stolárnou a administrativní budovu. Počet pracovníků včetně pomocných činností stanovil projekt na 674.



Obr. 1 Perspektivní znázornění projektu výstavby Nové šamotky, 1960/1961



Obr. 2 Pohled do jedné z hal Nové šamotky v době výstavby, 1960/1961

Koncepce nového závodu byla pojata velmi progresivně. Technologie byla založena na použití drolenky, tj. suché pracovní hmoty s nebývale nízkou vlhkostí 5 – 7 %, a to kupodivu včetně ruční výroby. Poprvé v Československu byla navržena jednostupňová příprava pracovní hmoty,

jejíž přímé napojení na vlastní výrobu ostřiv, tj. pálené lupky vyrobené v rotační peci, bylo v té době rovněž unikátní. Surovinou vstupující do rotační pece byly jílovce z nově otevřené těžební lokality Březinka. Projekt obsahoval nečekaně vysoký počet nových, ale zároveň i provozně neodzkoušených řešení. Některá byla zřejmě objektivně vynucena tehdejšími úspornými pravidly pro projektové ukazatele, další všeobecnými nedostatky v dodavatelské sféře, jiné snad přehnanými ambicemi na straně investora nebo projektanta. Výsledkem byly mnohé problémy, které se začaly objevovat při postupném zahajování zkušebního provozu jednotlivých technologických souborů. V prvé řadě musely být přehodnoceny výstupní parametry pálených lupků. Z původně stanoveného výpalu na minimální nasákavost se muselo kvůli výskytu tzv. černých jader přejít na nasákavost 6 – 7 %. Neosvědčilo se primární drčení lupků na kladivových drtičích. Ty byly postupně nahrazeny kuželovými drtiči. Pak bylo pro nedostatečnou mlecí funkci kolomisičů z východoněmecké firmy WEB Kema Görlitz nutno na domílání jemnozrnných frakcí ostřiva osadit ještě válcové mlýny. Naopak se plně osvědčily vysokotlaké hydraulické lisы Laeis HVAKP 530 s lisovacím tlakem 7,85 MN, napojené na centrální tlakovou stanici. Nejvíce problémovým článkem se staly tunelové pece. Nejenže nenaplnily předpokládaný sušící efekt, což mělo dopady na zmetkovitost šamotových kamenů, ale přinesly i obrovské provozní problémy. Nedostatečné tahové poměry byly příčinou pronikání vysoké teploty do podpecních kanálů. To způsobovalo vysušování a smršťování jílového podloží, a tím pokles základů s následnými deformacemi těles pecí i jejich okolí. Výsledkem byly neustálé havarijní situace s nutností odstávek pecí a také extrémní počty pecních vozů vyřazovaných k opravám.

Řešení všech objevivších se problémů bylo velmi náročné, vyžadovalo obrovskou obětavost a trpělivost zúčastněných dělníků a techniků. Je téměř s podivem, že za těchto podmínek byla Nová šamotka schopna od samého počátku produkovat vysoké objemy šamotových tvarovek, často velmi komplikovaných tvarů, a to v kvalitě, která výrazně převyšovala obvyklou tuzemskou úroveň a splňovala tehdejší normové parametry i požadavky odběratelské sféry. Navíc již na počátku 70. let byl rozšířen sortiment o kaolinové a vysocehlinité šamoty. Hlavními odběrateli byly československé ocelárny, zejména Nová huť Ostrava a SONP Kladno. Pověstným výrobkem se staly tvarovky mřížové pro Cowperovy ohříváče vzduchu vysokých pecí. Po šamotech z Nové šamotky však byla poptávka i v dalších oborech jako např. v energetice, sklářství, cementárenství a výrobě vápna, výrobě neželezných kovů, keramice atd. Požadavky odběratelů, tak jak tomu bylo v té době takřka všude, převyšovaly kapacitní možnosti výroby. Nová šamotka produkovala v podstatě projektované roční objemy pálených lupků a u šamotu byla při výrobě 75 až 83 kt také na projektovaných parametrech, odmyslíme-li si nerealizovaný podíl ruční výroby. To přinášelo i odpovídající ekonomické efekty ve vyšší tržeb a hlavně v zisku.

