



Hutnické listy

METALLURGICAL
JOURNAL

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

WWW.HUTNICKELISTY.CZ
ISSN 0018-8069





Polska Technika Górnicza S.A.

www.ptg.info.pl

THE INTERNATIONAL FAIR OF MINING, POWER INDUSTRY AND METALLURGY KATOWICE 2019

10 - 13 September 2019

International Conference Centre and square
in front of Spodek hall



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

Vydavatel / Publisher

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

Redakce / Editorial Office

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

Vedoucí redaktor / Chief Editor

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

Technický redaktor / Technical Editor

Ing. Jan 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.

Ing. Henryk Huczala
prof. Ing. Vojtěch Hrubý, CSc.
prof. Ing. František Kavička, CSc.
prof. Terry C. Lowe, Ph.D.
Ing. Ludvík Martínek, Ph.D.
prof. dr. hab. Maria Nowicka-Skowron
prof. Ing. Ludovít Parišák, CSc.
Ing. Vladimír Toman
Ing. Zdeněk Vašek, Ph.D.
prof. Wei SunPolitechnika Śląska, Katowice, Polsko
Politechnika Częstochowska, Częstochowa, Polsko
USA
School of Mechanical and Power Engineering, East China University of Science and Technology, Shanghai, China
TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s., Třinec, Česká republika
Univerzita obrany, Brno, Česká republika
Vysoké učení technické v Brně, Brno, Česká republika
USA
ŽďAS, a.s., Žďár nad Sázavou, 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, UK

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 Žlábku 1800/77, hala A3, 193 00 Praha 9-Horní Počernice, Česká republika (+420 225 985 225, send@send.cz). Informace o podmínkách publikace, inzerce a reklamy podává redakce. Za původnost příspěvků, jejich věcnou a jazykovou správnost odpovídají autoři. Podklady k tisku redakce přijímá v elektronické podobě. Recenzní posudky jsou uloženy v redakci. Žádná část publikovaného čísla nesmí být reprodukována, kopírována nebo elektronicky šířena bez písemného souhlasu vydavatele.

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 Žlábku 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. Ing. Zdeněk Klika, CSc.; Ing. Jana Serenčíšová* 5
Nová metoda pro predikci pevnosti koksu po reakci (CSR)
New Method for Prediction of Coke Strength after Reaction (CSR)
- doc. Ing. Markéta Tkadlečková, Ph.D.; prof. Ing. Karel Michalek, CSc.; Ing. Radim Míček* 10
Ing. Michaela Strouhalová; Ing. Jana Sviželová; Ing. Josef Walek
Stanovení regresní rovnice pro výpočet teplot fázových přeměn oceli
Determination of Regression Equation for Calculation of Phase Change Temperatures of Steel
- Ing. Petr Opěla, Ph.D.; prof. Ing. Ivo Schindler, CSc.; Ing. Petr Kawulok, Ph.D.* 15
Ing. Rostislav Kawulok, Ph.D.; Ing. Stanislav Rusz, Ph.D.; Ing. Vojtěch Ševčák
Hledání optimálních hodnot parametrů v modelech přirozeného deformačního odporu
prostřednictvím umělých neuronových sítí a genetických algoritmů
Searching for Optimal Values of Parameters in Natural Flow Stress Models Utilizing
Artificial Neural Networks and Genetic Algorithms
- Ing. Vojtěch Ševčák; Marek Benč; Ing. Rostislav Kawulok, Ph.D.; Ing. Petr Kawulok, Ph.D.* 23
prof. Ing. Ivo Schindler, CSc.; Ing. Petr Opěla, Ph.D.; Ing. Petra Turoňová, Ph.D.
Studium vlivu deformace a vysokoteplotní austenitizace na transformační kinetiku oceli P620Q
Study of Effect of Deformation and High-temperature Austenitization on the Transformation
Kinetics of P620Q steel
- prof. Ing. Ivo Schindler, CSc.; Ing. Petr Kawulok, Ph.D.; Ing. Stanislav Rusz, Ph.D.;* 29
Ing. Rostislav Kawulok, Ph.D.; Ing. Horymír Navrátil; Ing. Radek Jurča; Ing. Rostislav Turoň
Fyzikální simulace válcování a zušlechťování bezešvých trubek z nízkolegované Cr-Mo oceli AISI 4130
Physical Simulation of Rolling, Quenching and Tempering of Seamless Tubes Made from Low-Alloy
Cr-Mo Steel AISI 4130
- doc. Ing. Miroslav Greger, CSc.; prof. Ing. Vlastimil Vodárek, CSc.; prof. Ing. Miroslav Kursá, CSc.* 36
Fyzikální simulace válcování a zušlechťování bezešvých trubek z nízkolegované Cr-Mo oceli AISI 4130
Physical Simulation of Rolling, Quenching and Tempering of Seamless Tubes Made from Low-Alloy
Cr-Mo Steel AISI 4130
- Ing. Vratislav Mareš; prof. Ing. Bohumír Strnadel, DrSc.; Ing. Martin Kraus, Ph.D.; Ing. David Dvořák* 42
Effects of Statistical Distribution of Micro-Cracks on Scatter of Fracture Toughness of Steels under
Conditions of Brittle Failure
Vliv statistické distribuce mikrotrhlin na rozptyl lomové houževnatosti ocelí za podmínek křehkého porušení
- prof. Ing. Eva Mazancová, CSc.* 47
Vliv doby stárnutí na zpevnění tří typů vysokomanganových ocelí
Influence of Ageing Time on Strengthening of Three High Manganese Steel Types
- Dr. Ing. Zdeněk Kuboň; Ing. Jana Kosňovská* 51
Hodnocení zbytkové životnosti trubkové oceli 15 128 pomocí zkoušek malých vzorků
Evaluation of Residual Life of Pipe Steel 15 128 by using Small Punch Tests

<i>Ing. Martin Kraus, Ph.D.; Ing. Vratislav Mareš; Ing. Radek Tomášek; Ing. Mgr. Dědková Kateřina, Ph.D., Lukáš Horsák; Ing. David Dvořák</i>	58
Fracture Toughness of High Strength Steels for Parts Prepared by Metal Injection Molding Lomová houževnatost vysokopevnostních ocelí pro díly vyrobené injektováním do formy	
<i>Ing. Jakub Řehořek; prof. Ing. Vlastimil Vodárek, CSc.; Dr. Ing. Zdeněk Kuboň</i>	63
Lomové chování homogenních svarů z oceli HR3C během creepu při 650 a 700 °C Creep Rupture Behaviour of Homogeneous Welds Made of HR3C Steel at 650 and 700°C	
<i>Ing. Ladislav Kander; Ph.D., Ing. Petr Čížek, Ph.D.; Ing. Šárka Stejskalová</i>	68
Vliv lokality odběru na hodnocení lomového chování velkých výkovků používaných v energetickém strojírenství Influence of Place of Sampling on Evaluation of Fracture Behaviour of Large Forgings Used in Power Engineering	
<i>doc. Ing. Lasek Stanislav, Ph.D. Ing. Kateřina Konečná, Ph.D. Ing. Josef Hlinka, Ph.D.</i>	73
<i>doc. Ing. Kateřina Skotnicová, Ph.D.</i> Struktura a korozní vlastnosti vybraných magnetů typu NdRE-Fe-B s povlaky niklu a zinku Structure and Corrosion Properties of Selected NdRE-Fe-B Type with Ni and Zn Coatings	
<i>Ing. Josef Hlinka, Ph.D., Ing. Mgr. Kateřina Dědková, Ph.D.</i>	78
Hodnocení vlivu povlakování hydroxyapatitem na smáčivost a korozní vlastnosti oceli 1.4404 Evaluation of Influence of Hydroxyapatite Coating on Wettability and Corrosion Properties of 1.4404 steel	
<i>doc. Dr. Ing. Michal Lesňák; prof. Ing. Jaromír Pištora, CSc.; Ing. Vladimír Vrabko; Ing. Jan Kroupa</i>	84
Modulation of Magnetic Field by Steel Rope Defects Modulace magnetického pole vadami ocelových lan	
<i>doc. Ing. Silvie Brožová, Ph.D.; doc. Ing. Pavlína Pustějovská, Ph.D.; Ing. Monika Zbránková</i>	89
<i>Ing. Jaroslav Havránek</i> Procesy recyklace a využívání odpadů v šachtových pecích Processes of Waste Recycling and Utilization in the Shaft Furnaces	
Recenzované výzkumné články / Peer-reviewed Research Papers	
<i>Ing. Vladislav Kurka, Ph.D., doc. Ing. Petr Jonšta, Ph.D., Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D.</i>	94
Vliv výšky licího kůlu na porozitu a segregace odlitého ingotu The Effect of the Height of Casting Pole on Porosity and Segregations of the Cast Ingot	
<i>Ing. Vladislav Kurka, Ph.D., Mgr. Marek Vindyš, Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D.</i>	99
Vliv zvětšení teplosměnné plochy a jejího tvaru na průběh tuhnutí a tváření nového typu ingotu pomocí numerické simulace Influence of Enlargement of Heat Exchange Surface and its Shape on the Course of Solidification and Forming of the New Type of Ingot by Numerical Simulation	
<i>Ing. Jan Kuřa</i>	107
Využití softwaru pro hodnocení segregací u ocelových drátů v podmínkách TŽ, a.s. Use of software for evaluation of segregation in steel wires in TŽ, a.s.	
<i>Ing. Radek Tomášek; Ing. Adéla Podepřelová; Lukáš Horsák</i>	111
Investigation of Fretting Fatigue Failure of Stud Bolt Analýza porušení svorníku kontaktní únavou	

Ing. et Ing. Taťána Fenclová; prof. Ing. Zdeněk Jonšta, CSc. 115

Vliv složení a způsobu přípravy biokeramických mikrokuliček na jejich velikost a strukturu

Influence of the Composition and the Way of Preparation of Bioceramics Microspheres to their Size and Structure

Informační články / Informative Articles

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

Ondřej Štec 120

Meziroční porovnání měsíčních a postupných hutních výrob roku 2017 a 2018

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

RNDr. Pavel Sobíšek 123

Ekonomika pozdní fáze svého cyklu

Ing. Petr Petr Kotrbáček, Ph.D.; Ing. Tomáš Luks, Ph.D.; prof. Ing. Jaroslav Horský, CSc. 126

Měření chladicích účinků trysek sekundárního chlazení ZPO

Ze spolkového života a odborných akcí

doc. Ing. Václav Kafka, CSc. 131

Brno hostilo 55. slévárenské dny

Jaroslav Pindor 133

Česká hutnická společnost je členem elitního sdružení

Ze života škol / Information on Activities of Universities

Osobnosti na Fakultě materiálů, metalurgie a recyklácie Technickej univerzity v Košiciach 134

Šedesátiny prof. Ivo Schindlera. Dárek Dětskému domovu Úsměv ve Slezské Ostravě 135

Historie hutnictví / History of Metallurgy

Ing. Ladislav Jílek, CSc. 136

Rozvoj hutnictví v souvislosti s vývojem železnic. Část 2 – Složená kola

Společenská kronika / Social Chronicle

Odešel prof. Ing. Karel Matocha, CSc. 142

Dodavatelé příspěvků ve všeobecné části

• VŠB – Technická univerzita Ostrava, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum • VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická, • Ocelářská unie a.s. • UniCredit Bank Czech Republic and Slovakia, a.s. • Vysoké učení technické v Brně, • redakce

Inzerce

• VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická • Polska Technika Dórnica S.A.
• MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o.

Recenzované vědecké články

Nová metoda pro predikci pevnosti koksu po reakci (CSR)

New Method for Prediction of Coke Strength after Reaction (CSR)

prof. Ing. Zdeněk Klika, CSc.^{1, 2}; Ing. Jana Serenčíšová^{1, 2}

¹ VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická, Katedra chemie, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Česká republika

² VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Česká republika

Predikce pevnosti koksu po reakci s CO₂ (CSR) vyrobeného z uhelných směsí je poměrně velmi složitá a dosud se ji nepodařilo, pro různé typy koksovacích směsí s odlišnými vlastnostmi, zcela obecně vyřešit. Na rozdíl od častěji používaných modelů (přímé predikce CSR v závislosti na vlastnostech uhelných směsí) je v této práci pro predikci CSR navržen a otestován dosud nepoužitý dvojstupňový model, který koriguje vypočtené vážené průměry CSR korekčním koeficientem závislým na vlastnostech uhelných směsí vhodných pro koksování. Srovnání predikovaných a experimentálně stanovených CSR indexů, provedené na karbonizovaných koksech v poloprovozní koksovací peci, poskytlo velmi nadějně výsledky ($R = 0,847$).

Klíčová slova: koksy; predikční model; CSR

In this work, the new prediction of CSR indexes was studied using 17 cokes (type II) carbonized in a pilot coke oven. Cokes (type II) were prepared from 17 coal blends where each blend consisted of 5-7 coals selected from 61 coals in total used for coking. These coals were also carbonized, 61 cokes (type I) were obtained, and their CSR indexes determined. The experimentally determined CSR_{exp} indexes of 17 cokes (type II) have shown that they are not additive in nature, i.e. they have not correlated well ($R = 0.200$) with their relevant calculated weighted averages ($\overline{CSR}$). Therefore, for the CSR prediction of cokes (type II) carbonized from coal blends, the weighted averages of $\overline{CSR}$ cannot be reliably used. For this reason, instead of weighted averages of the $\overline{CSR}$, the different types of regression models based on the coal blend properties are usually used. These models, however, face a number of problems. The most important is that they are unable to predict adequately the coke quality from the global underlying coal blends.

In this study, the prediction of CSR by weighted averages ($\overline{CSR}$) is completed by correction using a correction coefficient $f(CSR)$ that makes it possible to refine the calculated $\overline{CSR}$ data. For the proposed correction coefficient $f(CSR)$ the regression equation based on the weighted averages of coal blend properties was suggested and tested. The data showed that the correction coefficients $f(CSR)$ provide the best results from regression equation for 14 coal blend properties. The prediction of CSR_{pred} indexes is finally realized by equation, which already has a very good correlation ($R = 0.847$) with the experimentally determined CSR_{exp} indexes.

Key words: cokes; prediction model; CSR

Kvalita vyrobených koksů závisí ve větší míře na vhodných chemických, fyzikálních a technologických vlastnostech uhelných směsí používaných k jejich výrobě než na podmínkách koksování [1 – 3]. Vyrobený kvalitní koks by měl mít zejména vysokou mechanickou pevnost, charakterizovanou CSR indexem, a nižší reaktivitu, charakterizovanou indexem CRI [4, 5]. Jak bylo mnohokrát ověřeno, mezi oběma těmito indexy existuje poměrně vysoká negativní korelace [5 – 7]. Z tohoto důvodu mnozí autoři pro predikci kvality vyrobeného koksu používají pouze jeden index, kterým je obvykle CSR [8 – 10]. Pro jeho predikci byly navrženy různé regresní rovnice, ve kterých je CSR uváděn do vztahu s vlastnostmi

uhelných směsí, z nichž je koks vyroben. Jeden z nejjednodušších modelů je založen na vyjádření kvality koksu v závislosti na reflektanci vitritu (R_r) a obsahu inertitu v relevantních uhlech [11]. Charakteristiky uhelných macerálů v relevantních uhelných směších jsou pro predikci CSR nebo CRI dosud používány v různých variantách [8, 12 – 16].

Pro predikci těchto indexů vykazují slibné výsledky rovněž modely založené na regresi s mnoha uhelnými parametry. Jedna z těchto metod byla založena na V^d , A^d , S_b , koksovacím indexu G , Gieselerově fluiditě lgF , minerálním katalytickým indexu MCI, stupni prouhelnění

a plastických vlastnostech uhlí [17]. Mezi tyto metody náleží také procedura využívající koeficient *Composite Coking Potential* (CCP) založený na 12 vlastnostech relevantních uhlí [10] a také *Adaptive Neurofuzzy Inference System* (ANFIS) [9]. Některé další modely pro predikci koksů jsou uvedeny v pracích North a kol. [7] a de Cordova a kol. [18].

Pro predikci CSR koksů vyrobených z koksovacích směsí, připravených nedávno z uhlí hornoslezské uhelné pánve, byly studovány různé typy regresních rovnic založených na vztahu mezi CSR a vlastnostmi těchto směsí. Korelace mezi těmito predikovanými a experimentálně stanovenými CSR indexy však ukázaly poměrně nízké korelační koeficienty ($R < 0,642$) [19]. Pro tuto predikci je ovšem možno použít i jiné metody založené na odlišných principech, ale jejich výsledky nemusí rovněž zcela dobře odpovídat experimentálně stanoveným hodnotám CSR.

Cílem tohoto článku je navrhnout a prověřit použití korekce pro vypočtené CSR indexy koksů (typu II) vyrobených z uhelných směsí, které neposkytují shodné výsledky s jejich experimentálně stanovenými hodnotami. Pro korekci těchto indexů budou použita $\overline{CSR_j}$ data vypočtená metodou vážených průměrů z koksů (typu I) vyrobených z relevantních uhlí.

1. Vzorky, použité metody, uhelné a koksovací vlastnosti

Pro tuto studii bylo použito 61 uhlí pocházejících zejména z hornoslezské uhelné pánve vhodných pro přípravu koksovacích směsí. Z těchto uhlí pak bylo připraveno 17 uhelných směsí s vhodnými vlastnostmi pro výrobu koksů. Každá z těchto uhelných směsí byla namíchána z 5 – 6 různých druhů uhlí. Následně, z těchto 17 vzorků uhelných směsí a z 61 uhlí bylo vyrobeno 17 koksů typu II a 61 koksů typu I. Vzorky ke koksování byly připraveny o hmotnosti 500 kg a vlastní koksování, včetně všech analýz vlastností uhlí a koksů, bylo realizováno v Korporačním koksárenském centru ArcelorMittal Ostrava. Koksování obou typů koksů (I a II) bylo provedeno v pýchovacím režimu poloproduktu koksovací pece. Analyzované vlastnosti uhlí, uhelných směsí, koksů typu I a koksů typu II jsou uvedeny v následujícím odstavci. Detailnější popis přípravy vzorků uhlí, uhelných směsí a jejich podmínky koksování (koksů typu I a II), včetně popisu koksovacího zařízení, byly již uvedeny v předchozí práci [19]. V této studii byla, kromě jiného, rovněž prezentována statistická data analyzovaných vlastností uhlí, uhelných směsí a koksů typů I a II.

2. Predikce CSR koksů s použitím vážených průměrů

Vážené průměry $\overline{CSR}$ koksů typu II, karbonizovaných z uhelných směsí, byly vypočteny z CSR indexů experimentálně stanovených pro koksů typu I a z procentuálních

podílů jednotlivých uhlí v daných uhelných směsích. Pro jejich výpočet byla použita následující rov. (1).

$$\overline{CSR_j} = \frac{\sum_{m=1}^M CSR_{j,m} \cdot w_m}{100}, \quad (1)$$

kde $\overline{CSR_j}$ je vážený průměr v j -tém koksu typu II, $CSR_{j,m}$ je m -tý index koksů typu I použitý pro výpočet $\overline{CSR_j}$, w_m je procentuální obsah m -tého uhlí použitého pro přípravu j -té uhelné směsi a M je počet uhlí použitých pro přípravu této uhelné směsi.

Analogicky byly vypočteny vážené průměrné hodnoty $\overline{P_{i,j}}$ charakteristik v uhelných směsích:

$$\overline{P_{i,j}} = \frac{\sum_{m=1}^M P_{i,j,m} \cdot w_m}{100}, \quad (2)$$

kde $\overline{P_{i,j}}$ je vážený průměr i -té charakteristiky v j -té uhelné směsi, $P_{i,j,m}$ je i -tá charakteristika v m -tém uhlí použitém pro j -tou uhelnou směs, w_m – procentuální obsah m -tého uhlí v j -té uhelné směsi a M je počet uhlí použitých pro přípravu této uhelné směsi.