Pozitivní hospodářské výsledky se však zásadně změnilly po roce 1989. Politické změny se promítly i do oblasti průmyslu, včetně hutnictví, kde došlo v rámci restrukturalizace k omezování výroby. Byly rušeny projekty modernizací a výstavby nových pecí a jiných tepelných agregátů prakticky ve všech oborech. Vývoj technologie výroby oceli si navíc vyžádal použití nových vyzdívkových materiálů na úkor tradičního šamotu. A tak Novou šamotku, podobně jako ostatní výrobce šamotu, čekal drastický pokles poptávky po šamotu. To si vyžádalo v rámci již zprivatizované akciové společnosti MŠLZ Velké Opatovice celou řadu opatření pasivního i aktivního charakteru. Součástí aktivních opatření bylo rozšíření akviziční činnosti v různých spotřebitelských oborech nejen v tuzemsku, ale hlavně v zahraničí. Díky přístupu k novým kvalitním surovinám, jako byly andalusity, bauxity, mulity, lupky Mulcoa atd., mohlo být rozšířeno spektrum šamotových a vysocehlinitých výrobků. Jejich parametry musely být stabilizovány na úrovni předních světových výrobců a současně stále častěji specificky modifikovány pro konkrétní provozní použití. K tomu přispěla četná spolupráce s mnohými zahraničními výrobci. Velmi podnětná byla v tomto směru spolupráce s německou firmou Didier. Důležité byly i kontakty na přední inženýrské firmy z různých oborů, jako např. Thyssen Krupp EnCoke pro koksárenství nebo TRE Services pro výrobu oceli. To vše přispělo k průniku na nové exportní trhy a také ke zlepšování zakázkové zaplněnosti. Ale přesto naplnění kapacity Nové šamotky bylo stále problematické. Hlavně chyběl výrobek s určitou stabilizovanou potřebou. Většina zakázek požadovala dodávky pro jednorázové projekty nových agregátů, jejich modernizaci nebo opravy. Hledaly se proto možnosti k rozšíření výrobního portfolia o výrobek spotřebního charakteru, který by vyrovnával nepříjemné výkyvy v zakázkové zaplněnosti. Ten byl nalezen v podobě magnetitových tvarovek pro teplojemné výplně akumulčních kamen pro domácnosti. Základní surovinou pro tento výrobek se stala magnetitová ruda ze švédské Kiruny. V zájmu eliminace nebezpečí kontaminace muselo být technologické zařízení rozšířeno o novou přípravnu. Vyráběné objemy záhy překračovaly 10 000 t/r a v některých letech překročily dokonce i 20 000 t.

Zásadní změnou technologické povahy byl pro Novou šamotku přechod na šachtovkové lupky z Březin poté, co rotační pec byla kvůli vysoké energetické náročnosti odstavena z provozu. Významným příspěvkem pro rozšíření technologických možností byla výstavba linky na vibrolité výrobky na bázi ušlechtilých surovin, jako korundu, mulitu, andalusitu a zirkonu. Zmínit je třeba také alespoň některé další významnější akce investičního rozvoje. Jako částečné opatření k řešení havarijního stavu tunelových pecí byla již v 90. letech vybudována tunelová pec s pálicí teplotou 1600 °C. Dnes je tato pec modernizovaná, stejně jako další 2 původní pece. Počátkem 90. let byla také pořízena vozokomorová pec s možností výpalu až do teploty 1800 °C. Nová šamotka tak disponuje plně ovladatelnými a úspornými pálicími agregáty na vysoké technické úrovni. Úpravná část technologie byla