Podle příslušných ASTM/ISO norem byly pro vzorky uhlí a uhelných směsí stanoveny tyto základní charakteristiky: obsah popela A^d , obsah prchavé hořlaviny V^d , kontrakce a a dilatace b , index puchnutí SI , plasticita F_{max} , alkalický index $Alk. I.$ dle rov. (3), alkálie v uhlí dle rov. (4) a katalytický index $Kat. I.$ dle rov. (5).

$$Alk. I. = 10^{-2} \cdot A^d \cdot Kat. I. \quad (3)$$

$$Alk. I. = Na_2O + K_2O \quad (4)$$

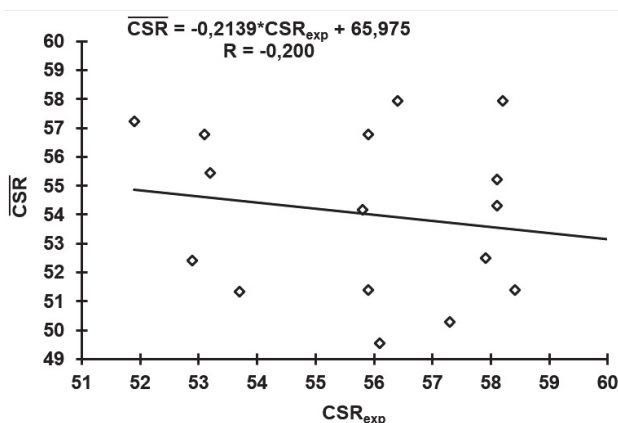
$$Kat. I. = \frac{(Fe_2O_3 + CaO + MgO + Na_2O + K_2O)}{(SiO_2 + Al_2O_3)} \quad (5)$$

V souladu s normou ISO 7404 byla provedena petrografická analýza uhlí (odraznost vitrinitu R_v , obsah vitrinitu $Vitr$, inertinitu $Inert$, liptinitu $Lipt$) za použití mikroskopické sestavy Nikon Labophot 2 s DS-CCD kamerou Nikon DS-5M DS-CCD vybavenou ponorným objektivem se zvětšením 40× a motorizovanou skenovací fází Märzhäuser. Koksů byly charakterizovány indexem reaktivity CRI a pevností koksů CSR po reakci s CO_2 . Laboratorní analýzy uhlí, uhelných směsí a koksů typu I a II byly provedeny po jejich přípravě k analýze, bez většího prodloužení.

Vypočtené vážené průměry $\overline{CSR}$ podle rov. (1) u koksů typu II, vyrobených z uhelných směsí, byly porovnány s jejich relevantními, experimentálně stanovenými hodnotami CSR_{exp} (obr. 1). Výsledky ukazují, že mezi nimi v podstatě neexistuje žádná korelace ($R = -0,200$).

Podobně nízký korelační koeficient ($R = 0,294$) byl také nedávno zjištěn i pro odlišný soubor 36 koksů,

karbonizovaných rovněž z uhelných směsí hornoslezské uhelné pánve [19]. Tyto nízké korelační koeficienty R nasvědčují tomu, že při koksování uhelných směsí dochází k neaditivním změnám CSR indexů. Tyto neaditivní změny jsou všeobecně známy a byly také diskutovány v naší dřívější práci [19], která ukázala, že CSR indexy koksů (typ I) lze velmi dobře predikovat z vlastností uhlí ($R = 0,947$), zatímco CSR indexy koksů typu II, predikované z vlastností uhelných směsí, jsou již zatíženy většími chybami.



Obr. 1 Závislost mezi váženými průměry $\overline{CSR}$ a experimentálně stanovenými CSR_{exp} indexy koksů typu II

Fig. 1 Plot between weighted averages of $\overline{CSR}$ and experimentally determined CSR_{exp} indexes of cokes type II

3. Korekční koeficienty k predikci CSR koksů vyrobených z uhelných směsí

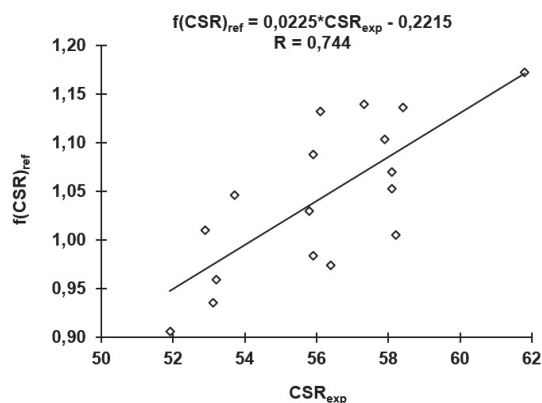
V této práci byla odzkoušena možnost použít referenční (ref) korekční koeficient $f(CSR)_{ref,j}$, definovaný podle rov. (6), pro korekci odchýlených hodnot $\overline{CSR}$ indexů:

$$f(CSR)_{ref,j} = \frac{CSR_{exp,j}}{\overline{CSR}_j}, \quad (6)$$

kde $CSR_{exp,j}$ je experimentálně stanovená hodnota pro j -tý vzorek koksů typu II a $\overline{CSR}_j$ je vypočtená hodnota váženého průměru tohoto indexu.

Hodnota referenčního korekčního koeficientu $f(CSR)_{ref}$ se pohybuje v rozmezí od 0,907 do 1,172. Závislost mezi referenčním korekčním koeficientem $f(CSR)_{ref}$ a CSR_{exp} (obr. 2) ukazuje nárůst tohoto koeficientu se zvyšujícími

se hodnotami CSR_{exp} . Pozitivní ale i negativní odchylky tohoto koeficientu od 1,00 jsou způsobeny neaditivním chováním některých charakteristik, ke kterým došlo během karbonizace uhelných směsí při produkci koksů typu II. Tyto odchylky mohou být v menší míře způsobeny rovněž i dalšími faktory, jakými jsou například ne zcela shodné technologické parametry v přípravě koksů z uhelných směsí, chyby při stanovení koksovacích indexů atd.



Obr. 2 Závislost mezi referenčními korekčními koeficienty $f(CSR)_{ref}$ a experimentálně stanovenými CSR_{exp} indexy koksů karbonizovaných z uhelných směsí

Fig. 2 Plot between the reference correction coefficients $f(CSR)_{ref}$ and experimentally determined CSR_{exp} indexes of cokes carbonized from coal blends

Pro výpočet referenčního korekčního koeficientu se předpokládalo, že tento koeficient je závislý zejména na vlastnostech karbonizovaných uhelných směsí, jak to vyjadřuje rov. (7).

$$f(CSR)_j = konst + \sum_{i=1}^{14} l_i \cdot \overline{P}_{i,j}, \quad (7)$$

kde $f(CSR)_j$ je referenční korekční koeficient, $\overline{P}_{i,j}$ jsou vážené průměry i -té vlastnosti j -té uhelné směsi, l_i jsou koeficienty relevantní k $\overline{P}_{i,j}$ hodnotám uhelných směsí, $konst$ je vypočtená konstanta.

Výpočet l_i a $konst$ byl proveden z rov. (7) regresí s použitím dat $f(CRI)_{ref,j}$ vypočtených z rov. (6) a 14 vlastností ($\overline{P}_{i,j}$) uhelných směsí vypočtených z rov. (2).

Vypočtené konstanty l_i a $konst$ jsou uvedeny v tab. 1.

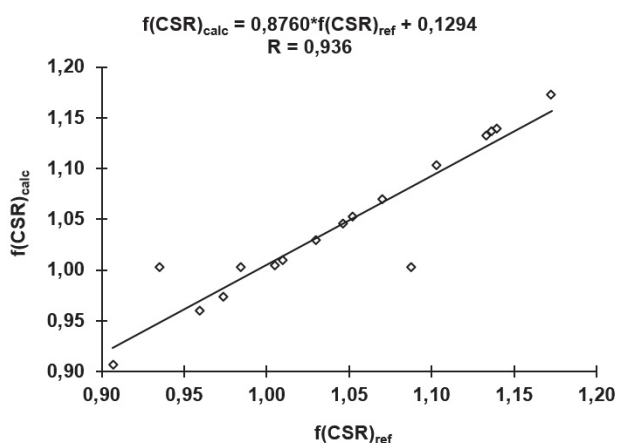
Tab. 1 Vypočtené hodnoty konstant l_i pro jednotlivé $\overline{P}_{i,j}$ vlastnosti uhelných směsí a konstanta $konst$ z regresní rov. (7)

Tab. 1 Calculated values of constants l_i for individual $\overline{P}_{i,j}$ properties of coal blends and constant $konst$ from regression eq. (7)

$\overline{P}_{i,j}$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	konst
A^d	V^d	a	b	SI	F_{max}	R_r	$Vitr$	$Lipt$	$Inert$	$Kat. I.$	$Alk. I.$	$Alk. II.$	S^d		
l_i	1,066	0,225	0,144	-0,008	0,083	<-0,001	5,025	-0,154	-0,512	-0,173	3,731	-1,724	-20,34	-10,08	9,931

Poznámka: $\overline{P}_{i,j}$ vlastnosti uhelných směsí 1 – 14 jsou vysvětleny v 2. kapitole tohoto příspěvku

Za použití výše vypočtených konstant v tab. 1 a 14-ti relevantních charakteristik $\overline{P}_{i,j}$ byly pro jednotlivé koksotypy II podle rov. (7) vypočteny $f(CSR)_{calc,j}$ koeficienty. Závislost vypočtených korekčních koeficientů $f(CSR)_{calc}$ na referenčních korekčních koeficientech $f(CSR)_{ref}$ je prezentovaná na obr. 3. Tato závislost ukazuje již velmi dobrou shodu mezi vypočtenými a referenčními korekčními koeficienty, potvrzenou vysokým korelačním koeficientem.



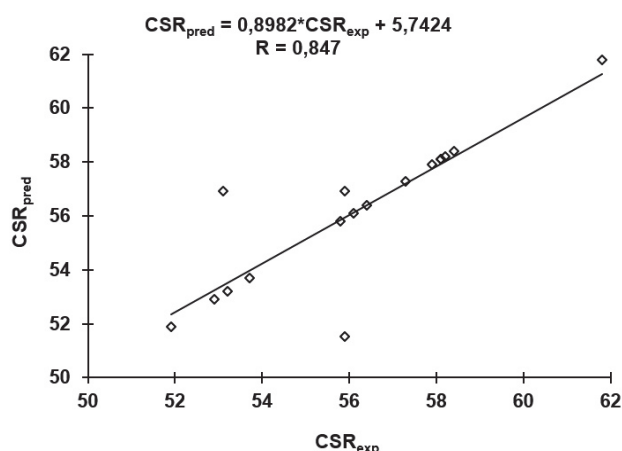
Obr. 3 Závislost mezi vypočtenými $f(CRI)_{calc}$ a referenčními korekčními $f(CSR)_{ref}$ koeficienty

Fig. 3 Plot between calculated $f(CRI)_{calc}$ and reference correction $f(CSR)_{ref}$ coefficients

Predikované hodnoty CSR_{pred} se vypočtou vynásobením vážených průměrů $\overline{CSR}$ koksů typu II jejich relevantními korekčními koeficienty $f(CSR)_{calc}$ podle rov. (8):

$$CSR_{pred,j} = (\overline{CSR}_j) \cdot f(CSR)_{calc,j} = (\overline{CSR}_j) \cdot \left(konst + \sum_{i=1}^{14} l_i \cdot \overline{P}_{i,j} \right) \quad (8)$$

Z porovnání predikovaných CSR_{pred} a experimentálně stanovených hodnot CSR_{exp} indexů (obr. 4) vyplývá velmi dobrá shoda mezi oběma parametry ($R = 0,847$).



Obr. 4 Závislost mezi finálně predikovanými indexy CSR_{pred} koksů typu II a jejich experimentálně stanovenými indexy CSR_{exp}

Fig. 4 Plot between finally predicted CSR_{pred} of cokes (type II) and their experimentally determined CSR_{exp} indexes

Závěr

V této práci byla studována predikce CSR poloprovozně vyrobených 17 koksů typu II, které byly připraveny z uhlí hornoslezské černouhelné pánve. Výsledky stanovených CSR indexů karbonizovaných 17 koksů ukázaly, že tyto indexy nejsou aditivní, tj. jejich experimentálně stanovené hodnoty nekorelovaly s jejich relevantními váženými průměry ($R = 0,200$). Z tohoto důvodu byla k vypočteným váženým průměrům $\overline{CSR}$ navržena korekce za použití korekčního koeficientu $f(CSR)$. Pro jeho výpočet byla použita regresní rovnice mezi $f(CSR)$ a váženými průměry 14-ti vlastností uhelných směsí – rov. (7), tab. 1. Použití $f(CSR)$ umožnilo korigovat vypočtené vážené průměry $\overline{CSR}$ tak, že výsledné predikované hodnoty CSR_{pred} velmi dobře korelují ($R = 0,847$) s experimentálně stanovenými CSR_{exp} indexy (obr. 4). Výhodou predikce CSR_{pred} koksů typu II je, že tento výpočet se provádí pouze s použitím dat vztahujících se k uhlí a z nich vyrobených koksů typu I – rov. (8).

Poděkování

Tato práce vznikla při řešení projektu LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum – program udržitelnosti" a projektu SP2018/79 financovaných Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky. Autoři děkují pracovníkům Korporativního koksárenského centra (ArcelorMittal, Ostrava) za poskytnutá data a konzultace k řešenému problému.

Literatura

- [1] LEONARD, D. C., BONTE, L., DUFOUR, A., FERSTL, A., RAIPALA, K., SCHMOLE, P., SCHOONE, E. E., VERDURAS, J. L., WILLMERS, R. R. In *Coke Quality Requirements of European Blast Furnace Engineers (joint EBFC-Paper)*. Proceedings of the 3rd International Cokemaking Congress, September 16–18. Gent, Belgium, 1996, 1–10.
- [2] PRASAD, H. N., KARMAKAR, R. S., TIWARY, M., SINGH, B. K., DHILLON, A. S. Possibility of Eliminating Coke Cutting in Case of Stamp Charged Coke. *Tata Search*, (1996) 2, 52–57.
- [3] VAN KREVELEN, D.W. *Coal: Typology – Physics – Chemistry – Constitution*, the 3rd ed. Elsevier, Amsterdam, 1993.
- [4] KOSZOREK, A., KRZESIŃSKA, M., PUSZ, S., PILAWA, B., KWIECIŃSKA, B. Relationship between the Technical Parameters of Cokes Produced from Blends of Three Polish Coals of Different Coking Ability. *Int. J. Coal Geol.*, 77 (2009) 3–4, 363–371.
- [5] SAKUROVS, R., FRENCH, D., GRIGORE, M. Quantification of Mineral Matter in Commercial Cokes and their Parent Coals. *Int. J. Coal Geol.*, 72 (2007) 2, 81–88.
- [6] MENÉNDEZ, J. A., ÁLVAREZ, R., PIS, J. J. Determination of Metallurgical Coke Reactivity at INCAR: NSC and ECE-INCAR Reactivity Tests. *Ironmak. Steelmak*, 26 (1999) 2, 117–121.
- [7] NORTH, L., BLACKMORE, K., NESBITT, K., MAHONEY, M. R. Models of Coke Quality Prediction and the Relationships to Input Variables: A review. *Fuel*, 219 (2018), 446–466.
- [8] NORTH, L., BLACKMORE, K., NESBITT, K., HOCKINGS, K., MAHONEY, M. In *A Novel Approach to Coke Strength Prediction Using Self Organizing Maps. DMIN'17 – The 13 International Conference on Data Mining*. Las Vegas, USA: CSCE, 2017, 17–23.
- [9] SURESH, A., RAY, T., DASH, P. S., BANERJEE, P. K. Prediction of Coke Quality Using Adaptive Neurofuzzy Inference System. *Ironmak. Steelmak.*, 39 (2012) 5, 363–369.

- [10] TIWARI, H. P., BANERJEE, P. K., SAXENA, V. K. A Novel Technique for Assessing the Coking Potential of Coals/Coal Blends for Non-recovery Coke Making Process. *Fuel*, 107 (2013), 615–622.
- [11] MIURA, Y. *The Science of Cokemaking Technology and its Development in Japan*. The Coke Oven Managers' Association (COMA) Year-book. Mexborough, 1978, s. 292–311.
- [12] GUPTA, S., SHEN, F., LEE, W. J., O'BRIEN, G. Improving Coke Strength Prediction Using Automated Coal Petrography. *Fuel*, 94 (2012), 368–373.
- [13] PUSZ, S., KRZESIŃSKA, M., KOSZOREK, A. In: *Porosity, Optical Reflectance and Dynamic Elastic Modulus of Laboratory Produced Cokes Related to Properties of Initial Coals. Proceedings of the 12th Int. Conf. Coal Science*. Cairns, Australia, 2003, s. 2–6.
- [14] PUSZ, S., KWIECIŃSKA, B., KOSZOREK, A., KRZESIŃSKA, M., PILAWA, B. Relationships between the Optical Reflectance of Coal Blends and the Microscopic Characteristics of their Cokes. *Int. J. Coal Geol.*, 77 (2009) 3-4, 356-362.
- [15] PUSZ, S., BUSZKO, R. Reflectance Parameters of Cokes in Relation to their Reactivity Index (CRI) and the Strength after Reaction (CSR), from Coals of the Upper Silesian Coal Basin, Poland. *Int. J. Coal Geol.*, 90-91 (2012), 43–49.
- [16] FLORES, B. D., BORREGO, A. G., DIEZ, M. A., DA SILVA, G. L. R., ZYMLA, V., VILELA, A. C. F., OSÓRIO, E. How Coke Optical Texture Became a Relevant Tool for Understanding Coal Blending and Coke Quality. *Fuel Process. Technol.*, 164 (2017), 13–23.
- [17] ZHANG, Q., WU, X., FENG, A., SHI, M. Prediction of Coke Quality at Baosteel. *Fuel Process. Technol.*, 86 (2004) 1, 1–11.
- [18] DE CORDOVA, M., MADIAS, J., BARREIRO, J. In: *Review on Modeling of Coals Blends for Prediction of Coke Quality. AISTech 2016 Proceedings of the Iron & Steel Technology Conference, May 16-19. Pittsburgh, PA, USA: AIST, 2016*, s. 297–309.
- [19] SERENČÍŠOVÁ, J., KLIKA, Z., KOLOMAZNÍK, I., BARTOŇOVÁ, L., BARAN, P.: Relationships among Coking and Related Cokes Characteristics: a Statistical Evaluation. *Acta Geodyn. Geomater*, 15 (2018) 3 (191), 311–322.

Konference k 50. výročí výzkumu a vývoje USSE / Konferencia k 50. výročiu výskumu a vývoja USSE

www.usske.sk/sk/riesenia/vyskum-a-vyvoj OCEL' VÝCHODU 8.10.2018 Ocel zůstává dominantním materiálem

Padesát let existence výzkumu a vývoje ve společnosti U.S. Steel Košice akcentovala neveřejná konference, která se konala 8.a 9.října 2018 na půdě hutního kombinátu. Upozornila na nevyhnutelnost investic do aplikovaného výzkumu, důležitost propojení vědecké a univerzitní půdy s praxí, ale přinesla také nejnovější výsledky výzkumu v oblasti ocelí a ocelových výrobků, vývoje v jednotlivých výrobních segmentech a v oblasti technologií a technického designu.

Konferenci zahájil prezident U.S. Steel Košice James Bruno, který zdůraznil důležitost postavení výzkumu a vývoje USSE především při vývoji nových technologií a nutnost získávání mladých talentovaných lidí. Rektor Technické univerzity Košice Stanislav Kmet' zmínil perspektivy devíti fakult z hlediska nového rámcového programu EU pro výzkum a inovace Horizon Europe 2021 – 2027. Předal výzkumu a vývoji USSE Pamětní medaili TUKE za dlouhodobou vynikající spolupráci. Předseda Slovenské akademie věd Pavol Šajgalík poukázal na úspěchy těch států, kde většina investic do výzkumu a vývoje přichází ze soukromého sektoru. Bývalý prezident Svazu automobilového průmyslu Slovenska Juraj Sinay poukázal na ocel jako progresivní materiál pro konstrukci automobilů střední třídy, kde bude ocel ještě dlouho dominantním materiálem. Proto vývoj nových typů vysokopevnostních ocelí s přiměřenou plasticitou pokládá za klíčový úkol košické hutě. Víceprezident pro inženýrské činnosti a inovace David Hathaway ocenil, že spolupráce s univerzitami a akademií nabírá obrátky. Generální manažerka pro výzkum a vývoj USSE Viera Kohúteková představila celou šířku výzkumně-vývojového pracoviště, jehož úkolem je především vývoj nových a optimalizace existujících materiálů. Ocenila podporu mateřské společnosti, která umožnila, že vloni přibýlo do rodiny výzkumníků a vývojářů sedm nových mladých kolegů, kteří rozšířili stav na celkem 84 zaměstnanců v pěti útvech.

Na konferenci zazněly odborné příspěvky převážně výrobního zaměření věnované např. novým nepovlakovaným jakostem plechů pro automobily, novým za tepla válcovaným jakostem se zlepšenými užitnými vlastnostmi a pro speciální aplikace. Vývojáři představili i nové výzvy automobilového průmyslu v oblasti výzkumu a vývoje komerčních pozinkovaných AHSS, perspektivní antikorozi a multifunkční povlaky z produkce USSK, moderní jakosti a inovativní technologie výroby dynamoplechů v USSK, nové trendy ve výrobě a použití oceli pro obalové aplikace, technický design v prostředí hutního průmyslu a vývoj analytických metod povrchové a vnitřní kvality plechů.

Druhý den konference mohli účastníci navštívit výrobní provozy nebo laboratoře Výzkumu a vývoje USSE.