doplněna o kulové mlýny Zremb na základní mletí ostřiva. Jemné mletí obstarávají kolový a vibrační mlýn. Původní lisy Laeis byly kompletně nahrazeny moderními lisami Sacmi. Obnovou prošla i další technická zařízení: významně byly posíleny možnosti konečné úpravy výrobků řezáním a broušením, vystavěny byly nové skladovací prostory. To vše se realizovalo díky pochopení a podpoře nového vlastníka Jürgena Preiss-Daimlera, který podnik převzal v r. 2001 a jehož jméno je skryto i v nynějším názvu celé společnosti P-D Refractories CZ. Takový masivní investiční rozvoj byl vyvolán potřebou rozšiřování výrobků a jejich parametrů a umožnil další rozšiřování výrobní struktury. Pro dokreslení – jestliže Nová šamotka začínala s 3 druhy šamotu (ST, STV, S), což včetně jejich modifikací čítalo 7 jakostních druhů, tak dnes obsahuje výrobní program Nové šamotky 116 různých jakostních značek. Výjimečné přitom je, že pod jednou střechou jsou vyráběny zcela odlišné typy výrobků, tedy šamot se všemi svými modifikacemi, dále magnetit, ale nově i dinas včetně lehčeného dinasu. Nová šamotka zcela přesvědčivě prokázala, že za více než 50 let své existence absolvovala přechod z kvantity a jednoduchosti výroby do kvality a universálnosti výroby.



Obr. 3 Lisování tvarovek na lisu Sacmi, současný stav



Obr. 4 Tunelové vypalovací pece, současný stav

Významnou roli ve zvyšování konkurenceschopnosti sehrála i celá řada pasivních opatření dovnitř závodu. Jejich základem bylo zavedení systému zvyšování produktivity veškerých výrobních i pomocných činností. Po detailním zmapování časové náročnosti všech profesí na všech pracovních místech byly stanoveny postupné cíle ke snižování počtu hodin na 1 tzv. ekvivalentní tunu, čili

množstevní jednotku, která zahrnuje geometrickou a tvarovou komplikovanost jednotlivých výrobků. Všichni zaměstnanci byli cíleně nabádáni a školeni k iniciativnímu předkládání námětů ke zlepšování v oblasti technologie, k nacházení úspor veškerých vstupů i ke zlepšení organizace pracovních činností. Vše bylo podloženo atraktivními motivačními pravidly. Výsledkem bylo, že se produktivita práce postupně výrazně navyšovala; ke konci roku 2017 představovalo navýšení produktivity práce neuvěřitelných 70%. To pochopitelně vedlo k žádoucímu snížení nákladů a tím vytvoření předpokladu pro uplatňování velmi flexibilní cenové politiky.



Obr. 5 Šamotové tvarovky připravené na výpal v tunelové peci



Obr. 6 Vypálené šamotové a magnetitové tvarovky připravené k vykládce a třídění, současný stav

Původně pouze tuzemské odběratelské zázemí přerostlo prakticky do celého světa včetně zemí Severní a Jižní Ameriky, Asie a Austrálie. Co do spotřebitelských odvětví získává na významu obor primární výroby hliníku, kam jdou dodávky jak do anodových pecí, tak i pro elektrolyzéry. Stále významnou roli hrají zakázky na projekty obnovy a oprav koksárenských baterií. Nová šamotka se stala světovou jedničkou ve výrobě tvarově náročných tvarovek mřížových pro regenerátory koksárenských baterií, o čemž svědčí již realizované zakázky pro koksovny do Japonska, Německa a Polska. Opomíjena nejsou ani další spotřebitelská odvětví; nadále pokračují dodávky pro metalurgii, zejména vyzdívky pro ohřívače větru vč. mřížových, cementárenství, sklárství, energetiku –

hlavně výstavbu komínů, keramický průmysl, nově i pro chemický průmysl, petrochemii a spalovny odpadů.

Za celé období své existence bylo na Nové šamotce vyrobeno téměř 3 mil. t tvarových výrobků a dále 1 724 000 t pálených lupků. V současné době pracuje na Nové šamotce zhruba 220 pracovníků a roční výroba se pohybuje mezi 45 a 55 kt.

Stabilizovaný a zkušený pracovní kolektiv Nové šamotky je spolu s modernizovaným technologickým zázemím skvělým předpokladem pro pokračování v nastavených trendech i v budoucím období, včetně dalšího posilování konkurenceschopnosti v nelehkém prostředí hlavně asijských výrobců.

Kompletní nabídka nerezavějících betonářských ocelí pro trh v USA / Full stainless rebar offering for the USA.