Stanovení regresní rovnice pro výpočet teplot fázových přeměn oceli

Determination of Regression Equation for Calculation of Phase Change Temperatures of Steel

doc. Ing. Markéta Tkadlečková, Ph.D.^{1,2}; prof. Ing. Karel Michalek, CSc.^{1,2}; Ing. Radim Míček²; Ing. Michaela Strouhalová^{1,2}; Ing. Jana Sviželová^{1,2}; Ing. Josef Walek^{1,2}

¹ Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba

² Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická, Katedra metalurgie a slévárenství, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba

Často diskutovaným problémem při zvyšování kvality odlévané oceli je správné nastavení okrajových podmínek, mezi které spadá i teplota lití. Teplota lití je obvykle stanovena na základě znalosti teploty likvidu a přehřátí, potřebného k odlití plynule odlévaného ocelového předlitku nebo ingotu, které by byly prosté objemových vad. Stanovení teploty likvidu není jednoduchým úkolem. Teplotu likvidu můžeme určit například metodou termické analýzy. Experimentální studium je časově i finančně velice náročné. Proto se mnohem častěji k identifikaci teploty likvidu začínají prosazovat výpočty vycházející z termodynamických databází, kde lze na základě definice chemického složení získat nejen teploty fázových transformací, ale i další termodynamické vlastnosti, které mohou být implementovány např. v nastavení numerických modelů sloužících k ověření dějů probíhajících během odlévání a tuhnutí oceli. Příspěvek uvádí příklad stanovení teploty likvidu využitím termodynamické databáze CompuTherm a sestavení regresní rovnice pro výpočet teploty likvidu v mezích zvolené chrom-nikl-molybdenové oceli.

Klíčová slova: ocel; teplota likvidu; teplota solidu; termodynamická databáze; regresní rovnice

Steel production is a complex process accompanied by many physico-chemical processes. The quality of continuously cast steel billets or ingots relates with the primary and secondary metallurgy processes, and also with used casting conditions. The behaviour of the steel during crystallization and solidification influences not only the chemical composition of steel but also the boundary conditions of casting technology. Important casting conditions include casting temperature, which must respect the cast steel grade and the cause of casting. Casting temperature is usually determined on the basis of the knowledge of the liquidus temperature and the superheat of the steel necessary to ensure the casting of a sound billet or ingot. The determination of the correct casting temperature is particularly important for steel grades with a tendency to hot tears and cracks, such as peritectic steel. From the point of view of optimization of steel casting technology and minimization of defects, e.g. by numerical modelling, it is also important the knowledge of the solidus temperature (respectively of thermodynamic properties). The range between the liquidus and the solidus temperature determines the size of the two-phase zone that can influence the extent of segregation and porosity. Phase transformation temperatures can be determined experimentally using thermal analysis methods. Another option is the theoretical calculation of phase transformation temperatures in thermodynamic databases based on the definition of chemical composition or calculation according to available empirical equations and literary data. In the paper, an example of liquidus temperature determination of alloyed chrome-nickel-molybdenum steel suitable for cementing is published. The CompuTherm thermodynamic database, which is integrated in the ProCAST software used in the Department of Metallurgy and Foundry under the conditions of the Regional Material Science and Technology Centre for the numerical modelling of casting and solidification of steel billets and ingots, in cooperation with the application sphere, was used to determine the phase transformation temperatures. The chemical composition of one steel grade may fluctuate within the range of the limit values of the elements. In order to create a regression equation for calculation of the liquidus (or solidus), it was necessary to perform thermodynamic calculations of different combinations of the contents of elements characteristic for the studied steel grade.

Key words: steel; liquids temperature; solidus temperature; thermodynamic database; regression equation

Výroba oceli představuje komplexní proces doprovázený řadou fyzikálně-chemických dějů. Kvalita plynule odlévaných ocelových předlitků či ingotů souvisí jak s použitými postupy primární a sekundární metalurgie, tak s podmínkami odlévání. Chování oceli v průběhu krystalizace a tuhnutí ovlivňuje nejen chemické složení oceli,

ale i okrajové podmínky technologie lití. Mezi důležité okrajové podmínky odlévání patří lící teplota, která musí respektovat vlastnosti odlévané značky oceli a způsob odlévání. Lící teplota je obvykle stanovena na základě znalosti teploty likvidu a přehřátí oceli nutného k zajištění odlití předlitku či ingotu, které jsou prosté objemových

vad. Stanovení správné lící teploty je zvlášť důležité pro typy oceli se sklonem k trhlinám a prasklinám, mezi něž se řadí např. peritektické oceli. Z pohledu optimalizace technologie odlévání a minimalizace vad, např. pomocí numerického modelování, je důležitá i znalost teploty solidu, resp. termodynamických vlastností. Rozpětí mezi teplotou likvidu a solidu určuje velikost dvoufázového pásma, které může ovlivňovat rozsah segregací a pórovitosti. Teploty fázových transformací lze zjišťovat experimentálně pomocí metod termické analýzy. Další možností je teoretický výpočet teplot fázových transformací v termodynamických databázích na základě definice chemického složení či výpočet dle dostupných empirických rovnic a literárních údajů. V příspěvku je publikován příklad stanovení teploty likvidu u středně legované ušlechtilé chrom-nikl-molybdenové oceli vhodné k cementování. Pro stanovení teplot fázových transformací byl použit výpočet v termodynamické databázi CompuTherm, která je integrována v software ProCAST, využívaného na katedře metalurgie a slévárenství Fakulty materiálově-technologické pod záštitou Regionálního materiálově-technologického a výzkumného centra VŠB – TU Ostrava k numerickému modelování odlévání plynule litých předlitků a ingotů, ve spolupráci s aplikační sférou.

Metody stanovení teplot fázových transformací oceli

V současné době se pro stanovení teplot fázových transformací uplatňují následující metody [1]:

- literární poznatky,
- výpočet pomocí empiricky stanovených rovnic,
- experimentální metody, mezi něž lze zařadit termickou analýzu,
- výpočet v termodynamické databázi typu IDS, ThermoCalc, DICTRA, Pandat či CompuTherm a další.

Literární údaje jsou většinou omezené pro konkrétní typy oceli a jsou nedostatečné pro určení termodynamických vlastností oceli, zejména v závislosti na teplotě. Autoři se v publikacích omezují na konstantní hodnoty termofyzikálních veličin pro konkrétní teplotu.

Termodynamické vlastnosti lze dále určit dle empirických rovnic [2]. Jsou to především regresní rovnice, které byly sestaveny na základě empirického zkoumání. I zde platí omezení s ohledem na studované chemické složení oceli. Dalším ze zmíněných postupů může být například stanovení termofyzikálních vlastností ocelí za použití pseudo-binárního fázového diagramu Fe-C uvedeného v [3].

Problematika náročnosti a složitosti identifikace materiálových vlastností termickou analýzou byla již publikována např. v [4], kde lze dohledat i přehled některých empiricky stanovených rovnic používaných pro stanovení teplot fázových transformací, jako jsou teplota likvidu a solidu oceli v závislosti na jejím chemickém složení. Mezi nejznámější metody termické analýzy patří např. diferenční termická analýza (DTA), diferenční snímání

nebo skenovací termická analýza (DSC) a termogravimetrická analýza (TGA).

Neméně časté je dnes použití komerčních termodynamických databází, které umožňují výpočet termofyzikálních vlastností na základě definovaného chemického složení [5].

Termodynamická databáze CompuTherm dovoluje uživateli na základě definice chemického složení slitiny vypočítat termodynamické parametry pro jakýkoli nový materiál a sledovat změny termofyzikálních dat dle úpravy chemického složení slitiny [6]. Na základě chemického složení slitiny lze vypočítat teplotu likvidu a solidu, hustotu, entalpii, viskozitu či tepelnou vodivost, ale i napětové vlastnosti, a to v závislosti na teplotě.

CompuTherm databáze umožňuje výpočet pro kovové materiály na bázi Al, Fe, Ni, Ti, Mg, Cu. Výpočet termofyzikálních vlastností oceli je prováděn u materiálů na bázi Fe a dále lze u nich definovat tyto legující prvky: Al, B, C, Co, Cr, Cu, Mg, Mn, Mo, N, Nb, Ni, P, S, Si, Ti, V, W v definovaných mezích jejich obsahů. Další legující prvky, které nejsou uvedeny, neovlivňují výsledek výpočtu (při výpočtu se s nimi neuvažuje) [6].

Výpočty lze provádět pomocí mikrosegregačních modelů Scheil a Lever (Lever Rule – pákové pravidlo). Model Lever předpokládá velmi dobrou difuzi v pevné fázi. Na druhou stranu model Scheil nepočítá s žádnou difuzí v pevné fázi. Oba modely zvažují buď úplné míchání, nebo nekonečnou difuzi v kapalině. Další alternativou je výpočet za pomoci modelu Back Diffusion, který je definován rychlostí ochlazování slitiny v průběhu krystalizace a tuhnutí, a odpovídá tak situaci v podmínkách mezi pákovým pravidlem a modelem Scheil. Při výpočtech teploty likvidu a solidu oceli je doporučován model Lever Rule (pákové pravidlo). Pákové pravidlo stanoví vlastnosti oceli za rovnovážných podmínek [6, 7].

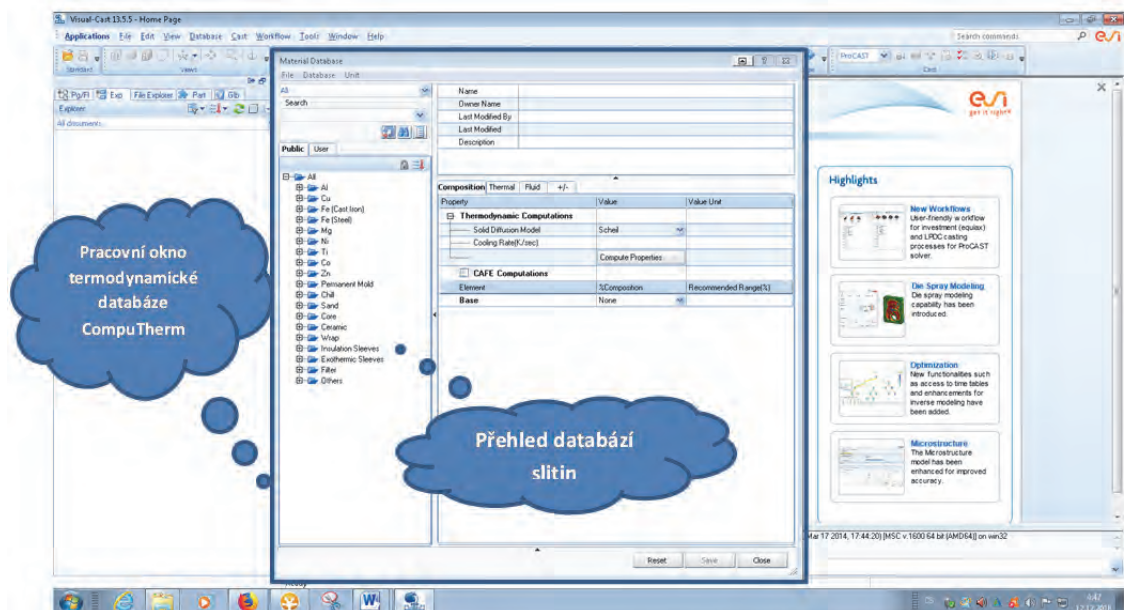
Výpočet teploty likvidu oceli

Pro stanovení teplot fázových transformací pomocí termodynamické databáze CompuTherm byla zvolena chrom-nikl-molybdenová ocel vhodná k cementování [7]. Normované chemické složení oceli je uvedeno v tab. 1. Pracovní prostředí termodynamické databáze CompuTherm je znázorněno na obr. 1. Výpočet teplot fázových transformací byl proveden pomocí Lever Rule.

Tab. 1 Normované chemické složení studované oceli (hm. %) [7]
Tab. 1 Chemical composition of studied steel by standard (wt. %) [7]

Obsah prvku	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al
min.	0,15	0,15	0,50	0,000	0,000	1,50	0,25	1,40	0,020
max.	0,21	0,40	0,90	0,035	0,035	1,80	0,35	1,70	0,040

Chemické složení jedné značky oceli může kolísat v rozpětí mezních hodnot prvků. Aby bylo možné následně stanovit regresní rovnici výpočtu teploty likvidu T_L , bylo potřeba v termodynamické databázi CompuTherm provést výpočty různých kombinací obsahů prvků charakteristických pro danou značku oceli, jak uvádí tab. 2.



Obr. 1 Pohled na pracovní prostředí termodynamické databáze CompuTherm, která je integrovanou součástí simulačního software ProCAST
Fig. 1 View on workplace of CompuTherm thermodynamic databases which is integrated in ProCAST simulation programme

Tab. 2 Přehled variant chemického složení (studované oceli k určení regresní rovnice výpočtu teploty likvidu T_L [7]

Tab. 2 List of chemical composition variants of studied steel to determine of regression equation for calculation of liquids temperature T_L [7]

Varianta	T_L (°C)	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al
(hm. %)										
1	1510	0,15								
2	1508	0,18		0,50						
3	1505	0,21								
4	1509	0,15								
5	1507	0,18		0,70			1,5	0,25	1,4	0,03
6	1504	0,21								
7	1508	0,15								
8	1506	0,18		0,90						
9	1503	0,21								
10	1510	0,15								
11	1507	0,18		0,50						
12	1504	0,21								
13	1508	0,15								
14	1506	0,18	0,3	0,70	0,013	0,003	1,65	0,3	1,55	
15	1503	0,21								
16	1507	0,15								
17	1505	0,18		0,90						
18	1502	0,21								
19	1509	0,15								0
20	1506	0,18		0,50						
21	1504	0,21								
22	1508	0,15								
23	1505	0,18		0,70			1,8	0,35	1,7	
24	1502	0,21								
25	1506	0,15								
26	1504	0,18		0,90						
27	1501	0,21								
28	1513		0							
29	1512		0,1							
30	1511		0,2		0	0				
31	1509	0,15	0,4	0,70			1,5	0,25	1,4	0,03
32	1511		0		0,025	0,035				
33	1510		0,1							
34	1509		0,2							
35	1506		0,4							
36	1511		0							
37	1510		0,1							
38	1509		0,2				0	0		
39	1507		0,4							
40	1509		0							
41	1508		0,1				0,025	0,035		1,7
42	1507		0,2							
43	1505		0,4							
44	1509						0	0	1,8	
45	1508		0,2					0,035		
46	1508						0,025	0		
47	1509	0,15								
48	1506	0,18		0,50						1,4
49	1504	0,21								
50	1508	0,15								
51	1505	0,18	0,3	0,70	0,013	0,003				
52	1502	0,21								
53	1506	0,15								1,7
54	1504	0,18		0,90						
55	1501	0,21								
56	1513		0							
57	1511		0,1							
58	1510		0,2				0,025	0		
59	1508		0,4							
60	1507	0,15	0	0,70						
61	1509		0,1							
62	1508		0,2				0	0,035		0,35
63	1506		0,4							
64	1510	0,15								
65	1507	0,18	0,3	0,50	0,013	0,003				0,25
66	1505	0,21								1,4

Stanovení regresní rovnice

Pro stanovení regresní rovnice teploty likvidu T_L v závislosti na chemickém složení byla použita metoda vícenásobné regresní analýzy [7]. Ta je využívána v případech, ve kterých je nutné zjistit závislost určité kvantitativní proměnné na jedné, nebo více dalších kvantitativních proměnných, tzv. regresorech. Předem musí být stanoveno, která proměnná je nezávislá a která je závislá. Výsledkem regresní metody je určení závislosti T_L na proměnných pomocí vhodného matematického modelu. Výsledný matematický model nabývá tvar dle

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + \dots + b_iX_i \quad (1)$$

kde $X_1, X_2, \dots, X_i$ jsou proměnné a $b_0, b_1, b_2, \dots, b_i$ jsou regresní koeficienty rovnice. Zpracování dat metodou vícenásobné regresní analýzy bylo provedeno v tabulkovém procesoru Excel pomocí doplňku *Analýza dat* a statistické metody *Regrese*. Doplňek *Analýza dat* karty *Data* není obvykle v základní instalaci Excelu aktivní ani viditelný, takže uživatel nemusí o jeho existenci vědět a je nutné jej aktivovat či v některých verzích doinstalovat [8].

Při uvažování standardně používané hladiny významnosti $\alpha = 0,05$, což prakticky znamená 5% nespolehlivost výsledků (či opačně 95% jistotu, spolehlivost výsledků), bylo možno z výsledků regresní analýzy zjistit:

- statistickou významnost regresního modelu jako celku, která se hodnotí podle výsledku Fisherova F-testu,
- statistickou významnost jednotlivých regresních koeficientů hodnocenou podle výsledků Studentova t-testu (t-Stat).

Dosažená hladina významnosti F-testu byla nižší než zvolená hladina významnosti α . To znamená, že chemické složení má statisticky významný souhrnný vliv na teplotu likvidu. Míra vlivu chemického složení na teplotu likvidu je udávána hodnotou koeficientu determinace regresního modelu R^2 , který dosáhl hodnoty vyšší než 90 %. Zbýlý podíl koeficientu determinace 10 % dává k úvaze studium dalších vlivů, jako je použitá kombinace chemického složení během výpočtů, limitní obsahy některých prvků, možnosti výpočtů termodynamické databáze či zvolená metoda výpočtu teploty likvidu.

Studentův t-test a hodnota regresních koeficientů vypovídá o vlivu jednotlivých prvků na teplotu likvidu oceli. Regresní koeficienty prvků se záporným znaménkem udávají, že s rostoucím obsahem prvku teplota likvidu klesá. Nejvýrazněji se na teplotě likvidu odráží obsah uhlíku, jehož vliv zapříčiňuje nejvyšší hodnoty regresního koeficientu rov. (1).

Pokud budeme uvažovat při stanovení rovnice výpočtu teploty likvidu metodou vícenásobné regresní analýzy se všemi prvky studované značky oceli, získá rov. (1) pro výpočet teploty likvidu následující tvar [7]:

$$T_L = 1538,8 - 89,9 [\% \text{ C}] - 10,2 [\% \text{ Si}] - 5,8 [\% \text{ Mn}] - 37,8 [\% \text{ S}] - 28,8 [\% \text{ P}] - 2,8 [\% \text{ Ni}] - 6,8 [\% \text{ Mo}] - 1,6 [\% \text{ Cr}] - 9,1 [\% \text{ Al}] \quad (2)$$

Závěr

Príspevek prezentuje stanovení teploty likvidu oceli pomocí výpočtu v termodynamické databázi CompuTherm, která je integrovanou součástí SW ProCAST využívaného na katedře metalurgie a slévárenství Fakulty materiálůvě-technologické pod záštitou Regionálního materiálůvě technologického výzkumného centra VŠB – TU Ostrava k numerické simulaci odlévání a tuhnutí oceli a predikci objemových vad v závislosti na okrajových podmínkách odlévání. Na základě výsledků termodynamických výpočtů byla pomocí nástroje Analýzy dat v tabulkovém procesoru Excel a metody vícenásobné regresní analýzy sestavena regresní rovnice pro výpočet teploty likvidu v mezích prvků typických pro zvolenou studovanou značku oceli.

Poznatky studia lze shrnout následovně:

- Znalost teploty likvidu je nezbytná pro správné nastavení teploty lití oceli, resp. míru přehřátí oceli.
- Teplotu likvidu oceli lze stanovit experimentálně pomocí metod termické analýzy nebo teoreticky vypočítat dle dostupných literárních údajů. Další možností je výpočet v termodynamické databázi.
- Termodynamické databáze umožňují uživateli na základě definice chemického složení výpočet nejen teplot fázových transformací, ale i termodynamických vlastností, které mohou být implementovány v nastavení numerických modelů.
- Výpočet v termodynamické databázi může být ovlivněn volbou metody výpočtu a limitními obsahy prvků.
- 66 prozkoumaných variant chemického složení (tab. 2) ukázalo, že se teplota likvidu v mezích obsahu prvků v daném studovaném typu oceli může lišit až o 12 °C (1513 – 1501 = 12), což významně mění podmínky lití, resp. teplotu přehřátí, zejména na zařízení plynulého odlévání oceli.
- Stanovení regresní rovnice pro výpočet teploty likvidu oceli je možné pouze za předpokladu využití dostatečného množství termodynamických výsledků pro různé kombinace obsahů prvků a současně v mezích obsahů prvků dané značky oceli.
- Získanou regresní rovnici lze aplikovat v provozní praxi pro on-line výpočty teploty likvidu dle aktuálního chemického složení, a to v limitních hodnotách sledovaného chemického složení daného typu oceli.
- Teoretické termodynamické výpočty za rovnovážných podmínek je vhodné ověřit fyzikálními experimenty.