Iron and Steel Today December 2016/January 2017, p.6

Po rozšíření svých kapacit na výrobu nerezavějících betonářských ocelí v Richburgu, Jižní Karolina, USA, je společnost Outokumpu schopná nabídnout kompletní sortiment betonářských výrobků, včetně betonářských ocelí ve svtcích, v tyčích nebo i ohýbaných tvarů.

Provoz v Richburgu nyní pokrývá kompletní rozsah rozměrů betonářských ocelí od 6 do 25,4 mm v délkách do 18,3 m.

V Severní Americe rychle roste používání nerezavějících betonářských ocelí, protože to majitelům infrastruktury přináší významné úspory na životnosti. Nerezavějící betonářské oceli se úspěšně používají v náročných konstrukcích včetně mostů a jiných silničních konstrukcí, které ani po desetiletích provozu nevykazují žádné známky poškození. Nerezavějící ocel nespolehá na beton jako protikorozi ochranu a je přímým řešením v případě, když do betonu prosakují chloridy buď z okolního moře, nebo z odledňovacích solí.

Milník ve výrobě oceli / A Milestone in Steel Production

SMS group newsletter, issue 01/2017 p.61

Jihokorejská firma TAEWOONG úspěšně odlila na zařízení plynulého odlévání firmy SMS Concast kruhový blok o průměru 1000 mm.

Nový 3proudý lící stroj je projektován na kapacitu 800 000 t ročně. Kontilití SMS Concast s lícím poloměrem 18 m může odlévat kruhové bloky s rozsahem průměrů od 310 do 1000 mm. V historii hutní výroby to znamená určitý milník, protože je to první kontilití na světě vyrábějící kruhové bloky o průměru 1000 mm procesem plynulého odlévání s ohybem proudy – největší kruhový blok na světě.

Firma TAEWOONG požadovala, aby bylo kontilití navrženo pro pružný provoz a firma tak mohla čelit stále se měnícím požadavkům trhu. Kontilití tak může současně odlévat různé velikosti profilů ze značek ocelí od uhlíkových přes nástrojové a nerezavějící i až po speciální slitinové oceli. Během října a listopadu 2016 byly úspěšně odlity kruhové kontislitky o průměru 410, 600 a 800 mm, následovány v lednu 2017 prvním odlitým kontislítkem o průměru 1000 mm.

Podle slov ředitele a zakladatele firmy TAEWOONG Co., Ltd. si firma tohoto světového prvenství v kontilití, které bylo její ambicí po 20 let, velmi váží.

Ochranné zdi v anglickém námořním přístavu zpevňují nerezavějící betonářské oceli / Stainless steel rebar reinforces UK sea defences

Iron and Steel Today December 2016/January 2017, p.26

Outokumpu dodala na pobřeží u města Cromer v Anglii betonářskou ocel z duplexní nerezavějící oceli Forta DX 2304. Anglické město Cromer se nachází na bouřlivém pobřeží Severního moře, kde potřebují obnovit ochranné zdi.

Projekt zahrnuje obnovu obložení betonových zdí, vylepšení parapetových zdí a opravu dřevěných vlnolamů.

Podle Outokumpu má nerezavějící betonářská ocel 10× vyšší kritický práh obsahu chloridů ve srovnání s uhlíkovou betonářskou ocelí. Nerezavějící ocel vyžaduje menší krycí vrstvu betonu pro zachování své celistvosti a pevnosti i přes průsak chloridů ze slané vody. Představuje bezúdržbové řešení s nízkonákladovým životním cyklem.

Společenská kronika

K nedožitým 90. narozeninám prof. Ing. Longina Tomise, CSc.

V srpnu letošního roku by oslavil 90. narozeniny prof. Ing. Longin Tomis, CSc., vysokoškolský pedagog, vědecký pracovník a odborník v oboru automatizované systémy řízení v hutnictví. Jeho celoživotní odborná činnost byla spjatá s Vysokou školou báňskou – Technickou univerzitou Ostrava a její Fakultou metalurgie a materiálového inženýrství, dříve Hutnickou fakultou.