Poděkování

Tato práce vznikla na Fakultě materiálově-technologické při řešení projektu č. LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum - Program udržitelnosti" financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky. A dále při řešení projektů studentské grantové soutěže č. SP2018/77 a SP2018/60.

Literatura

- [1] TKADLEČKOVÁ, M., MICHALEK, K., GRYC, K., SOCHA, L., JONŠTA, P., SATERNUS, M., PIEPRZYCA, J., MERDER, T. Research and Development of the Solidification of Slab Ingots from Special Tool Steels. *Archive of Metallurgy and Materials*, 62 (2017) 3, 1453–1458, ISSN 1733-3490.
- [2] GRYC, K., SMETANA, B., ŽALUDOVÁ, M., MICHALEK, K., KLUS, P., TKADLEČKOVÁ, M., SOCHA, L., DOBROVSKÁ, J., MACHOVČÁK, P., VÁLEK, L., PACHLOPNIK, R., CHMIEL, B. Determination of the Solidus and Liquidus Temperatures of the Real-steel Grades with Dynamic Thermal-analysis Methods. *Materiali in Technologie*, 47 (5), 569–575 (2013).
- [3] XIE, Y., YANG, J. Calculation of Solidification-Related Thermophysical Properties of Steels Based on Fe-C Pseudobinary Phase Diagram. *Steel. Res.*, 86 (2015) 7, 766–774.
- [4] GRYC, K., SMETANA, B., STROUHALOVÁ, M., ZLÁ, S., KAWULOKOVÁ, M., KALUP, A., SOCHA, L., TKADLEČKOVÁ, M., MICHALEK, K., JONŠTA, P., SUŠOVSKÝ, M. Srovnání teplot likvidu a solidu určených různými metodami u ocelí odléváných do kokil. In *Oceláři, 33. ročník konference o teorii a praxi výroby a zpracování oceli*, sborník konference, 30.-31.3.2017, Wellness Hotel Energetic, Rožnov p. Radhoštěm, Česká republika. Ostrava: Tanger, 2017, s. 70–76. ISBN 978-80-87294-72-7.
- [5] HAHN, S., SCHADEN, T. Dynaphase: Online Calculation of Thermodynamic Properties during Continuous Casting, *BHM*, 159 (2014) 11, 438–446.
- [6] ProCAST 2016.0 User's Guide.
- [7] MÍČEK, R. Výpočty vybraných parametrů okrajových podmínek plynulého odlévání oceli [online]. (Diplomová práce) Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, 2018. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/10084/128957>, [cit. 2018-12-19].
- [8] http://user.mendelu.cz/drapela/Statisticke_metody/Prezentace/zakladi/Aktivace_Analyza_dat.pdf

Nový projekt Fakulty materiálově-technologické VŠB-TUO se soustředí na nakládání s odpady z hutí a souvisejících provozů.

Problematika odpadů je v posledních letech skloňována především v souvislosti s odpady z domácností. Nový projekt Fakulty materiálově-technologické VŠB-TUO se soustředí na nakládání s odpady z hutí a souvisejících provozů. Nejde jen o jeho zpracování ale také o technologie, které zajišťují omezení jeho produkce. Součástí projektu je vznik a vybavení dvou společných výzkumných pracovišť na území ostravské aglomerace i zapojení studentů do problematiky.

„Nová laboratorní pracoviště vzniknou v podmínkách zúčastněných výzkumných organizací, tj. na naší univerzitě a ve společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. Na univerzitě to bude pracoviště zaměřené na výzkum fyzikálních a chemických vlastností zkoumaných odpadních nebo druhotných produktů. U partnera projektu vznikne výzkumné pracoviště zaměřené na metody termického zpracování těchto zkoumaných látek,“ dodává ke zrodu unikátních laboratoří doc. Vlček z Fakulty materiálově-technologické. Nový projekt řeší např. skutečnost, že zůstávají podíly strusek, které využití nenacházejí nebo jejich využití přináší jen malý ekonomický a společenský přínos. Příkladem jsou ocelářské strusky, zejména pánvové.

Výzkum se také zaměří na možnosti dalšího zpracování ostatních tuhých odpadů, materiálů a vedlejších produktů hutních a souvisejících provozů. Hutní podniky generují kromě strusek celou škálu dalších vedlejších produktů, odpadů nebo materiálů, které nejsou primárním cílem metalurgické produkce. Větší část je již v současnosti dále materiálově využívána, ale pro některé odpady a odpadní materiály se další využití teprve hledá nebo míra využití je málo ekonomicky výhodná. V souvislosti se zavedením nejnovějších ekologizačních opatření, dochází k vyšší efektivitě zachytávání pevných částic, což je důsledkem rozsáhlých investic realizovaných v metalurgických podnicích, které vznikají při čištění plynu v metalurgii a souvisejících výroбах. Toto způsobuje nárůst těchto pevných částic – tzv. odprašků, které jsou odpadem, jehož další zpracování a využití je jedním z výzkumných úkolů tohoto projektu.

K získání unikátního projektu pomohlo Fakultě materiálově-technologické, kromě vysoké odbornosti, především partnerství s průmyslovými podniky. Zapojí se tak hlavně MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. a zástupci aplikační sféry z oblasti hutnictví, a souvisejících odvětví a zpracování odpadu, kterými jsou TRINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s., SMOLO a.s., ArcelorMittal Ostrava a.s., KRÁLOVOPOLSKÁ, a.s. a Národní strojírenský klastr, z. s.

Hlavní náplní nového projektu je realizace společného výzkumu v oblasti eliminace, dalšího zpracování a využití průmyslových odpadů, materiálů a vedlejších produktů z metalurgických výrobeh, které nejsou primárním cílem výroby. Jeho rozpočet přesahuje 78 milionů korun, z čehož dotace je ve výši téměř 70 milionů korun. Realizace projektu podpoří výzkumnou spolupráci uvedených organizací v letech 2019 až 2022.

- z tiskové zprávy -

Hledání optimálních hodnot parametrů v modelech přirozeného deformačního odporu prostřednictvím umělých neuronových sítí a genetických algoritmů

Searching for Optimal Values of Parameters in Natural Flow Stress Models Utilizing Artificial Neural Networks and Genetic Algorithms

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

VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Česká republika

Počítačové simulace tvářecích procesů vyžadují mimo jiné i znalost vývoje přirozeného deformačního odporu (PDO) tvářeného materiálu v závislosti na udílené deformaci, teplotě a deformační rychlosti. Uvedené závislosti (stanovené experimentálně) jsou často popisovány matematickými modely, které sestávají z pomocných proměnných (parametrů) závislých na teplotách a deformačních rychlostech. Přesnost jejich popisu tedy ovlivňuje přesnost výsledných modelů. Možnosti popisu těchto parametrů s využitím tzv. inteligentních algoritmů jsou předmětem předkládané práce. Popisováno bylo celkem pět parametrů, jež jsou součástí dvou modelů PDO. Jejich popis byl v první řadě realizován jedním prediktivním vztahem, jehož konstanty byly vždy pro konkrétní parametr stanoveny s využitím genetických algoritmů. V druhé řadě byl popis realizován s nasazením vícevrstevných dopředných umělých neuronových sítí se zpětným šířením chybového signálu. Grafické a statistické srovnání ukazuje na vyšší přesnost popisu při využití neuronových sítí, což lze připsat jejich větší univerzálnosti.

Klíčová slova: přirozený deformační odpor; umělé neuronové sítě; genetické algoritmy

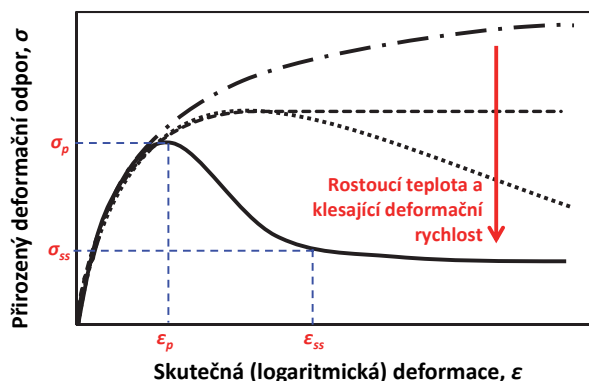
Bulk-forming processes (e.g., rolling, forging, etc.) are accompanied by the response of formed material against forming load – this response is known as flow stress. So-called natural flow stress is then a key material characteristic – it is used for instance at numerical simulations of given forming process (performed by finite element methods). The natural flow stress is influenced by the level of strain, strain rate, and temperature. These dependencies are experimentally obtained by e.g., uniaxial compression or torsion tests. For future computer treatment of the obtained data, it is appropriate to describe them mathematically. This description is usually performed by the so-called flow stress models. Unfortunately, the dependence of the natural flow stress on the strain, strain rate, and temperature can be very complicated; especially in the case of hot forming processes. That's the reason why the flow stress models usually contain auxiliary variables – parameters, which are firstly described in relation to temperature and strain rate and only then inserted into the flow stress models. So, it is clear, that the prediction capability of these models is directly connected with the accuracy of description of their parameters. Possibilities of the description of these parameters by use of so-called intelligent algorithms are the subject of this paper. The investigation was realized on the five parameters, which were the part of two flow stress models. The one predictive relationship firstly described experimental values of these parameters. The unique constants of this relation were for each parameter determined by the use of genetic algorithms. As the second approach, multi-layer feed-forward artificial neural networks with the back propagation learning algorithm were employed to describe these parameters. Graphical and statistical results have shown that the utilizing the artificial neural network approach allows the attainment of higher prediction capability.

Key words: natural flow stress; artificial neural networks; genetic algorithms

Procesy objemového (hutnického) tváření (např. válcování, kování, tažení) jsou doprovázeny odezvou tvářeného materiálu na působení tvářecích sil – tzv. deformační odpor. Deformační chování daného materiálu (např. ocel, hliníková slitina o konkrétním chemickém složení) lze definovat tzv. přirozeným deformačním odporem (PDO), jenž je určován za jednoosého stavu napjatosti. Je to materiálová charakteristika, jejíž velikost je závislá na termomechanických podmínkách (teplota deformace, deformační rychlost a velikost deformace). Uvedenou závislost lze vyjádřit graficky pomocí tzv. napětových

křivek. Různé průběhy těchto křivek (tvarová různorodost vyskytující se často i v rámci jednoho materiálu) jsou schematicky znázorněny na obr. 1 [1]. Znalost vývoje PDO zkoumaného materiálu v závislosti na uvedených termomechanických podmínkách je základem pro numerické simulace tvářecích procesů (realizovaných např. s využitím MKP – metody konečných prvků) [2, 3]. Pro nově zaváděný materiál je závislost PDO na výše zmíněných termomechanických podmínkách určována v první řadě experimentálně, především jednoosými zkouškami tlakem, zkouškami krutem. Zmíněné zkoušky jsou

realizovány vždy jen pro určité teploty a deformační rychlosti z rozsahu pokrývajícího předpokládaný interval tvářecích podmínek. Za účelem pozdější predikce PDO i pro další kombinace termomechanických podmínek (např. pro potřeby MKP simulací) je nezbytné experimentálně získané napět'ové křivky matematicky popsat. Pro potřeby tohoto popisu bylo navrženo mnoho matematických modelů [2].



Obr. 1 Schématické znázornění různých typů napět'ových křivek [1]
Fig. 1 Schematic representation of different types of flow curves [1]

Vzhledem k tvarové různorodosti popisovaných napět'ových křivek (obr. 1) je převážná část těchto modelů založená na využívání různých pomocných proměnných (parametrů), které umožňují popis rozdělit na jednodušší kroky. Nejčastěji používanými parametry jsou souřadnice maximálního deformačního odporu (napět'ového píku – ε_p , σ_p), či souřadnice počátku tzv. ustáleného plastického toku – ε_{ss} , σ_{ss} , jak je opět patrné z obr. 1. Tyto a další parametry se každý zvlášť popisují v závislosti na teplotě a deformační rychlosti. Teprve pak jsou vkládány do modelů PDO. Přesný popis těchto parametrů tedy hraje klíčovou roli při dosažení precizního celkového popisu napět'ových křivek [4].

Parametry modelů PDO jsou nejčastěji popisovány různými, již dříve odvozenými prediktivními vztahy, jež vyjadřují fixní a praxí prověřenou závislost konkrétního parametru na teplotě a deformační rychlosti. Popis pro daný materiál pak sestává z vyčíslení materiálových konstant. U jednodušších vztahů (např. mocninných) lze tyto konstanty snadno získat lineární regresí, jež umožňuje dosažení minima kritériální funkce (např. střední kvadratické odchylky) analytickou cestou [5]. Složitější vztahy však vyžadují nasazení některé z numerických metod. Minimalizace kritériální funkce je pak často realizována prostřednictvím gradientních algoritmů [6]. Progresivní způsob hledání optimálních materiálových konstant nabízí i stále diskutovanější genetické algoritmy (GA) [7]. Velmi slibnou alternativu ke klasickým prediktivním vztahům představují tzv. umělé neuronové sítě (UNS), které nejsou omezeny pevně stanovenou závislostí mezi proměnnými [7 – 9].

Předmětem předkládané práce je vyzkoušet na sadě experimentálních napět'ových křivek oceli C45 popis parametrů dvou modelů PDO s nasazením inteligentních algoritmů. Diskutované parametry jsou v první řadě

popsány pomocí běžného prediktivního vztahu, jehož materiálové konstanty jsou vyčísleny s využitím genetických algoritmů. V druhé řadě je popis realizován s nasazením umělých neuronových sítí. Cílem je porovnat oba přístupy s ohledem na celkovou přesnost popisu sady napět'ových křivek, která byla pořízena v širokém intervalu termomechanických podmínek, a tudíž vykazuje i značnou tvarovou rozmanitost, jak je schématicky znázorněno na obr. 1.

1. Experimentální data

Pro účely předložené práce byla zvolena sada dvaceti experimentálních napět'ových křivek oceli C45. Tuto sadu se podařilo sestavit s využitím experimentálně naměřených dat ze série jednoosých zkoušek tlakem za tepla realizovaných na simulátoru deformací HDS-20. Zkoušky tlakem byly provedeny pro dvacet kombinací teplot a deformačních rychlostí. Teploty deformace: 1173, 1273, 1373, 1473 a 1553 K; deformační rychlosti: 0,1; 1; 10 a 100 s⁻¹. Každý test byl realizován v rozsahu hodnot skutečné deformace 0 až 1,0. Výsledkem každého testu je jedna napět'ová křivka (tj. závislost $\sigma - \varepsilon$), odpovídající jedné kombinaci teploty a deformační rychlosti. Experimentální práce byly již dříve detailně diskutovány v [10].

2. Popis deformačního odporu za tepla

2.1 Modely přirozeného deformačního odporu

K vyjádření napět'ových křivek za tepla, popisujících vývoj PDO v závislosti na aplikovaných termomechanických podmínkách lze využít celou řadu matematických modelů [2, 11]. A. Cingara a H. J. McQueen (1992) [12] navrhli model pro precizní popis napět'ových křivek za tepla, platný pro rozsah skutečné deformace $\varepsilon = \langle 0, \varepsilon_p \rangle$, jak vyjadřuje vztah (1). Modifikací tohoto modelu [13] bylo možno získat vztah umožňující popis pro deformace $\varepsilon \geq \varepsilon_p$ podle rov. (2):

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

$$\sigma = \sigma_{ss} + (\sigma_p - \sigma_{ss}) \cdot \left[\frac{\varepsilon}{\varepsilon_p} \cdot \exp \left(1 - \frac{\varepsilon}{\varepsilon_p} \right) \right]^s. \quad (2)$$

Proměnná σ (MPa) reprezentuje přirozený deformační odpor (PDO) a ε (-) skutečnou čili logaritmickou-deformaci. Dolní index p označuje koordináty maximálního deformačního odporu (napět'ového píku). Dolní index ss označuje souřadnice odpovídající počátku ustáleného plastického toku (Steady-State), jak jej názorně ukazuje obr. 1. Parametry c (-) a s (-) představují exponent deformačního zpevnění, respektive odpevnění [12, 13].

2.2 Experimentální hodnoty parametrů modelů PDO

Výše uvedené modely PDO podle rov. (1) a (2) zahrnují dohromady pět parametrů (ε_p , σ_p , σ_{ss} , c , s), které je potřeba

matematicky popsat v závislosti na teplotě deformace a deformační rychlosti. Prvním krokem je stanovení experimentálních hodnot těchto parametrů pro testované kombinace termomechanických podmínek.

Z experimentálních grafických závislostí (napětových křivek) lze pro každou kombinaci teploty a deformační rychlosti stanovit maximální hodnotu PDO (tj. σ_p) a jí odpovídající hodnotu deformace (tj. ε_p). Z některých křivek lze odečíst i hodnotu PDO na ustáleném plastickém toku (tj. σ_{ss}). Ke stanovení všech těchto parametrů se využívají napětové křivky schematicky znázorněné na obr. 1. Experimentální hodnoty exponentů c a s lze pro každou kombinaci teploty a deformační rychlosti stanovit lineární regresí z logaritmického vyjádření rov. (1), tedy $\ln(\sigma/\sigma_p)$ vs. $\ln(\varepsilon/\varepsilon_p) + 1 - \varepsilon/\varepsilon_p$ [12], respektive rov. (2), tedy $\ln[(\sigma - \sigma_{ss})/(\sigma_p - \sigma_{ss})]$ vs. $\ln(\varepsilon/\varepsilon_p) + 1 - \varepsilon/\varepsilon_p$ [13].

2.3 Popis parametrů modelů PDO s nasazením genetických algoritmů

Genetické algoritmy (GA) spadají do skupiny heuristických evolučních algoritmů [14, 15]. Vycházejí z teorie přirozeného výběru a principů genetiky formulovaných Ch. Darwinem (1859) [16]. Samotný algoritmus byl formulován J. H. Hollandem (1975) [17].

V rámci předložené práce byly genetické algoritmy využity pro nalezení optimálního řešení jednoho z prediktivních vztahů, umožňujících popis parametrů ve výše uvedených modelech PDO. Tento vztah lze vyjádřit následujícím funkčním předpisem [13]:

$$y_i(\dot{\varepsilon}, T, p) = p_1 \cdot \dot{\varepsilon}_i^{\left(p_2 - p_3 \cdot \frac{1}{T_i}\right)} \cdot \exp(-p_4 \cdot T_i) \quad (3)$$

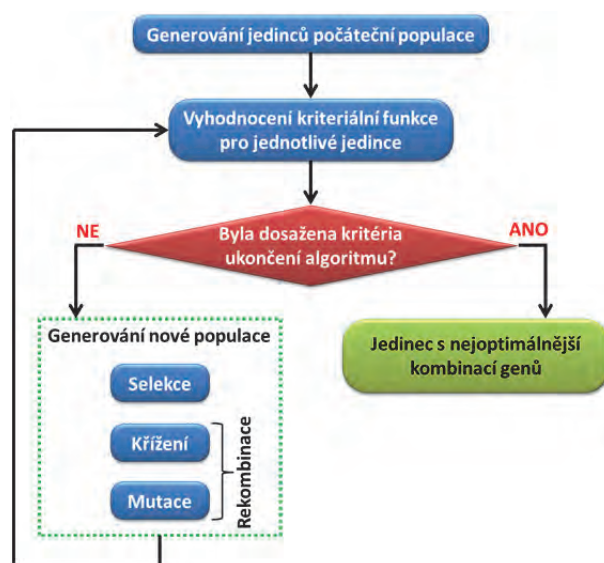
V rov. (3) představuje $y_i(\dot{\varepsilon}, T, p)$ predikovanou hodnotu sledovaného parametru modelu PDO (tj. ε_p , σ_p , σ_{ss} , c či s) pro i -tou kombinaci teploty T_i (K) a deformační rychlosti $\dot{\varepsilon}_i$ (s^{-1}). Tato rovnice byla vybrána z důvodu své přesnosti a univerzálnosti popisu. Umožňuje přesně popsat všechny výše uvedené parametry [13]. Mnohdy jsou pro popis uvedených parametrů využívány různé vztahy, např. mocninný pro popis ε_p či inverzní sinus-hyperbolický pro popis σ_p [4]. Značná nejednotnost popisu panuje především při popisu exponentů zpevnění a odpevnění. Dle rov. (3) se pro každý parametr modelu PDO nalézají vhodné hodnoty materiálových konstant p_1 (různé), p_2 (-), p_3 (K) a p_4 (K^{-1}) [13]. Řešení spočívá v minimalizaci tzv. kritériální (fitness) funkce, zde vyjádřené prostřednictvím střední kvadratické odchylky δ [18]. V našem případě tedy hledáme následující minimum:

$$\min_p \delta = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n \left[p_1 \cdot \dot{\varepsilon}_i^{\left(p_2 - p_3 \cdot \frac{1}{T_i}\right)} \cdot \exp(-p_4 \cdot T_i) - y_i \right]^2 \quad (4)$$

V rov. (4) y_i představuje i -tou experimentální hodnotu sledovaného parametru modelu PDO, kde $i = \{1, n\}$ je i -tá kombinace teploty a deformační rychlosti ($n = 20$).