Profesor Longin Tomis se narodil 21. srpna 1928 ve Slezské Ostravě. Po maturitě na reálném gymnáziu v Moravské Ostravě v roce 1947 začal studovat hutní odbor na VŠB v Ostravě, který úspěšně dokončil složením II. státní zkoušky v roce 1952. Vědecko-pedagogickou činnost zahájil už jako student na katedře fyziky u prof. PhDr. Václava Šebesty, kde zůstal zaměstnán i po absolutoriu školy. Během této doby získal cenné zkušenosti z oboru technické fyziky. Jako asistent vedl cvičení z problematiky elektrických měření neelektrických veličin a ve specializovaných kurzech přednášel aplikovanou fyziku.

V roce 1954 se stal odborným asistentem katedry tepelného hospodářství, pecí a koksárenství Hutnické fakulty VŠB. V tomto období se z podnětu vedoucího katedry začal zabývat měřicí a regulační technikou u hutnických pecí a byl pověřen organizací laboratorního cvičení s tepelně technickými měřicími přístroji. Přednášel předměty Tepelné hospodářství, Měření teplotních veličin a Měření spotřeb plynů a kapalných médií. V roce 1956 zahájil zpočátku nepovinné přednášky z automatizace tepelných režimů hutnických pecí. Později tuto problematiku přednášel v rámci předmětů zaměřených na pecní teplotní techniku. V letech 1958 – 1962 absolvoval na katedře tepelného hospodářství vědecké studium a po obhajobě kandidátské disertační práce na téma *Vývoj kalorimetru a jeho použití pro měření tepelných toků v hutnických pecích* mu byla roku 1963 udělena v oboru hutnictví, specializaci ocelářství, vědecká hodnost CSc.

V roce 1962 přešel jako odborný asistent na nově zřízenou katedru automatizace hutnictví. O tři roky později obhájil habilitační práci na téma *Měření sálavých tepelných toků v hlubinných pecích* a v roce 1967 byl jmenován docentem v oboru Technické měření v hutích. Svou vědeckou a pedagogickou činnost zaměřil na problematiku automatizovaných systémů řízení technologických procesů v hutnictví. V laboratořích katedry vybudoval speciální učebnu pro výuku automatizace. Vedl přednášky a cvičení z předmětů



regulace a Speciální metody získávání informací v hutních technologiích. Profesor Tomis se od roku 1965 podílel na budování výpočetního střediska, které bylo zpočátku součástí katedry automatizace. Kromě svého působení na této katedře zastával na VŠB v letech 1960 – 1973 také funkci vedoucího Edičního střediska.

Po organizačních změnách a ukončení činnosti samostatné katedry automatizace hutnictví vedl ústav měřicí a řídicí techniky (1970 – 1974) v rámci katedry tepelné techniky. Následně působil na katedře automatizovaných systémů řízení Fakulty

strojní VŠB (1974 – 1980), kde přednášel předměty zaměřené na automatizované systémy řízení a současně byl garantem studijního zaměření Automatizované systémy řízení v hutích. V roce 1980 se stal vedoucím nově založeného ústavu automatizace systémů řízení organizačně začleněného v rámci katedry ekonomiky a řízení v hutnictví Hutnické fakulty VŠB. Politické a celospolečenské změny po listopadu 1989 umožnily jeho jmenování profesorem v oboru Automatizované systémy řízení v hutnictví v roce 1990.

Po vytvoření samostatné katedry automatizace a počítačové techniky v metalurgii na FMMI VŠB se stal jejím vedoucím (1991 – 1992). Přestože roku 1993 odešel do důchodu, nadále se jako emeritní profesor aktivně podílel na výuce studentů a doktorandů, vedl diplomové, bakalářské i doktorské práce a působil v komisích státních závěrečných a doktorských zkoušek. Dlouhodobě byl členem oborové rady doktorandského studia oboru Automatizace technologických pochodů. Dále spolupracoval na vědecko-výzkumných aktivitách katedry jako člen týmů pro řešení grantů a projektů.