Průběh minimalizace kritériální funkce δ prostřednictvím genetického algoritmu je schematicky vyobrazen na obr. 2.

V první fázi GA dochází k inicializaci prvotní populace. Populací je zde myšlena množina předem definovaného počtu jedinců (tab. 1). Jedinec je na základě analogie s biologickou předlohou reprezentován sadou chromosomů (tvořených geny), udávajících genom jedince. Konkrétní sada genů obsažená v genomu poskytuje genotyp (obecnou genetickou informaci). V našem případě je genom každého jedince reprezentován pouze jedním chromosomem. Hovoří se pak o tzv. haploidním jedinci. Chromosom každého jedince je tvořen čtyřmi geny, jejichž alely (hodnoty) odpovídají hodnotám hledaných materiálových konstant rov. (3), potažmo (4), tedy p_1 , p_2 , p_3 a p_4 . Každý jedinec v populaci proto představuje potenciální řešení zadaného problému – v našem případě minimalizace funkce δ (4). Každá populace tedy vždy reprezentuje určitý počet prvků ze stavového prostoru (prostoru možných řešení). U první generace (aktuální populace) mohou být jedinci generováni buď náhodně, nebo lze využít hrubého odhadu např. z předchozího modelování [14, 15, 19, 20]. Druhý způsob je výhodnější varianta.



Obr. 2 Schématické znázornění průběhu genetického algoritmu [7]

Fig. 2 Schematic representation of genetic algorithm course [7]

Ve druhé fázi je každému jedinci přiřazena na základě funkce δ hodnota fitness, tj. dochází k ohodnocení jedinců dané populace. V tomto případě je úkolem GA minimalizovat funkci v rov. δ (4). Z toho vyplývá, že nejlepšího hodnocení dosahují ti jedinci, jejichž kombinace genů vrací nižší δ -hodnoty [14, 15, 19, 20].

Ve třetí fázi dochází k vyhodnocení kritérií možného ukončení algoritmu. Příčinou ukončení může být např. nalezení jedince s hodnotou fitness menší nebo rovnou hodnotě požadované, dosažení maximálního počtu generací (iterací) či maximálního výpočtového času [14, 15, 19, 20].

Za předpokladu, že ani jedna z podmínek ukončení algoritmu nebyla dosažena, dochází ke vzniku nové generace jedinců. Tvorba nových generací slouží k dalšímu prohledávání stavového prostoru s cílem nalézt optimálnější řešení. Vzhledem k velkým rozměrům stavového prostoru však není ve většině případů možné tento celý prostor prohledat a vyhodnotit. Z tohoto důvodu se tvorba nových generací řídí následujícím, evolucí motivovaným postupem, umožňujícím prohledávat relevantní oblasti stavového prostoru [14, 15, 19, 20].

Prvním krokem při tvorbě nové generace je tzv. selekce, tedy výběr jedinců z předchozí generace (rodiče), kteří se budou podílet na vzniku generace nové. V souladu s Darwinovou teorií evoluce dochází k napodobování tzv. přirozeného výběru, kdy jsou upřednostňováni ti jedinci, jejichž vlastnosti jim umožňují nejlépe se přizpůsobit danému prostředí (tzn., mají vhodný fenotyp). V našem případě se jedná o jedince s nižší hodnotou kritériální funkce δ . Přílišné upřednostňování nejlepších jedinců (tzv. velký selekční tlak) však nemusí nutně vést ke vzniku kvalitnější generace, a to z důvodu rizika uvíznutí kritériální funkce v lokálním minimu. Je tedy potřeba zajistit výběr i dostatečného množství slabších jedinců, protože i tito jedinci potencionálně mohou obsahovat genetickou informaci důležitou pro nalezení vhodného řešení. Pro výběr vhodných jedinců existuje hned několik metod (např. ruletová selekce, pořadová selekce či turnajový výběr) [14, 15, 19, 20].

Po selekci následuje tzv. rekombinace, sestávající ze dvou operací: křížení a mutace. Křížení spočívá ve výměně informací (genů) mezi dvěma jedinci (rodiči) vybranými na základě předchozí operace selekce z předchozí generace. Vznikají tak jedinci generace nové. Část jedinců předchozí generace (tzv. elitní jedinci) přecházejí do nové generace přímo, a to čistě na základě nejvyšší vhodnosti. Křížení však nevnaší do populace žádnou novou genetickou informaci. Pro účely obohacení stávajícího genofondu je proto využívána mutace, která spočívá v náhodné změně alely některého genu. Tato nová genetická informace má za úkol zabránit uvíznutí algoritmu v lokálním minimu. Zmutovaný jedinec se totiž vyskytuje mimo doposud prohledávanou část stavového prostoru. Dochází tak k rozšíření prozkoumávané oblasti možných řešení s cílem dosažení globálního minima kritériální funkce [14, 15, 19, 20].

Stejně jako u předchozí generace, jsou i jedinci nové generace ohodnoceni (je jim přiřazena hodnota fitness). Následně opět dochází k vyhodnocení kritérií možného ukončení algoritmu. Dokud není dosaženo některého z ukončovacích kritérií, dochází ad infinitum ke vzniku stále nových generací [14, 15, 19, 20].

Tab. 1 zahrnuje specifikace genetického algoritmu, použité při řešení našeho minimalizačního problému.

Optimální hodnoty materiálových konstant rov. (3), získané výše uvedeným GA přístupem, jsou pro sledovanou ocel C45 uvedeny zaokrouhleně v tab. 2. Řešení GA pro optimalizaci parametrů při stanovení PDO bylo

realizováno s použitím softwaru GNU Octave-4.2.1 [21] s nadstavbovým nástrojem GA Package [22].

Tab. 1 Specifikace genetického algoritmu

Tab. 1 Genetic algorithm specifications

Parametr GA	Nastavení
Kritériální funkce	sřední kvadratická odchylka
Maximální počet generací	400
Velikost populace	50
Počet genů jedince	4
Počet elitních jedinců	2
Podíl populace pro křížení	0,8

Tab. 2 Materiálové konstanty rov. (3) získané GA přístupem

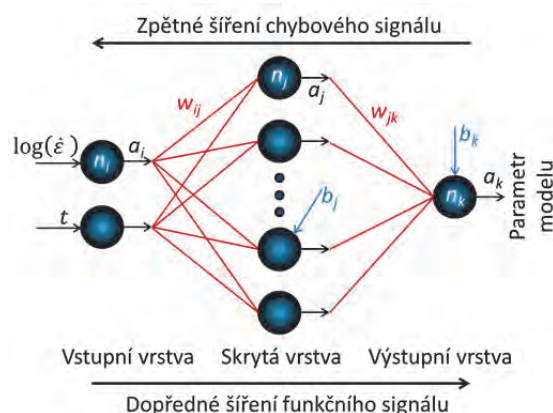
Tab. 2 Material constants of eq. (3) by GA approach

y	p_1 (různé)	p_2 (-)	p_3 (K)	p_4 (K ⁻¹)
ε_p	8,8	0,6	582	$2,4 \cdot 10^{-3}$
σ_p	$11,8 \cdot 10^3$	0,5	429	$3,7 \cdot 10^{-3}$
σ_{ss}	$14,2 \cdot 10^3$	0,5	449	$3,9 \cdot 10^{-3}$
c	$2,2 \cdot 10^{-2}$	-0,2	83	$-2,0 \cdot 10^{-3}$
s	0,5	$-2,3 \cdot 10^{-2}$	-219	$-1,7 \cdot 10^{-3}$

2.4 Popis parametrů modelů PDO s nasazením umělých neuronových sítí

Obdobně, jako výše diskutované genetické algoritmy se i umělé neuronové sítě (UNS) řadí mezi matematické přístupy inspirované biologií, konkrétně procesy zpracovávání informací v neuronové síti lidského mozku, jak je popsal H. Spencer (1872) [23]. Matematický model biologického neuronu byl prvně formulován W. S. McCullochem a W. H. Pittsem (1943) [24].

Pro potřeby popisu výše diskutovaných parametrů modelů PDO (v závislosti na teplotě a deformační rychlosti) byla využita tzv. vícevrstvá dopředná umělá perceptronová síť se zpětným šířením chybového signálu [7]; perceptron je zobecněný model neuronu navržený F. Rosenblattem (1958) [25].



Obr. 3 Schématické znázornění architektury třívrstvé dopředné umělé neuronové sítě [26]

Fig. 3 Schematic illustration of the three-layer feed-forward artificial neural network architecture [26]

Obecná architektura (topologie) UNS byla pro řešení dané problematiky (tj. pro parametry modelů PDO oceli C45) navržena již v [26]. Schematicky je zachycena na obr. 3. Vstupní vektory nezávisle proměnných (tj. teploty a deformační rychlosti) jsou propojeny s vektorem závisle proměnné (tj. popisovaným parametrem modelu PDO) skrze sadu umělých neuronů uspořádaných do tří vrstev. Neurony jsou mezi jednotlivými vrstvami propojeny pomocí tzv. synaptických vah (w_{ij} , w_{jk}).

Popis, potažmo predikci sledovaného parametru modelu PDO lze v případě navržené UNS (obr. 3) matematicky vyjádřit následujícími vztahy (označováno jako dopředné šíření funkčního signálu) [27]:

$$a_i = n_i, \quad (5)$$

$$n_j = \sum_{i=1}^I (w_{ij} \cdot a_i) + b_j, \quad (6)$$

$$a_j = \varphi(n_j), \quad (7)$$

$$n_k = \sum_{j=1}^J (w_{jk} \cdot a_j) + b_k, \quad (8)$$

$$a_k = \psi(n_k). \quad (9)$$

Každá vrstva obsahuje specifický počet neuronů: vstupní vrstva $i = \{1, I\}$, skrytá vrstva $j = \{1, J\}$ a výstupní vrstva $k = \{1, K\}$. Hodnota $I = 2$ (odpovídá počtu vstupních vektorů). Hodnota $K = 1$ (odpovídá počtu výstupních vektorů). Hodnota J je určována ad hoc v závislosti na povaze popisovaných dat. Konstanty w_{ij} a w_{jk} reprezentují synaptické váhy spojující i -tý neuron vstupní vrstvy s j -tým neuronem skryté vrstvy a j -tý neuron skryté vrstvy s k -tým neuronem vrstvy výstupní. Konstanty b_j a b_k představují prahové hodnoty j -tého neuronu skryté vrstvy a k -tého neuronu vrstvy výstupní. Proměnné n_i , n_j a n_k reprezentují vektory vnitřního potenciálu (vážené sumy) i -tého neuronu vstupní vrstvy, j -tého neuronu skryté vrstvy a k -tého neuronu výstupní vrstvy. Proměnné a_i , a_j , a_k představují výstupní vektory z i -tého, j -tého a k -tého neuronu vstupní, skryté a výstupní vrstvy, které jsou získávány aktivací vnitřních potenciálů jednotlivých neuronů na základě aktivačních (přenosových) funkcí (φ pro skrytou vrstvu a ψ pro vrstvu výstupní) [27].

Navrženou neuronovou síť je potřeba tzv. adaptovat [28], tj. určit optimální hodnoty synaptických vah a prahů (w_{ij} , w_{jk} , b_j a b_k) tak, aby síť vracela hodnoty sledovaného parametru s co nejmenší odchylkou od experimentálních dat. To se nazývá také jako proces učení. Adaptace spočívá v minimalizaci kritériální funkce vyjádřené střední kvadratickou odchylkou δ [18]:

$$\min_{w,b} \delta = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (r_i)^2. \quad (10)$$

V rov. (10), r_i udává i -tou hodnotu vektoru residuí na výstupu neuronové sítě. Minimalizace odchylky δ v rov. (10) byla provedena s využitím gradientního algoritmu navrženého K. Levenbergem [29], modifikovaného D. W. Marquardtem (metoda LM) [30], jejichž závěry shrnuje také [6]. Vzhledem ke složité

matematické struktuře vícevrstvé neuronové sítě byl aplikovaný algoritmus minimalizace kombinován s tzv. zpětným šířením chybového signálu (metoda Back-Propagation BP) [31, 32]. Tento způsob umožňuje výpočet vektoru residuí na neuronech skryté vrstvy (nutné pro adaptaci vah w_{ij} a prahů b_j). Určitou alternativu procesu učení UNS představuje i výše diskutovaná minimalizace metodou GA; metoda BP s LM algoritmem je však běžnější [7, 8, 27].

Proces adaptace UNS vyžaduje rozdělení datového souboru na tři množiny: trénovací (vzory pro učení), validační (ověření odezvy sítě během učení) a testovací (ověření predikční kapacity sítě) [33]. Trénovací množina obsahuje 12 kombinací teplot a deformačních rychlostí (tj. 60 % datových bodů): 1553 K (0,1; 100 s⁻¹); 1473 K (1; 10; 100 s⁻¹); 1373 K (0,1; 10 s⁻¹); 1273 K (1; 10 s⁻¹); 1173 K (0,1; 1; 100 s⁻¹). Validační množina obsahuje 4 kombinace (tj. 20 % datových bodů): 1553 K (1 s⁻¹); 1373 K (100 s⁻¹); 1273 K (0,1 s⁻¹); 1173 K (10 s⁻¹). Testovací množina obsahuje 4 kombinace (tj. 20 % datových bodů): 1553 K (10 s⁻¹); 1473 K (0,1 s⁻¹); 1373 K (1 s⁻¹); 1273 K (100 s⁻¹) [26].

Vektory vstupních proměnných (tj. teploty a logaritmu deformační rychlosti) vykazují rozdílnou distribuci dat a rozměry. Tento fakt snižuje rychlost konvergence a přesnost predikce. Z tohoto důvodu byly tyto vstupní vektory normalizovány, jak o tom detailně pojednává [26].

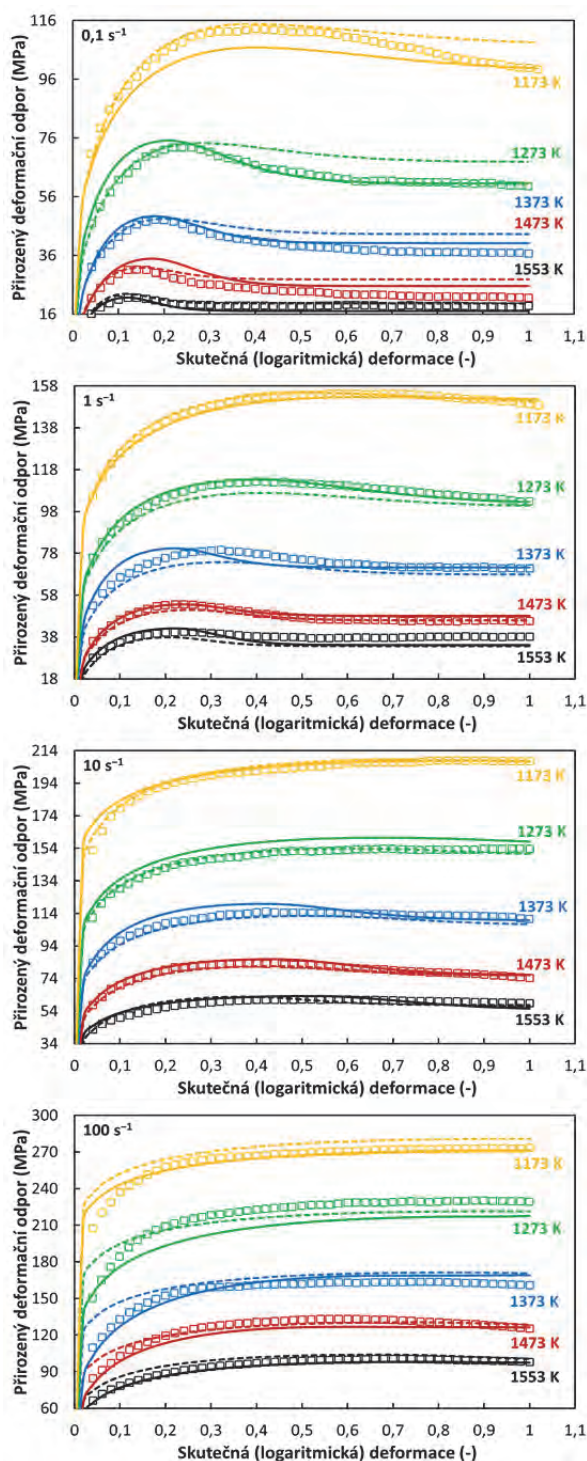
Optimální počet neuronů ve skryté vrstvě je určen na základě výsledků, které jsou vráceny různými architekturami UNS. Optimální počet skrytých neuronů UNS, stanovený pro jednotlivé parametry modelů PDO, je následující: ε_p (5), σ_p (3), σ_{ss} (3), c (8), s (6) [26]. Obecné parametry využití architektury UNS shrnuje tab. 3. Sestavení a adaptace výše uvedených UNS bylo provedeno v softwaru GNU Octave-4.2.1 [21] s využitím balíčku nástrojů Neural Network Package [34].

Tab. 3 Specifikace architektury aplikovaných neuronových sítí [26]
Tab. 3 Architecture specifications of the applied neural networks [26]

Parametr UNS	Nastavení
Typ UNS	vícevrstvá
Šíření funkčního signálu	dopředné
Typ učení (trénování) sítě	s učitelem
Metoda trénování	zpětná propagace chybového signálu
Kritériální funkce	střední kvadratická odchylka
Algoritmus minimalizace kritériální funkce	Levenberg-Marquardt
Přenosová funkce φ	hyperbolický tangens
Přenosová funkce ψ	lineární

3. Výsledky a diskuse

Hodnoty parametrů ε_p , σ_p , σ_{ss} , c , s stanovené metodami GA a UNS byly dosazeny do modelů PDO vyjádřených v rov. (1) a (2). Výsledné závislosti jsou graficky prezentovány na obr. 4.



Obr. 4 Experimentální a predikované napět'ové křivky oceli C45; čtverečky – experiment, plné křivky – umělé neuronové sítě, přerušované křivky – genetické algoritmy

Fig. 4 Experimental and predicted flow curves of the C45 steel; squares – experiment, full lines – artificial neural networks, dashed lines – genetic algorithms

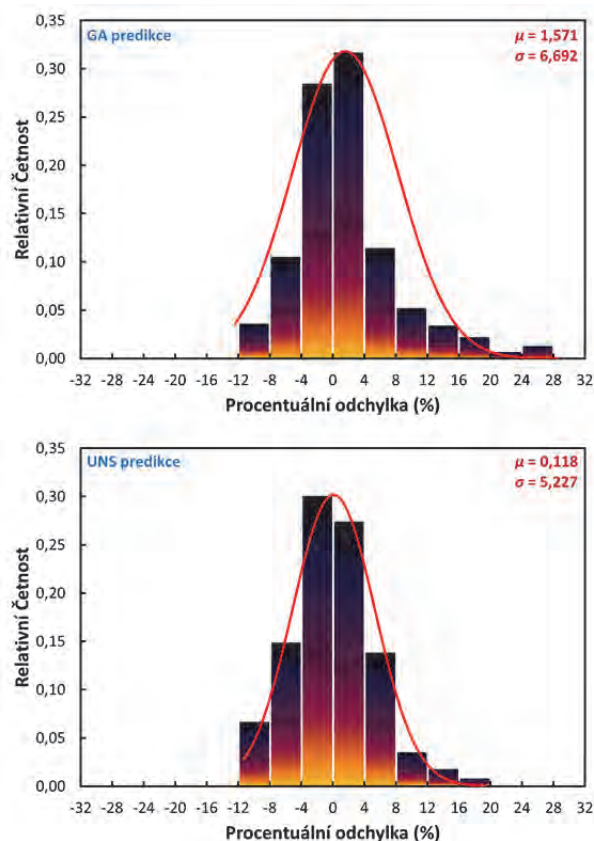
Porovnání výsledků získaných využitím obou metod ukazuje na jejich vysokou přesnost v popisu závislosti PDO oceli C45 na zvolených termomechanických parametrech deformace. U GA metody nicméně lze v porovnání s metodou UNS pozorovat určité nepřesnosti. Je to především o nadhodnocování velikosti PDO

v počáteční fázi napět'ových křivek u deformační rychlosti 100 s^{-1} .

Za účelem kvantifikace získaných výsledků bylo další hodnocení provedeno statisticky na základě relativní procentuální odchylky η (%) [8]:

$$\eta_i = \frac{y(x_i) - y_i}{y_i} \cdot 100. \quad (11)$$

Proměnná y_i (MPa) reprezentuje i -tou hodnotu vektoru experimentálně stanoveného přirozeného deformačního odporu, $y(x_i)$ odpovídá i -té hodnotě vektoru predikovaného. Proměnná η_i (%) odpovídá příslušné i -té hodnotě relativní procentuální odchylky. Distribuce η -odchylky je graficky zachycena na obr. 5. Výšky sloupců prezentovaných histogramů zde odpovídají relativní četnosti výskytu η -odchylky.