Profesor Tomis se stal v oboru automatizace metalurgických procesů uznávaným odborníkem. Specializoval se zejména na oblast snímáčů a využití netradičních zdrojů signálu pro řízení technologických procesů. Jeho odborná činnost byla zaměřena na spolupráci s průmyslovou praxí, zejména na dlouhodobá provozní měření v hutnických závodech, optimalizaci výroby a její řízení. Byl autorem řady odborných prací, publikací a skript z oboru automatizace a držitelem řady patentů a autorských osvědčení. Výsledky své práce zveřejňoval na domácích a zahraničních konferencích a publikoval je v odborných časopisech.

Mgr. Petr Kašing
Archiv VŠB-TU Ostrava

Hutnictví ve světě

CZECH TOP 100 výrobních společností 2017

Svět průmyslu 6/2018, s.18–19, s.70–73.

V tabulce TOP 100 nejúspěšnějších firem za rok 2017 (zveřejňuje se už od roku 1994) se vyskytují všechny 3 největší hutní firmy na Ostravsku – TRINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s. na 8.místě, ArcelorMittal Ostrava a.s. na 10.místě a VÍTKOVICE STEEL, a.s. na 42. místě.

V první desítku je 6 firem z automobilového průmyslu, přičemž ŠKODA AUTO a.s. na prvním místě s tržbami 407 mld. Kč více než třikrát překonává automobilku Hyundai na druhém místě. Dokládá to význam automobilového průmyslu v tuzemsku.

Co se týče zmíněných hutních firem, AMO neuvedl údaje za rok 2017. Tržby a zisky Třince byly 35,8/1,4 mld. Kč, Vítkovic pak 8,7/1,9 mld. Kč.

Za rok 2016 mají tržby i zisk uvedeny všechny 3 hutní firmy - Třinec 32,2/1,4 mld. Kč, AMO 28,8/1,3 mld. Kč, Vítkovice pak 6,4/-0,7 mld. Kč (ztráta).

K průběhu vyčlenění a prodeje společnosti ArcelorMittal Ostrava

Firemní měsíčník AMO – červen 2018, ODBOROVÝ INFORMÁTOR Sdružení ZO OS KOVO ArcelorMittal Ostrava číslo 6, 2018

Od oznámení prodeje největší české hutní společnosti ArcelorMittal Ostrava je k jeho průběhu vcelku velmi málo informací.

Ve firemním měsíčníku se k tomu v červnu vyjádřil předseda představenstva a GŘ AMO Ashok Patil slovy „Vím, že koluje řada dohadů o tom, kdo jsou potenciální kupci naší huti. Proces vyčlenění a prodeje byl již zahájen a bude probíhat během června a července. Jakmile obdržíme a zanalyzujeme závazné nabídky a budou vyjasněny následné kroky, poskytneme k tomu patřičné informace.“

Následně začátkem srpna v dopise zaměstnancům AMO podává Ashok Patil, tentokrát jako správce odděleného majetku, informace o současném stavu.

„...Skupina ArcelorMittal obdržela několik závazných nabídek od evropských firem. V této fázi ale nemůže poskytnout seznam zájemců. Proces prodeje je prodejem soukromé firmy soukromému subjektu, kde je běžné, že jsou tyto informace důvěrné.

Dalšími kroky nyní budou diskuse, vyjasňování detailů, analyzování a vyjednávání o nabídkách se všemi zájemci. Vítězný zájemce bude vybrán po podrobných jednáních a řádném schválení Evropskou komisí. Podle podmínek Evropské komise musí prodávaný podnik zůstat životaschopný a být v provozu bez snížení kapacity. V rámci jednání se zájemci skupina ArcelorMittal očekává, že zájemci předloží své plány týkající se pracovních sil a stavu zaměstnanců.

Součástí procesu prodeje a akvizice ze strany vítězného zájemce bude projednání s hlavními partnery. Skupina AMO přizve do procesu odborové organizace, a to před podpisem smlouvy o prodeji, jakmile bude vítězný zájemce vybrán.