Obr. 5 Distribuce η -odchylky přirozeného deformačního odporu oceli C45

Fig. 5 Distribution of the η -value of the natural flow stress of the C45 steel

Z tohoto statistického srovnání je patrné, že η -odchylka stanovená pro metodu GA se pohybuje v širším intervalu (–12 % až 28 %), než odchylka pro UNS (–12 % až 20 %). Za účelem podrobnější analýzy byly dále pro η -odchylku stanoveny dva indikátory, a to její střední hodnota μ (%) a směrodatná odchylka σ (%) [35]:

$$\mu = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n \eta_i, \quad (12)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (\eta_i - \mu)^2} \quad (13)$$

Oba indikátory jsou uvedeny na obr. 5. Vyšší přesnost popisu je dána hodnotou μ pohybující se blíže k nule a nižší hodnotou σ . Hodnota μ pro UNS je k nule blíže než u metody využívající GA. Také směrodatná odchylka σ je u UNS nižší než u metody GA. Porovnání středních hodnot a směrodatných odchylek u obou metod potvrzuje vyšší přesnost popisu metodou založenou na UNS. Důvodem vyšší přesnosti u metody využívající UNS je patrně její univerzální matematická struktura. Genetické algoritmy představují dosti robustní metodu pro stanovování optimálních hodnot konstant v prakticky jakémkoli funkčním předpisu. Určité omezení však představuje onen samotný funkční předpis. Jeho matematická struktura je pevně předepsána. Mění se pouze hodnoty konstant, jak se to provádí podle rov. (3) popisující parametry modelů pro PDO. Tento matematický vztah a jemu podobné pak nemusí vždy umožňovat správný popis ani při sebelepším stanovení příslušných konstant. Naproti tomu umělé neuronové sítě jsou charakteristické svou univerzální matematickou strukturou, jak je patrné z obr. 3 a rov. (5) až (9). Libovolně lze tedy měnit počet neuronů skryté vrstvy, popřípadě počet skrytých vrstev. Pro řešení každého problému by tedy mělo být možné nalézt vhodnou architekturu sítě, která v kombinaci s optimálními hodnotami synaptických vah a prahů (tj. po adaptaci) bude vracet velmi přesné výsledky.

Závěry

Předložená práce se zabývá možnostmi nasazení inteligentních algoritmů pro účely nalezení optimálních hodnot parametrů (pomocných proměnných) v modelech popisujících přirozený deformační odpor za tepla (PDO). Diskutovány jsou dva přístupy – přístup založený na genetických algoritmech a přístup využívající vícevrstvé dopředné umělé neuronové sítě se zpětným šířením chybového signálu. Výzkum byl realizován na sadě dvaceti napěťových křivek oceli C45, experimentálně sestavených na základě jednoosých zkoušek tlakem v intervalu teplot deformace 1173 až 1553 K a intervalu deformačních rychlostí 0,1 až 100 s⁻¹. Skutečné deformace dosahovaly hodnoty 1,0. Tyto křivky byly matematicky popsány dvěma modely PDO, které společně umožňují popis v širokém rozsahu deformací. Oba modely čítají dohromady pět parametrů, závislých na teplotě deformace a deformační rychlosti. Těmito parametry byly souřadnice napěťového píku, napětí na ustáleném plastickém toku a exponent zpevnění a odpevnění. Experimentální hodnoty těchto parametrů byly popsány s pomocí obou výše uvedených přístupů a následně dosazeny do modelů PDO. Predikované a experimentální hodnoty PDO byly porovnány graficky i statisticky. Výsledky ukázaly dobrou přesnost obou dvou přístupů. Vyšší přesnosti predikce dosahuje metoda založená na umělých neuronových sítích.

Poděkování

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

Literatura

- [1] EBRAHIMI, R., SOLHJOO, S. Characteristic Points of Stress-Strain Curve at High Temperature. *International Journal of ISSI*, 4 (2007) 1-2, 24-27.
- [2] GRONOSTAJSKI, Z. The Constitutive Equations for FEM Analysis. *Journal of Materials Processing Technology*, 106 (2000) 1-3, 40-44. Dostupné z doi:10.1016/S0924-0136(00)00635-X
- [3] SHAFAT, M. A., OMIDVAR, H., FALLAH, B. Prediction of Hot Compression Flow Curves of Ti-6Al-4V Alloy in $\alpha + \beta$ Phase Region. *Materials & Design*, 32 (2011) 10, 4689-4695. Dostupné z doi:10.1016/j.matdes.2011.06.048
- [4] SCHINDLER, I., BOŘUTA, J. *Utilization Potentialities of the Torsion Plastometer*. Žory: OLDPRINT, 1998, 140 s. ISBN 83-910722-0-7.
- [5] LI, H. Y. et al. Constitutive Modeling for Hot Deformation Behavior of T24 Ferritic Steel. *Computational Materials Science*, 53 (2012) 1, 425-430. Dostupné z doi: 10.1016/j.commatsci.2011.08.031
- [6] ROWEIS, Sam. Levenberg-Marquardt Optimization [online]. [vid. 2018-02-07]. Dostupné z: <https://cs.nyu.edu/~roweis/notes/lm.pdf>
- [7] WU, Si-Wei et al. The Improvement on Constitutive Modeling of Nb-Ti Micro Alloyed Steel by Using Intelligent Algorithms. *Materials & Design*, 116 (2017), 676-685. Dostupné z doi: 10.1016/j.matdes.2016.12.058
- [8] QUAN, G. Z. et al. Modeling the Hot Deformation Behaviors of As-Extruded 7075 Aluminum Alloy by an Artificial Neural Network with Back-Propagation Algorithm. *High Temperature Materials and Processes*, 36 (2017) 1, 1-13. Dostupné z doi: 10.1515/htmp-2015-0108
- [9] FU, R. Q., T. W. XU and Z. X. PAN Modeling of the Adsorption of Bovine Serum Albumin on Porous Polyethylene Membrane by Back-Propagation Artificial Neural Network. *Journal of Membrane Science*, 251 (2005) 1-2, 137-144. Dostupné z doi: 10.1016/j.memsci.2004.11.007
- [10] OPĚLA, P. et al. Hot Flow Stress Models of the Steel C45. *Metallurgija*, 54 (2015) 3, 469-472. ISSN 0543-5846.
- [11] SZTIWERTNIA, K. (ed.). *Recrystallization* [online]. Rijeka: InTech, 2012 [vid. 2018-04-27]. Chapter 9, Mathematical Modeling of Single Peak Dynamic Recrystallization Flow Stress Curves in Metallic Alloys. ISBN: 978-953-51-0122-2. Dostupné z: <https://www.intechopen.com/books/recrystallization/mathematical-modeling-of-single-peak-dynamic-recrystallization-flow-stress-curves-in-metallic-alloys>
- [12] CINGARA, A., McQUEEN, H. J. New Formula for Calculating Flow Curves from High Temperature Constitutive Data for 300 Austenitic Steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 36 (1992) 1, 31-42. Dostupné z doi:10.1016/0924-0136(92)90236-L
- [13] OPĚLA, P. et al. New Model Predicting Flow Curves in Wide Range of Thermomechanical Conditions of 38MnVS6 Steel. In *Metal 2016: 25th Anniversary International Conference on Metallurgy and Materials: Conference Proceedings*, Brno, 25.5.-27.5.2016. Ostrava: Tanger Ltd, 2017, s. 458-463. ISBN 978-80-87294-67-3.
- [14] MITCHELL, M. *An Introduction to Genetic Algorithms*. Cambridge: The MIT Press, 1998, 158 s. ISBN 0-262-13316-4.
- [15] HAUPT, R. L., HAUPT, S. E. *Practical Genetic Algorithms*. 2nd edition. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2004, 253 s. ISBN 0-471-45565-2.
- [16] DARWIN, CH. *On the Origin of Species by Means of Natural Selection, or the Preservation of Favoured Races in the Struggle for Life*. London: John Murray, Albemarle Street, 1859, 502 s.

- [17] HOLLAND, J. H. *Adaptation in Natural and Artificial Systems*. Michigan: University of Michigan Press, 1975, 183 s. ISBN 0472084607.
- [18] GAUSS, C. F. *Theoria Combinationis Observationum Erroribus Minimis Obnoxiae*. Göttingen: apud Henricum Dieterich, 1823, 58 s. Dostupné z: <https://ia801407.us.archive.org/4/items/theoriacombinat00gausgoog/theoriacombinat00gausgoog.pdf>
- [19] WHITLEY, D. A Genetic Algorithm Tutorial. *Statistics and Computing*, 4 (1994) 2, 65-85. ISSN 0960-3174. Dostupné z doi: 10.1007/BF00175354
- [20] MICHALEWICZ, Z. *Genetic Algorithms + Data Structures = Evolution Programs*. 3rd edition. New York: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1996. ISBN 3-540-60676-9.
- [21] GNU Octave [online]. [vid. 2018-07-26]. Dostupné z: <https://www.gnu.org/software/octave/>
- [22] GA [online]. Octave-Forge – Extra Packages for GNU Octave [vid. 2018-07-26]. Dostupné z: <https://octave.sourceforge.io/ga/index.html>
- [23] SPENCER, H. *The Principles of Psychology*. London: Williams and Norgate, 1872.
- [24] McCULLOCH, W. S., PITTS, W. H. A Logical Calculus of Ideas Immanent in Nervous Activity. *The bulletin of mathematical biophysics*, 5 (1943) 4, 115-133. ISSN 0007-4985. Dostupné z doi: 10.1007/BF02478259
- [25] ROSENBLATT, F. The Perceptron: A Probabilistic Model for Information Storage and Organization in the Brain. *Psychological Review*. 65 (1958) 6, 386-408. Dostupné z doi: 10.1037/h0042519
- [26] OPĚLA, P. et al. Popis napěťových křivek při tváření za tepla s využitím prediktivních modelů a umělých neuronových sítí. *Kovárnost*, 64 (2018), 8-13. ISSN 1213-9289.
- [27] LV, J., REN, H., GAO, K. Artificial Neural Network-based Constitutive Relationship of Inconel 718 Superalloy Construction and its Application in Accuracy Improvement of Numerical Simulation. *Applied Sciences*, 7 (2017) 2. ISSN 2076-3417. Dostupné z doi: 10.3390/app7020124
- [28] Principles of Training Multi-Layer Neural Network Using Back propagation [online]. [vid. 2018-07-27]. Dostupné z: http://home.agh.edu.pl/~vlsi/AI/backp_t_en/backprop.html
- [29] LEVENBERG, K. A Method for the Solution of Certain Non-Linear Problems in Least Squares. *Quarterly of Applied Mathematics*, 2 (1944) 2, 164-168. ISSN 1552-4485. Dostupné z doi: 10.1090/qam/10666
- [30] MARQUARDT, D. W. An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters. *Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics*, 11 (1963) 2, 431-441. ISSN 2168-3484. Dostupné z doi: 10.1137/0111030
- [31] RUMELHART, D. E. et al. *Parallel Distributed Processing: Explorations in the Microstructure of Cognition*. vol. 1: *Foundations*. Cambridge: The MIT Press, 1986. ISBN 9780262181204.
- [32] McCLELLAND, J. L. et al. *Parallel Distributed Processing: Explorations in the Microstructure of Cognition* vol. 2: *Psychological and Biological Models*. Cambridge: The MIT Press, 1986. ISBN 9780262181235.
- [33] SCHMID, M. D. A Neural Network Package for Octave – User's Guide – Version: 0.1.9.1 [online]. 2009. [vid. 2017-10-04]. Dostupné z: https://mafiadoc.com/a-neural-network-package-for-octave-user39s-guide-version-0191_59b4e5641723ddcc6daf493.html
- [34] Octave's Neural Network Package [online]. Source Forge [vid. 2018-07-30]. Dostupné z: <https://sourceforge.net/projects/octnnetb/>
- [35] Mean, Mode, Median, and Standard Deviation [online]. [vid. 2018-07-30]. Dostupné z: <http://www.ltconline.net/green/courses/201/descstat/mean.htm>

ArcelorMittal Tubular Products Ostrava má na svařovně trub nové svařovací zdroje

Firemní měsíčník AMO – říjen 2018, str. 11

Investice za více než 5 mil. CZK byla realizována v srpnu 2018 na svařovacím agregátu číslo jedna svařovny trub z důvodu zvyšujících se nároků na kvalitu dodávaných trubek. Svařovna trub vyrábí trubky v rozsahu průměrů 323,9 mm až 1020 mm s tloušťkou stěny 5,0 mm až 14,6 mm.

Jednalo se o výměnu svařovacích zdrojů pro svařování spirálových trubek pod tavidlem. Dodavatelem svařovacích zdrojů byla americká firma LINCOLN ELECTRIC, jejíž moderní invertorové zdroje plně využívají technické možnosti současné doby. Mají rychlou reakci oblouku, velmi stabilní hoření oblouku a umožňují operátorovi jednoduché řízení procesu v reálném čase.

Celkem byly instalovány čtyři svařovací zdroje. Dva zdroje jsou určeny pro vnitřní svar a další dva pro vnější svar. Jednotlivé páry jsou vzájemně propojeny, přičemž může svařovat buď jeden zdroj, nebo oba současně v tandemovém uspořádání.

Celkový elektrický příkon všech čtyř zdrojů je 208 kW a maximální výstupní proud jednoho zdroje je 1000 A.

Investice vedla ke zvýšení rychlosti svařování o 25 % při současném zajištění větší stability oblouku a na svařovacím agregátu číslo jedna tak vzrostla produktivita. U rozměru trub 1016 × 14,6 mm došlo na jedné směně k nárůstu výroby z 45 t na 53 t, tj. o 8 t.

Studium vlivu deformace a vysokoteplotní austenitizace na transformační kinetiku oceli P620Q

Study of Effect of Deformation and High-temperature Austenitization on the Transformation Kinetics of P620Q steel

Ing. Vojtěch Ševčák¹; Marek Benč¹; Ing. Rostislav Kawulok, Ph.D.¹; Ing. Petr Kawulok, Ph.D.¹; prof. Ing. Ivo Schindler, CSc.¹; Ing. Petr Opěla, Ph.D.¹; Ing. Petra Turoňová, Ph.D.²

¹ VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Česká republika

² TRINECKÉ ŽELEZÁRNY a.s., Průmyslová 1000, 739 61 Třinec-Staré Město, Česká republika

Tento článek se zabývá srovnáním diagramů anizotermického rozpadu austenitu oceli P620Q. Jednalo se o ARA diagramy bez předchozí deformace (CCT) a s předchozí deformací (DCCT). Diagram s předchozí deformací byl vytvořen pro dvě austenitizační teploty (900 a 1280 °C). Pro ověření dilatometrických měření byly provedeny také metalografické analýzy a testy tvrdosti HV30. Porovnáním získaných CCT a DCCT diagramů, byl potvrzen akcelerující účinek deformace na feritickou a perlitickou přeměnu. Oproti tomu byla přeměna austenitu na bainit a martenzit předchozí deformací zbrzděna, respektive posunuta k nižším teplotám. V případě srovnání DCCT diagramů s různými teplotními podmínkami austenitizace (900 a 1280 °C) byl zjištěn zjevný účinek vyšší teploty austenitizace, a tedy i vyšší velikosti austenitického zrna, což vedlo k výraznému poklesu teplot všech přeměn austenitu s výjimkou martenzitu.

Klíčová slova: ocel P620Q; válcování bezešvých trub; ARA – (D)CCT diagram; mikrostruktura

This paper deals with the comparison of continuous cooling transformation diagrams of P620Q steel – intended for production of seamless tubes for pressure purposes. Diagrams without previous deformation (CCT) and with this deformation (DCCT) were compared. The DCCT-type of the diagram was created for two austenitization temperatures – 900°C and 1280°C. Measurement and analysis of cooling curves were realized in the range of 0.2 – 200°C·s⁻¹ (in the case of CCT) and of 0.2 (0.5) – 35°C·s⁻¹ (in the case of DCCT). Dilatometric tests were performed on the universal plastometer Gleeble 3800 with a high-sensitive optic dilatometer. Metallographic analyses and hardness tests (HV30) were performed to confirm dilatometric measurements. Based on the comparison of the obtained CCT and DCCT diagrams, the accelerating effect of deformation on the ferritic and pearlitic transformations was confirmed. Nevertheless, the influence of the prior deformation had an opposite effect in the case of the bainite and martensite transformations – these were also shifted toward lower temperatures. In the case of comparison of DCCT diagrams of different austenitization conditions (900 and 1280°C); apparent effect of the higher austenitization temperature and thus higher austenitic grain size was observed – which lead to a significant decrease of temperatures of all the austenite transformations.

Key words: P620Q steel; seamless tubes rolling; (D)CCT diagram; microstructure

Důležitou součástí tváření je optimalizace mechanických vlastností. Při jejich optimalizaci hraje významnou roli historie tváření materiálu, ale také parametry ochlazování. Správným nastavením parametrů je možno ovlivňovat uzdravovací děje, fázové transformace i velikosti zrn [1 – 4]. Pro zjištění změn vlastností při řízeném ochlazování je vhodné provést sérii laboratorních testů. Pro tyto testy je ideální simulátor Gleeble 3800 [5], který umožňuje provádět dilatometrické testy pro vytvoření anizo-termických rozpadových diagramů austenitu (ARA, respektive CCT – Continuous Cooling Transformation). Při dilatometrických testech je možno zahrnout do diagramu vliv předchozí deformace (diagram DCCT – Deformation Continuous Cooling Transformation). Bylo ověřeno, že tento účinek je

dosti komplikovaný a projevuje se odlišně v případě ovlivnění kinetiky různých fázových transformací kumulací zpevnění, nebo zjemňováním výchozího zrna statickou rekrytalizací [6, 7].

Tento článek se zabývá vlivem deformace a austenitizační teploty na transformační kinetiku oceli P620Q, která byla vyjádřena pomocí konstrukce transformačních diagramů typu CCT (900 °C) a DCCT (900 °C a 1280 °C). Zkoumaný materiál (s jiným označením také 1.8876 a EN 10 216-3:2014) je podeutektoidní legovaná, vysoce jakostní jemnozrná ocel určená k výrobě bezešvých trubek a tlakových lahví [8, 9]. Normu chemického složení zkoumané oceli P620Q podle EN 10 216-3 udává tab. 1.

Tab. 1 Chemické složení oceli P620Q podle normy EN 10 216-3 [8]

Tab. 1 Chemical composition of P620Q steel according to norm EN 10 216-3 [8]

C	Si	Mn	Ni	P	S	Cr	Mo	V	N	Nb	Ti	Al	Cu	-
max 0,2	max 0,6	1-1,7	max 0,8	max 0,025	max 0,02	max 0,3	max 0,1	max 0,2	max 0,02	max 0,05	max 0,04	max 0,02	max 0,3	Nb+Ti+V< 0,22

Experimentální práce

Transformační diagramy typu CCT a DCCT byly sestaveny na základě dilatometrických testů, podpořených metalografickými analýzami a měřením tvrdosti. Dilatometrické testy byly prováděny na zařízení plastometru Gleeble 3800 s instalovaným optickým dilatometrickým modulem pro přesné měření dilatace materiálu. Pro účely experimentu byly připraveny válcovité vzorky o rozměrech $\varnothing 6 \times 86$ mm. Výhodou tohoto typu vzorků je možnost aplikace jednoosé tlakové deformace, nicméně limitující je maximální rychlost ochlazování $35^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Pro rychlosti ochlazování do $35^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ je dostačující odvod tepla do čelistí, které vzorek drží uvnitř dilatometrického modulu. Pro vyšší rychlosti ochlazování byly připravené vzorky se speciální tvarovou úpravou, jež mají redukovanou středovou oblast na rozměry $\varnothing 5 \times 5$ mm a duté hlavové části, které slouží pro ochlazování pomocí speciálních vzduchových trysek. Tato úprava vzorku umožňuje dosahovat rychlosti ochlazování až do $200^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Tento typ vzorků však není možné využít pro konstrukci deformačně ovlivněných diagramů typu DCCT, a to z toho důvodu, že tyto vzorky není možné deformovat [5].

Pro konstrukci CCT a DCCT diagramů byly všechny vzorky jednotně austenitizovány při teplotě 900°C , přičemž rychlost ohřevu byla $10^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Následovala 3minutová výdrž na této teplotě, což zaručovalo plně austenitizovanou strukturu vzorků. Po této prodlevě pro případ sestrojení CCT diagramu následovalo ochlazování rychlostmi v rozsahu $0,2$ až $200^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Pro sestrojení DCCT diagramu předcházela ochlazování deformace jednoosým tlakem o velikosti $0,35$ skutečné (logaritmické) deformace a deformační rychlosti 1 s^{-1} . Rychlosti ochlazování byly v tomto případě voleny v rozsahu $0,2$ až $35^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

Pro doplnění a především simulaci reálných podmínek děrování kosým válcováním při výrobě bezešvých trubek byl sestrojen DCCT diagram s austenitizační teplotou 1280°C . Vzorky byly tedy ohřáty na tuto teplotu rychlostí opět $10^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, následovala 5minutová výdrž a poté ochlazení rychlostí $5^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ na teplotu 900°C s krátkou vyrovnávací výdrží 5 s . Po výdrži na teplotě 900°C následovala deformace o stejných parametrech jako v případě (nizkoteplotního) DCCT diagramu a následně byly ochlazovány rychlostmi v rozsahu $0,5 - 35^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

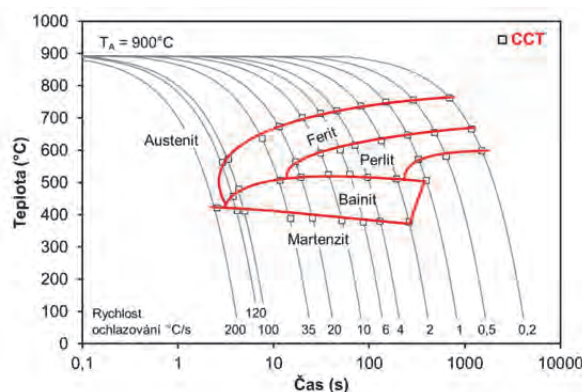
Všechny získané dilatometrické křivky byly analyzovány za pomoci specializovaného CCT softwaru, jenž je součástí dilatometrických modulů na plastometru Gleeble 3800. Na základě takto analyzovaných dilatometrických

křivek byly pomocí tohoto CCT softwaru zkonstruovány i samotné transformační diagramy.

Pro verifikaci výstupů dilatometrických testů byly provedeny metalografické analýzy a měření tvrdosti HV30 vybraných vzorků.

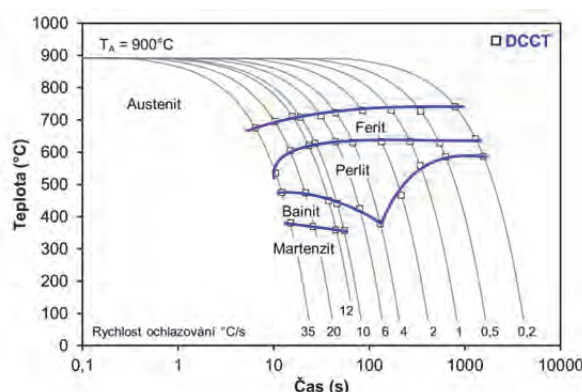
Diskuse výsledků

CCT diagram oceli P620Q sestrojený podle dilatometrických analýz znázorňuje obr. 1. Z tohoto obrázku je zřejmé, že pro dosažení čisté feriticko-perlitické struktury je zapotřebí relativně pomalých ochlazovacích rychlostí (do $1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$).



Obr. 1 CCT diagram oceli P620Q s teplotou austenitizace 900°C

Fig. 1 CCT diagram of steel P620Q with austenitization temperature of 900°C



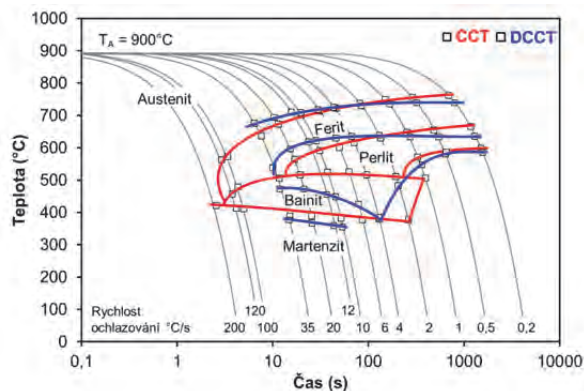
Obr. 2 DCCT diagram oceli P620Q s teplotou austenitizace 900°C

Fig. 2 DCCT diagram of steel P620Q with austenitization temperature of 900°C

Dalším v pořadí sestrojených diagramů pro ocel P620Q byl DCCT diagram, který byl sestrojen po austenitizaci vzorků při teplotě 900°C . Tato varianta DCCT diagramu je uvedena na obr. 2. Tento DCCT diagram však není zcela kompletní, jelikož v oblastech vyšších rychlostí ochlazování (nad $35^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$) nebylo možné provést

dilatometrické testy s vlivem předchozí deformace, a to z důvodu limitní rychlosti ochlazování $35\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$ danou, výše zmíněnou tvarovou úpravou příslušných vzorků.

Srovnání obou typů diagramů (CCT – obr. 1 a DCCT – obr. 2), které byly vytvořeny při shodných podmínkách teplotního režimu, potvrzuje, že došlo k potvrzení teze o akceleraci transformačních přeměn řízených difuzí (ferit a perlit). Toto srovnání je zobrazeno na obr. 3.



Obr. 3 Porovnání diagramů CCT a DCCT se stejnou austenizační teplotou (900 °C)

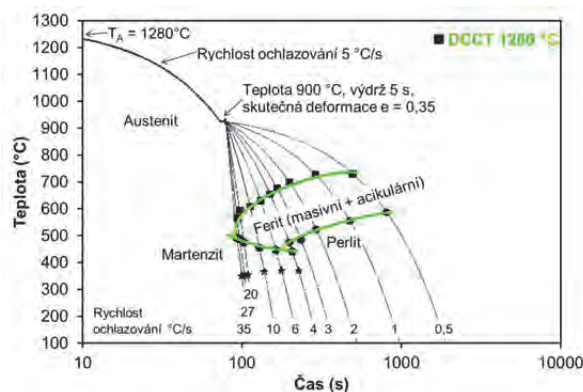
Fig. 3 Comparison of CCT and DCCT diagrams with the same austenitization temperature (900 °C)

Z tohoto grafického porovnání je zcela zřejmý akcelerující efekt na perlitickou přeměnu. Totéž se očekává u přeměny austenitu na perlit, ačkoli DCCT diagram neobsahuje data transformací pro vyšší rychlosti ochlazování než $35\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$. Akcelerující účinek deformace na feritickou transformaci předpovídala již řada předchozích prací [9]. Potvrzují jej i zde prezentované experimentální výsledky, které zjišťují vyšší hodnoty teplotních souřadnic u rozsahu rychlostí ochlazování $4 - 35\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$ této přeměny v případě DCCT diagramu zkoumané oceli. Studium vlivu deformace na bainitickou přeměnu je možné se setkat s oběma možnostmi, čili deformace může jednak vést k akceleraci této přeměny, ale v jiných případech naopak může deformace oddálit bainitickou transformaci, což bude zřejmě platit i pro ocel P620Q. U vlivu deformace na transformaci austenitu na martenzit převládá předpoklad, že předchozí deformací ovlivněný austenit se bude transformovat na martenzit spíše při mírně nižších teplotách, než v případě nedeformovaného austenitu. Tento předpoklad platí i pro ocel P620Q, u které navíc vlivem deformace došlo i k posunu fázové přeměny v čase. Při rychlosti nižší než 10 již tedy nebyl martenzit detekován dilatometricky, ani metalograficky.

Vysokoteplotní (1280 °C) DCCT diagram zkoumané oceli je uveden na obr. 4.

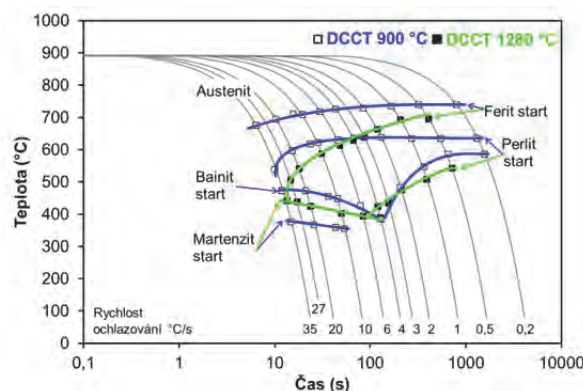
Pro snadnější orientaci v získaném vysokoteplotním DCCT diagramu, a především pro možnost srovnání s DCCT diagramem sestaveným bez vlivu kombinace vysokoteplotního ohřevu, bylo nutné tento diagram na obr. 4 přepracovat na DCCT diagram, který začíná

ochlazováním již po ukončení deformace, a tedy i z teploty 900 °C. Pro sestavení takového diagramu bylo zapotřebí všechny ochlazovací křivky zkrátit přibližně o 81 s. Tato doba znamená čas pro ochlazování z teploty 1280 °C na teplotu 900 °C při rychlosti ochlazování $5\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$ je roven $76\text{ s} + 5\text{ s}$ výdrže na teplotě 900 °C. O stejný čas musely být také zkráceny a přepočteny hodnoty souřadnic jednotlivých fázových přeměn. Výsledný vysokoteplotní DCCT diagram po těchto úpravách včetně srovnání s nízkoteplotním DCCT diagramem je uveden na obr. 5.



Obr. 4 DCCT diagram oceli P620Q po vysokoteplotní austenitizaci (1280 °C)

Fig. 4 DCCT diagram of steel P620Q after high-temperature austenitization (1280 °C)



Obr. 5 Porovnání diagramů DCCT ($T_A = 900\text{ °C}$) a DCCT ($T_A = 1280\text{ °C}$)

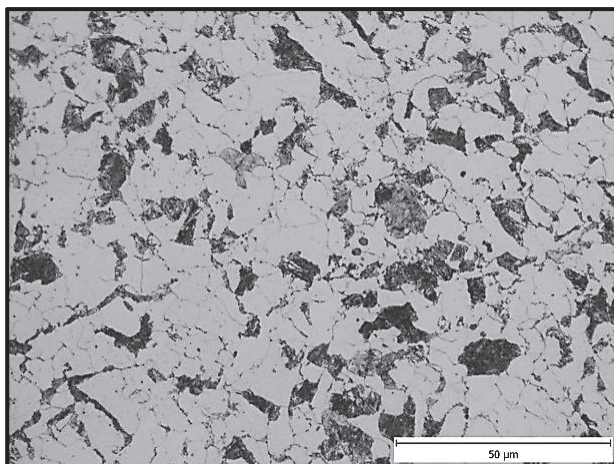
Fig. 5 Comparison of DCCT ($T_A = 900\text{ °C}$) and DCCT ($T_A = 1280\text{ °C}$) diagrams

Srovnání DCCT diagramů s různými teplotními podmínkami austenitizace (900 a 1280 °C) ukázalo na zjevný účinek vyšší teploty austenitizace, a tedy i vyšší velikosti austenitického zrna, který vedl k výraznému poklesu teplot všech přeměn austenitu s výjimkou martenzitu, kdy teplota martenzitu start vzrostla o cca 80 °C. Další zjištěnou zajímavostí byla absence bainitické transformace vlivem vysokoteplotní austenitizace. Způsobuje to masivní austenitické zrna, které potlačuje právě bainitickou přeměnu na úkor tvorby acikulárního feritu, který je oproti masivnímu feritu výrazně tvrdší. V literatuře se proto lze setkat také s označením bainitický (acikulární) ferit [10, 11].

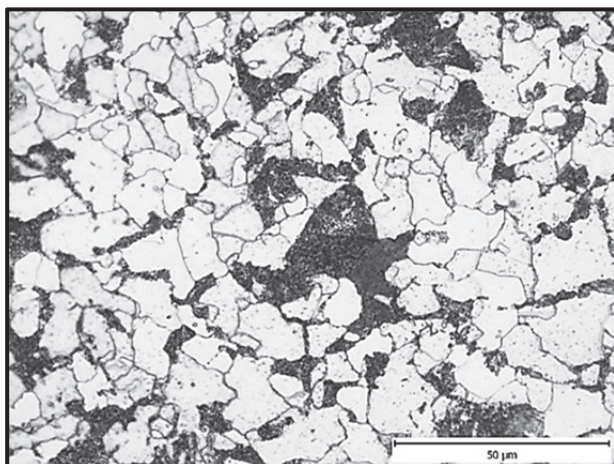
Výsledky dilatometrických testů byly porovnány s metalografickými analýzami, které potvrdily správnost sestavených diagramů. Metalografické analýzy se prováděly na optickém mikroskopu v kombinaci s vyhodnocovacím softwarem QuickPHOTO INDUSTRIAL.

Metalografické analýzy potvrdily, že při nejnižších rychlostech ochlazování ($0,2$ a $0,5\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$) jsou vzorky tvořeny výhradně feritem a perlitem (obr. 6). Vzorky pro sestavení vysokoteplotního DCCT diagramu mají ve struktuře dvojí morfologii feritu, a sice masivní polyedrický ferit a acikulární ferit, jak je patrné z obr. 6c.

Nízkoteplotní austenitizace u vzorku bez deformace (obr. 6a) vytvořila strukturu se 78 % feritu a 22 % perlitu. Předěšlá deformace zvýšila podíl perlitu na 35 % (obr. 6b). Vzorek s deformací a vysokoteplotní austenitizací (obr. 6c) má ještě vyšší podíl perlitu (až 40 %) a ferit se zde vyskytuje v podobě masivní polyedrické strukturní složky, která krysta lizuje především na hranicích původních austenitických zm, a dále také v acikulární formě.



a) CCT ($T_A = 900\text{ °C}$) vzorek ochlazovaný rychlostí $0,2\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$
a) CCT ($T_A = 900\text{ °C}$) sample cooled by cooling rate of $0.2\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$



b) DCCT ($T_A = 900\text{ °C}$) vzorek ochlazovaný rychlostí $0,5\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$
b) DCCT ($T_A = 900\text{ °C}$) sample cooled by cooling rate of $0.5\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$

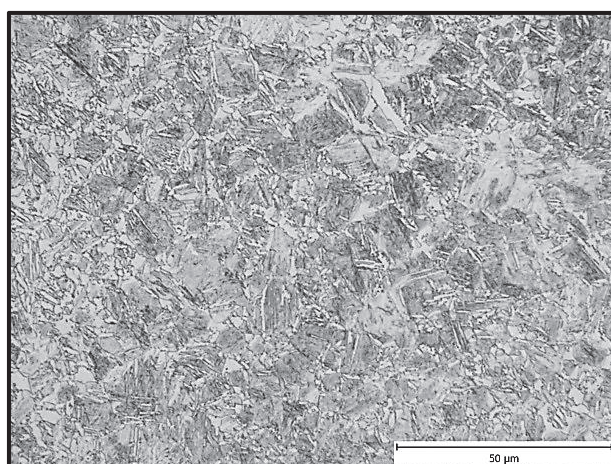


c) DCCT ($T_A = 1280\text{ °C}$) vzorek ochlazovaný rychlostí $0,5\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$
c) DCCT ($T_A = 1280\text{ °C}$) sample cooled by cooling rate of $0.5\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$

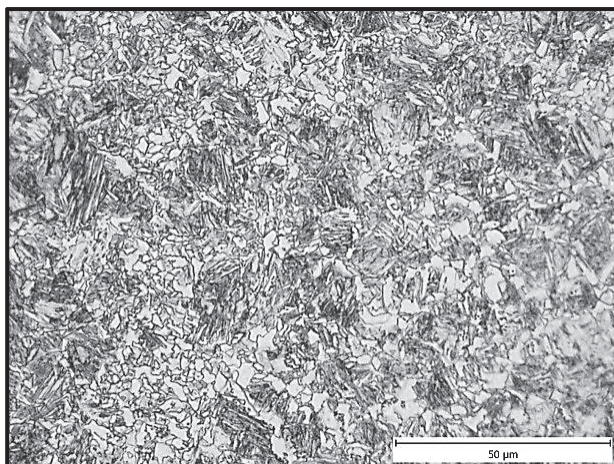
Obr. 6 Příklady mikrostruktury vzorků s velmi pomalými rychlostmi ochlazování

Fig. 6 Examples of microstructure of samples cooled by very slow cooling rates

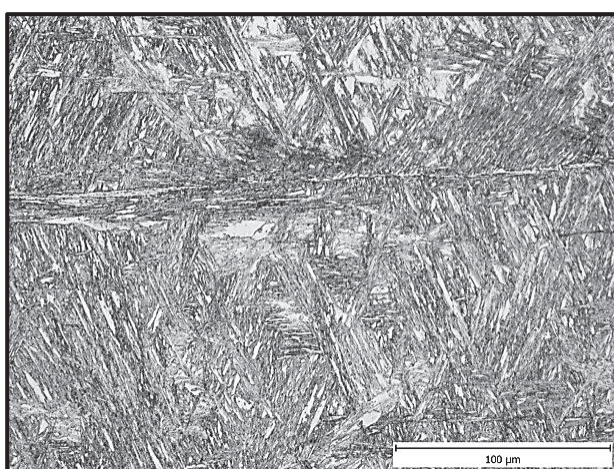
Obr. 7 ukazuje struktury ochlazované rychlostí $35\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$. Struktura nedeformovaného vzorku (obr. 7a) je v tomto případě tvořena směsí základních složek (bainit a martenzit) a minoritního podílu feritu. Vzorek ovlivněný předchozí deformací a vystavený ohřevu pouze na teplotě 900 °C (obr. 7b) má ve struktuře oproti předchozímu případu mírně vyšší podíl feritu a navíc malé množství perlitu. Právě i tyto rozborů signalizují akcelerační účinek deformace na feritickou a perlitickou přeměnu. U vzorku vystaveného vysokoteplotní austenitizaci a následné deformaci (obr. 7c) je struktura po rychlosti ochlazování $35\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$ tvořena výhradně martenzitem s minimálním množstvím feritu (do 2 %), který není možno detekovat dilatometricky. Hranice rozlišitelnosti jednotlivých produktů přeměn pomocí dilatometrie je 5 % podílu dané strukturní složky, takže uvedený podíl feritu ve struktuře se považuje prakticky za zanedbatelný [6].



a) CCT ($T_A = 900\text{ °C}$) vzorek ochlazovaný rychlostí $35\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$
a) CCT ($T_A = 900\text{ °C}$) sample cooled by cooling rate of $35\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$



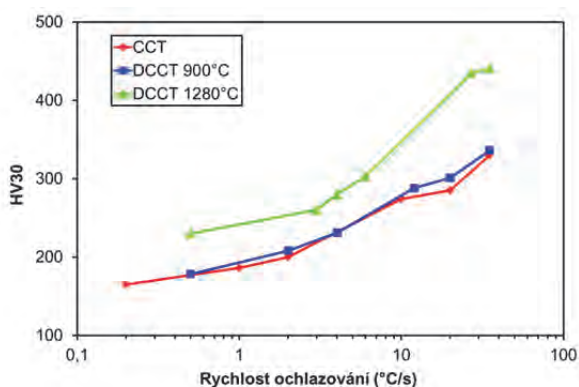
b) DCCT ($T_A = 900\text{ °C}$) vzorek ochlazovaný rychlostí $35\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$
b) DCCT ($T_A = 900\text{ °C}$) sample cooled by cooling rate of $35\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$



c) DCCT ($T_A = 1280\text{ °C}$) vzorek ochlazovaný rychlostí $35\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$
c) DCCT ($T_A = 1280\text{ °C}$) sample cooled by cooling rate of $35\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$

Obr. 7 Příklady mikrostruktury vzorků s velmi pomalými rychlostmi ochlazování

Fig. 7 Examples of microstructure of samples cooled by very slow cooling rates



Obr. 8 Graf výsledků měření tvrdosti

Fig. 8 Diagram of hardness tests results

Tab. 2 a obr. 8 zobrazují výsledky testů tvrdosti, které byly provedeny na vybraných vzorcích. Ze srovnání tvrdostí na obr. 8 je patrné, že vzorky se stejnou

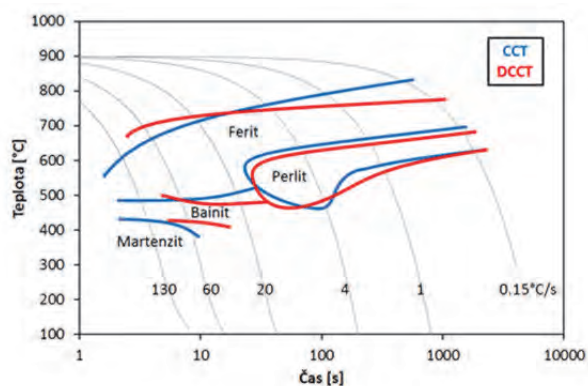
austenitizační teplotou a rychlostí ochlazování mají velice podobné hodnoty. Tyto poznatky jsou ve shodě s metalografickou analýzou. Vzorky s vysokoteplotní austenitizací vykazují znatelné zvýšení tvrdosti. Pravděpodobně to způsobuje výskyt značného množství acikulárního feritu ve struktuře vzorků. Tato morfologie feritu je značně tvrdší než u feritu polyedrického [10, 11].