... další aktuální informace k prodeji poskytne ArcelorMittal do konce srpna 2018.“

Jedinou konkrétnější informaci k prodeji AMO zveřejnily odbory AMO ve svém Odborovém informátoru, kde uvádějí, že se jim 20.6.2018 představil první zájemce o koupi AMO. Jednalo se o firmu British Steel z Velké Británie reprezentovanou výkonným ředitelem a akcionářem.

V prezentaci uvedli, že BS vznikla v roce 2016 převzetím výroby dlouhých výrobků ze společnosti Tata Steel. Vyrábějí 2,8 mil. t oceli/rok, s výrobky AMO si nekonkurují, hlavní výrobky jsou kolejnice, speciální profily a drát nejvyšší jakosti. Mají 5000 zaměstnanců a vlastní vývojové centrum.

Chtějí koupit AMO a dcery jako jeden balíček. Huť by měla být samostatnou konkurenceschopnou firmou s vysokou zaměstnaností, fungující na svých trzích se svým vedením, stejně jako BS. Nad nimi by měla být řídicí komise. Spolupráce by mohla být v nákupu, exportu do USA apod.

V posledním finančním roce měli EBITDA 47 mil. liber a investice 40 mil. Liber.

Obchodní plán a vizi, kterou připraví, předloží odborům a zaměstnancům.

Prodej GO Steel Frýdek Místek a.s.

Firemní měsíčník AMO – listopad 2017, leden 2018. ČTK 18.12.2017. www.stalprodukt.com.pl

Jeden z nejstarších hutních závodů ostravského regionu známý po mnoho desetiletí pod názvem Válcovny plechu Frýdek – Místek (založen 1833) byl k 1.3.2018 prodán pod názvem GO Steel Frýdek Místek a.s. mateřskou skupinou ArcelorMittal polské společnosti Stalprodukt S.A. se sídlem ve městě Bochnia. Hodnota transakce nebyla uvedena, podle agentury Reuters jde asi o 40 mil. EUR. Základní jmění společnosti GO Steel Frýdek Místek a.s. je 1 216 000 000,- Kč.

Závod ve Frýdku - Místku je dnes specializovaným výrobcem transformátorových plechů s orientovanou strukturou (GO = Grain Oriented) pro elektrotechnický průmysl, což je jeden z nejprogresivnějších hutních výrobků. Závod se do tohoto postavení propracovával od začátku 60. let minulého století intenzivní výzkumnou a investiční aktivitou. Kapacita výroby dosahuje asi 50 kt/r při celkové kapacitě 100 kt/r, počet zaměstnanců je 460.

Ještě v listopadu 2017 se zde zavedla nová technologie na laserovou úpravu orientovaných plechů (za více než 65 mil. Kč), která umožní výrobu nových výrobků s vyšší přidanou hodnotou. Konkurenceschopnost na trhu křemíkových ocelí pro elektrotechniku se tím zvýšila. Zákazníkům bude možné nabízet transformátorové plechy s nižšími výkonnými ztrátami, které sníží spotřebu transformátorů.

Trh elektrotechnických ocelí je velmi úzce zaměřený tržní segment, odhaduje se, že počet výrobců ve světě je asi 15. Závod ve Frýdku – Místku byl doposud jediným výrobcem orientované elektrotechnické oceli ve skupině ArcelorMittal. Skupina se proto rozhodla prodat závod společnosti, která se na výrobu tohoto sortimentu soustřeďuje. Smlouva o prodeji nabude platnosti, jakmile antimonopolní úřady v Německu, Rakousku a Turecku, kam oba závody dodávají, vydají s transakcí souhlas.

Polská společnost Stalprodukt S.A. je výrobcem ocelových výrobků s vysokou přidanou hodnotou. Plechy z orientovaných elektrotechnických ocelí vyrábí již více než 30 let. Kapacita výroby je asi 100 kt/r, nákupem závodu ve Frýdku – Místku tak Stalprodukt zvýší svou kapacitu asi o 50%.

Podle publikovaných údajů je ve struktuře akcionářů Stalproduktu také společnost ArcelorMittal disponující 8,98% podílem na hlasovacích právech a 19,1% podílem na kapitálu. Místopředsedou dozorčí rady Stalproduktu je Sanjay Samadar, který byl v letech 2008/2009 generálním ředitelem ArcelorMittal Ostrava a nyní působí v řídicích strukturách AM v Polsku.

Silniční svodidla se v Ostravě vyrábějí už 50 let!

Firemní měsíčník AMO – červen 2018. Právo 6.6.2018

Půlstoletí zahájení výroby silničních svodidel ve vlastním provozu Svodidla a důlní výztuže si v červnu připomněli pracovníci společnosti ArcelorMittal Ostrava. V tehdejší ostravské Nové huti byla 10.7.1968 zahájena výroba silničních svodidel vyvinutých Výzkumným ústavem dopravním v Praze. Od té doby jich bylo vyrobeno více než 45 000 km. Ročně to vychází asi na 10 000 tun. Na domácím trhu nachází uplatnění více než 50% výroby, vývoz směřuje hlavně na Slovensko a do Litvy. Vyrábí se 5 typů svodidel: jednostranná a oboustranná trasová, mostní a zábradelní svodidla a svodidla se zvýšenou ochranou pro motorkáře. A celkem 33 zachytných systémů. Nejvíce se vyrábí těch s nejnižší úrovní zadržení, které jsou určeny pro osobní automobily, dodávky nebo lehké nákladní automobily.

Před použitím na silnicích procházejí svodidla technickým testováním a bariérovou zkouškou (crash test). V ČR je jedinou zkušebnou pro testy bezpečnostních systémů na silnicích Technický a zkušební ústav stavební. Za posledních 10 let provedla AMO 38 crash testů svodidel. Cena jedné zkoušky je v rozmezí od 1,5 do 3,5 mil. Kč.

Svodidla jsou na silnicích základním bezpečnostním prvkem a pomáhají snižovat tragické následky dopravních nehod. Podle statistik Policie ČR se v Moravskoslezském kraji svodidla na rizikových úsecích silnic podílela na snížení počtu smrtelných nehod o 38% a nehod s vážnými následky o 49%.

Svodidla se stále inovují použitím nových značek ocelí, protikorozních ochranných (žárové pozinkování, Magnelis) aj. Nejnovějším trendem je vývoj tzv. chytrých svodidel. Vstupním polotovarem pro výrobu svodidel je zatepla válcovaný ocelový pás ve svitku.



METAL[®] 2019

28. ročník mezinárodní konference metalurgie a materiálů

1. OZNÁMENÍ

22. - 24. května 2019

Hotel Voroněž I, Brno Česká republika, EU



TANGER, spol. s r.o.
VŠB - Technická univerzita Ostrava
Inženýrská akademie České republiky
Česká hutnická společnost

Materials Research Society of Serbia
Sociedade Portuguesa de Materiais
Austrian Society for Metallurgy and Materials
Norsk Materialteknisk Selskap
Associazione Italiana di Metallurgia
Societe Francaise de Metallurgie et de Materiaux
The Federation of European Materials Societies

KVALITA PROVĚŘENÁ ČASEM QUALITY THROUGH THE AGES



KONTISLITKY	BLOKY	BRAMY	SOCHORY	KOLEJNICE	DROBNÉ KOLEJIVO
ÚHELNÍKY ROVNORAMENNÉ	KRUHOVÁ, ČTVERCOVÁ A ŠESTIHRANNÁ OCEL				
TYČE TAŽENÉ A LOUPANÉ	PLOCHÁ A ŠIROKÁ OCEL	VÁLCOVANÝ DRÁT			
TAŽENÝ DRÁT	OCELOVÉ BEZEŠVÉ TRUBKY				

CAST BLOOMS AND BILLETS	BLOOMS	SLABS	BILLETS	RAILS
RAILWAY ACCESSORIES	EQUAL ANGLES	ROUND, SQUARE, AND HEXAGONAL STEEL		
DRAWN AND PEELED BARS	FLAT BARS AND UNIVERSAL PLATES			
WIRE ROD	DRAWN WIRE	SEAMLESS STEEL TUBES		



TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY

TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a. s., Průmyslová 1000, Staré Město, 739 61 Třinec
tel.: +420-558-531 111, fax: +420-558-331 831

WWW.TRZ.CZ