Tab. 2 Výsledky měření tvrdosti vybraných vzorků

Tab. 2 Results of hardness tests of selected samples

CCT 900 °C		DCCT 900 °C		DCCT 1280 °C	
Rychlost ochlazování ($^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$)	Tvrdost HV30	Rychlost ochlazování ($^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$)	Tvrdost HV30	Rychlost ochlazování ($^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$)	Tvrdost HV30
0,2	165	0,5	178	0,5	230
1	186	2	208	3	260
2	200	4	231	4	280
10	274	12	288	6	303
20	285	20	301	27	435
35	330	35	336	35	441

Pro ověření získaných výsledků tvrdosti byly výsledky dilatometrického testování oceli P620Q srovnány s výsledky oceli X70, která byla testována při shodných podmínkách. Ocel X70 také slouží pro výrobu bezešvých trubek a má normované chemické složení velmi blízké oceli P620Q. Obr. 9 ukazuje porovnání CCT a DCCT diagramu oceli X70. U oceli X70 se oblasti perlitu a feritu chovají podobně jako v případě oceli P620Q, ale bainit a martenzit se posunul obráceně k nižším rychlostem ochlazování. K určení kritických rychlostí pro tvorbu jednotlivých přeměn (nosů přeměn) nastal však u obou zkoumaných ocelí stejný problém, a to limitní rychlosti ochlazování použitých k deformaci určených vzorků [9].

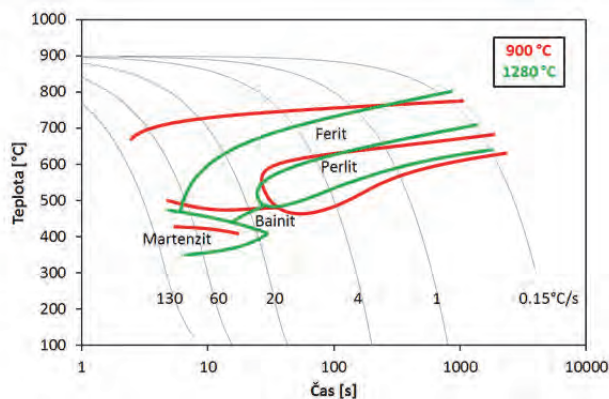


Obr. 9 CCT a DCCT diagram oceli X70 [9]

Fig. 9 CCT and DCCT diagram of steel X70 [9]

Obr. 10 ukazuje DCCT diagramy vytvořené pro ocel X70 za totožných deformačních a austenitizačních podmínek jako u oceli P620Q. Obě dvě tyto oceli vykazují podobný trend pro transformaci austenitu na ferit, příp. perlit, a to tak, že se počátek této transformace posunuje k nižším teplotám vlivem předešlé vysokoteplotní austenitizace. Opačný posun vykazovala teplota pro počátek tvorby

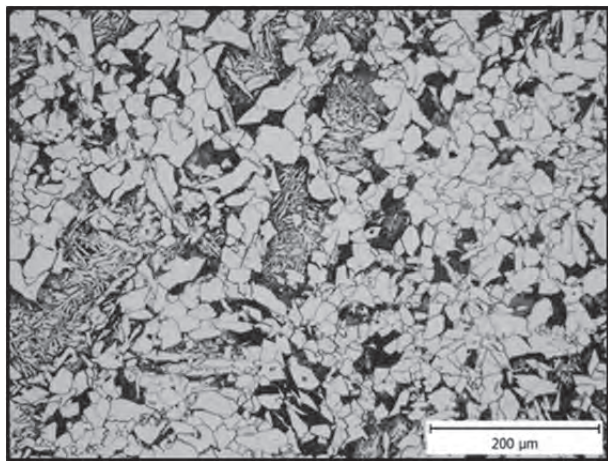
martenzitu M_s , kdy vlivem vyšší teploty austenitizace a potažmo i velikosti austenitického zrna došlo u oceli X70 ke snížení této teploty, zatímco ocel P620Q vykazovala zvýšení teploty počátku vzniku martenzitu. Tyto teplotní jevy jsou patrné z obr. 5 a 10.



Obr. 10 DCCT diagramy oceli X70 s různými teplotami austenitizace [9]

Fig. 10 DCCT diagrams of X70 steel with different austenitizations temperatures [9]

V případě bainitické transformace nebyla tato přeměna potlačena, ačkoli u obou ocelí vzniklo značné množství acikulárního (bainitického) feritu (obr. 11), jehož tvorba je přímo spojena s hrubozrnnou výchozí strukturou, které bylo docíleno záměrným zvýšením austenitizační teploty [10, 11].



Obr. 11 Mikrostruktura vzorku z oceli X70 po vysokoteplotní austenitizaci a následné deformaci s rychlostí ochlazování $0,7\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$ [9]

Fig. 11 The microstructure of samples of steel X70 after high-temperature austenitization and deformation followed by cooling at a cooling rate of $0.7\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$ [9]

Závěr

Byly provedeny dilatometrické testy pro zjištění vlivu deformace a austenitizační teploty na ocel P620Q. Experimenty prokázaly, že při stejné teplotě austenitizace (900 °C) a rozdílné deformaci se struktury téměř neliší, což bylo potvrzeno testy tvrdosti a metalografickou

analýzou. V případě stejné deformace a rozdílné teplotě austenitizace (900 a 1280 °C) byl rozdíl ve strukturách markantnější, a to vlivem různé velikosti výchozího zrna. Především u vyšších rychlostí ochlazování se anizotermické rozpadové diagramy austenitu výrazněji lišily. Nejzásadnějším zjištěním bylo potlačení bainitické přeměny vlivem vysokoteplotní austenitizace. Následkem tohoto jevu lze ve struktuře očekávat nezanedbatelný podíl acikulárního feritu, který zvyšuje hodnoty tvrdosti. Získané výsledky vykazovaly v určitých oblastech podobné trendy jako u oceli X70, která je také používána, stejně jako ocel P620Q, pro výrobu bezešvých trubek.

Poděkování

Práce vznikla při řešení projektu FV10253 „Výzkum a vývoj progresivních mikrolegovaných materiálů pro teplotně řízené válcování a ochlazování s následným zušlechťením bezešvých trub pro použití v oblasti OCTG a strojním průmyslu“ financovaného Ministerstvem průmyslu a obchodu ČR, projektu LO1203 „Regionální materiálové technologické výzkumné centrum – Program udržitelnosti“ financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky, a v rámci projektů studentské grantové soutěže SP2018/105 a SP2018/60 podporovaných na VŠB – TU Ostrava Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.

Literatura

- [1] TRZASKA, J., DOBRZAŃSKI, L. A. Modelling of CCT Diagrams for Engineering and Constructional Steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 192 (2007), 504–510.
- [2] McQUEEN, H. J. Historical Aspects of Thermomechanical Processing for Steels. *Materials Science Forum*, 539-543 (2007) 5, 4397–4404.
- [3] ISASTI, N. et al. Modeling of CCT Diagrams and Ferrite Grain Size Prediction in Low Carbon Nb–Mo Microalloyed Steels. *ISIJ International*, 55 (2015) 9, 1963–1972.
- [4] NÜRNBERGER, F. et al. Microstructure Transformations in Tempering Steels during Continuous Cooling from Hot Forging Temperatures. *Steel Research International*, 81 (2010) 3, 224–233.
- [5] SCHINDLER, I., KAWULOK, P. Aplikaci možnosti plastometru Gleeble 3800 se simulačním modulem Hydrawedge II na VŠB-TU Ostrava. *Hutnické listy*, 66 (2013) 4, 85–90.
- [6] KAWULOK, R. et al. Effect of Deformation on the Continuous Cooling Transformation (CCT) Diagram of Steel 32CRB4. *Metalurgija*, 54 (2015) 3, 473–476.
- [7] KAWULOK, R. et al. Transformation Kinetics of Selected Steel Grades after Plastic Deformation. *Metalurgija*, 55 (2016) 3, 357–360.
- [8] *European Steel and Alloy Grades/Numbers* [online]. SteelNumber. [cit. 10.11.2018]. Available from: http://www.steelnumber.com/en/steel_composition_eu.php?name_id=530
- [9] SCHINDLER, I., KAWULOK, P., SEILLIER, Y., KAWULOK, R., VODÁREK, V., RUSZ, S., OPĚLA, P., TUROŇ, R., JURČA, R. Anizotermické rozpadové diagramy oceli X70 pro výrobu bezešvých trub. *Kovárenství*, 61 (2017), 44–50.
- [10] KRUGLOVA, A. A., ORLOV, V. V. Effect of Hot Plastic Deformation in the Austenite Interval on Structure Formation in Low-alloyed-carbon steels. *Metal science and heat treatment*, 12 (2007) 49, 556–560.
- [11] KAWATA, H., FUJIWARA, K. Effect of Carbon Content on Bainite Transformation Start Temperature in Low Carbon Fe-9Ni-C Alloys. *ISIJ International*, 10 (2017) 51, 1866–1873.

Fyzikální simulace válcování a zušlechťování bezešvých trubek z nízkoaligované Cr-Mo oceli AISI 4130

Physical Simulation of Rolling, Quenching and Tempering of Seamless Tubes Made from Low-Alloy Cr-Mo Steel AISI 4130

prof. Ing. Ivo Schindler, CSc.¹; Ing. Petr Kawulok, Ph.D.¹; Ing. Stanislav Rusz, Ph.D.¹; Ing. Rostislav Kawulok, Ph.D.¹; Ing. Horymír Navrátil¹; Ing. Radek Jurča²; Ing. Rostislav Turoň²

¹ VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Česká republika

² TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY a.s., Průmyslová 1000, 739 61 Třinec, Česká republika

Byl fyzikálně studován vliv dovalcovací teploty (820 – 970 °C) na strukturní a mechanické vlastnosti bezešvých trubek s různou tloušťkou stěny (6,3 – 40 mm), a to ve stavu po tváření i po zušlechťování. V laboratorních podmínkách bylo zjednodušeně napodobováno děrování bloku a prodlužování na poutnické stolici při válcování trubek z nízkoaligované oceli AISI 4130. Interpretace výsledků byla usnadněna sestavením ARA diagramu zkoumané oceli. Tloušťka stěny trubky ovlivňovala celkovou deformaci vzorků i rychlost závěrečného ochlazování. Dovalcovací teplota měla jen nevýrazný vliv na výsledné vlastnosti. Významně nižší tvrdosti bylo dosahováno jen po simulaci výroby trubky s největší tloušťkou stěny. Vliv dovalcovacích teplot na strukturní rozdíly vzorků po simulaci válcování byl eliminován následným kalením z teploty 850 °C a popuštěním při teplotě 680 °C.

Klíčová slova: bezešvé trubky; nízkoaligovaná Cr-Mo ocel; fyzikální simulace válcování; dovalcovací teplota; zušlechťování

Influence of the finish rolling temperature on structural and mechanical properties of the seamless tubes with different wall thickness was studied in the state after forming, as well as after quenching and tempering. In laboratory conditions, piercing of the bloom and elongation in pilger mill was simply imitated in the case of tube rolling from low-alloy steel AISI 4130 with 0.31 % C, 1.04 % Cr and 0.22 % Mo. Interpretation of the results was facilitated by designing the CCT diagram of the investigated steel on the basis of dilatometric tests. Physical simulations were performed in the Hydrowedge II module of Gleeble 3800 simulator. Wall thickness of the tube influenced the total deformation of samples at anisothermal multi-pass plain-strain compression tests, as well as the final cooling rate. Finish rolling temperature changing from 820°C to 970°C had an only insignificant effect on the resulting properties. Markedly lower hardness was obtained only after the simulation of tube production with a wall thickness of 40 mm contrary to the wall thickness of 6.3 and 20 mm. Structural variations of the samples after rolling simulations were more or less removed by the subsequent quenching from a temperature of 850°C and tempering at a temperature of 680 °C. The hardness of the quenched and tempered microstructure similarly depends only slightly on the finish rolling temperature but remains lower in the case of simulation of tubes with a wall thickness of 40 mm. In comparison with the as-rolled state, quenching and tempering yielded in average in the hardness increase of 22 %.

Key words: seamless tubes; low-alloy Cr-Mo steel; physical simulations of rolling; finish rolling temperature; quenching and tempering

Neustále se zvyšující požadavky na mechanické vlastnosti bezešvých trubek při zachování stávajících výrobních technologií spolu s omezenými možnostmi úpravy chemického složení používaných ocelí vedou k výzkumu využitelnosti jejich teplotně řízeného válcování. Podmínky takového válcování jsou obecně známy [1 – 4]. Nelze je však snadno aplikovat na jakémkoliv válcovacím zařízení. Vliv vybraných parametrů řízeného válcování na výslednou strukturu a vlastnosti bezešvých trubek byl publikován např. v pracích [5 – 7].

V odborné literatuře se lze setkat s několika pracemi, ve kterých je použita ocel ve výchozím litém nebo protváře-

ném stavu a její pevnostní i plastické vlastnosti při tváření za tepla by tedy měly být ovlivněny výchozí velikostí zrna [6 – 8]. Obecně se předpokládá, že deformační chování ocelí v litém stavu by mělo být negativně ovlivněno hrubozrnnou a nepříznivě orientovanou makrostrukturou, strukturní a chemickou heterogenitou, výskytem licích vad, zeslabením hranic zrn a vnitřním pnutím [1, 9].

Mannesmannův způsob výroby bezešvých trubek, spjatý se zde popisovaným experimentem, je založen na principu průtláčného děrování kosým válcováním a následného rozválcování (prodlužování) vyděrovaných polotovárů na poutnické stolici a finálního kalibrování vývalků. Tímto

způsobem jsou vyráběny bezešvé trubky o vnějším průměru od 60 do 660 mm s tloušťkou stěny 3 – 125 mm. Výchozím materiálem jsou ve většině případů ocelové, plynule lité předlitky kruhového průřezu, ale vhodnou alternativou mohou být také ingoty kruhového průřezu [10, 11].

Pro optimalizaci řízeného válcování a ochlazování bezešvých trubek je vhodné využít fyzikální simulace [6, 7, 12, 13,]. V tomto případě byly použity anizotermické víceúběrové tlakové zkoušky s rovinnou deformací, které byly realizovány na simulátoru deformací za tepla HDS-20, jenž je instalován v Regionálním materiálově technologickém výzkumném centru na VŠB – TU Ostrava [12, 13]. Anizotermické víceúběrové tlakové zkoušky s rovinnou deformací se používají především pro fyzikální simulace procesu objemového tváření. Při tomto typu tlakové zkoušky se využívá omezeného šíření materiálu vlivem tuhých konců (nedeformovaných oblastí vzorku) [14, 15]. Výhodou těchto zkoušek je možnost naprogramování až 20 dílčích deformací, realizovatelných v širokém rozsahu deformačních rychlostí od 0,005 do 100 s⁻¹, s přesným řízením teploty zkoušeného vzorku v průběhu jeho ohřevu, deformace i ochlazování.

Popis experimentu

Hlavním cílem práce bylo určit vliv dovalcovací teploty na strukturní a mechanické vlastnosti bezešvých trubek s různou tloušťkou stěny, a to ve stavu po tváření i po zušlechťování. V laboratorních podmínkách bylo zjednodušeně napodobováno děrování bloku a prodlužování na poutnické stoličce v případě válcování trubek z oceli AISI 4130; její konkrétní chemické složení v hm. % bylo: 0,31 C – 0,52 Mn – 0,29 Si – 1,04 Cr – 0,22 Mo – 0,028 Al. Výchozí stav byl po tváření za tepla. Simulované trubky o průměru 273 mm se lišily tloušťkou stěny (6,3 – 40 mm), z čehož byly odvozeny i různé rychlosti závěrečného ochlazování na teplotu 400 °C (průměrně 0,70 – 0,25 °C·s⁻¹). Klíčovým parametrem laboratorních testů byla dovalcovací teplota, měnící se v intervalu 820 – 970 °C. Celkem 12 simulací bylo prováděno pomocí tlakových zkoušek s rovinnou deformací (PSCT) na modulu Hydrawedge II simulátoru HDS-20. Hranolovité vzorky výšky 10 mm, šířky 15 mm a délky 20 mm byly odporově ohřívány a následně lokálně stlačovány ve směru výšky kovadly o šířce 5 mm (blíže viz např. [12]). Parametry ohřevu byly ve všech případech shodné, s výdrží 5 minut na teplotě 1290 °C. Při této teplotě proběhl i první úběr, napodobující děrování. Při nižších teplotách následovaly vždy dva úběry, napodobující prodlužování. Deformační rychlosti odpovídaly provozním podmínkám. Velikost prvních dvou deformací byla z praktických důvodů proporcionálně snížena oproti úběrům na válcovně. V tab. 1 a 2 jsou shrnuty parametry PSCT zkoušek, jak byly naprogramovány pro jednotlivé varianty simulace.

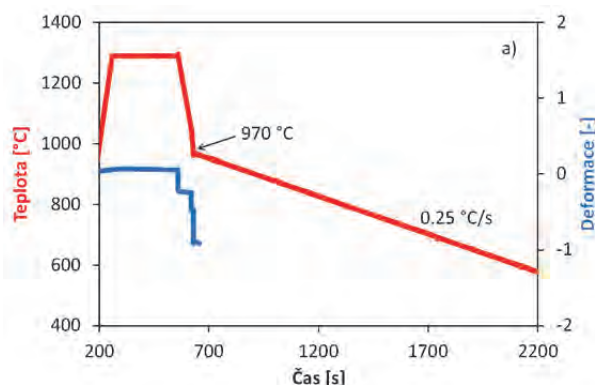
Tab. 1 Parametry simulace pro různé tloušťky stěny válcované trubky
Tab. 1 Simulation parameters for different wall thicknesses of the rolled tube

Tloušťka stěny (mm)	Číslo úběru	Skutečná deformace (-)	Deformační rychlost (s ⁻¹)	Rychlost ochlazování (°C·s ⁻¹)
6,3	1	0,33	4,8	0,7
	2	0,49	21,8	
	3	0,95	21,8	
20	1	0,28	3,9	0,44
	2	0,33	12,4	
	3	0,66	12,4	
40	1	0,21	3,1	0,25
	2	0,22	8,2	
	3	0,42	8,2	

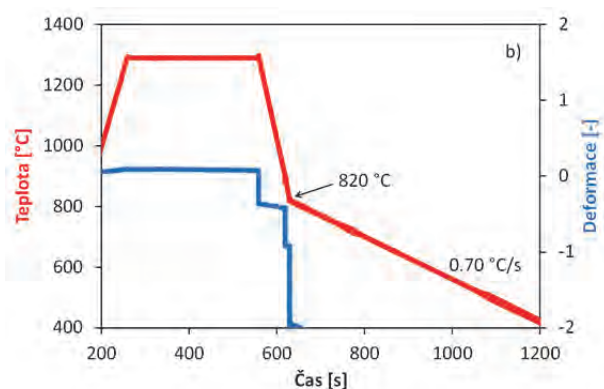
Tab. 2 Parametry simulace pro různé dovalcovací teploty
Tab. 2 Simulation parameters for different finish rolling temperatures

Tloušťka stěny (°C)	Číslo úběru	Skutečná deformace (°C)	Rychlost ochlazování (°C·s ⁻¹)
970	1	1290	4,0
	2	1050	8,0
	3	970	-
920	1	1290	4,8
	2	1000	8,0
	3	920	-
870	1	1290	5,7
	2	950	8,0
	3	870	-
820	1	1290	6,5
	2	900	8,0
	3	820	-

Grafy na obr. 1 dokumentují průběh dvou simulačních testů pomocí naměřených (nikoli naprogramovaných) a počítačově registrovaných dat. Měřené hodnoty tlakové deformace byly v tomto případě ponechány v nativní formě, tedy se znaménkem mínus.



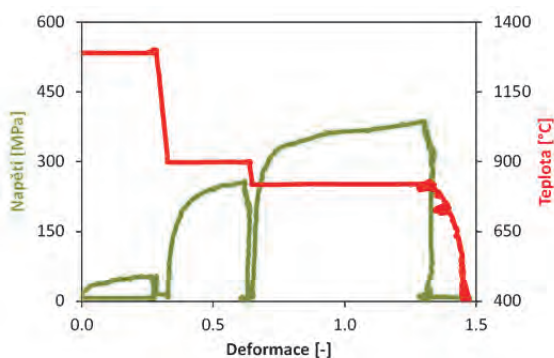
a) tloušťka stěny trubky 40 mm, vysoká dovalcovací teplota
a) tube wall thickness 40 mm, high finish rolling temperature



b) tloušťka stěny trubky 6,3 mm, nízká doválcovací teplota
b) tube wall thickness 6.3 mm, low finish rolling temperature

Obr. 1 Časový průběh teploty a deformace pro vybrané příklady simulace

Fig. 1 Evolution in time of temperature and strain for selected simulation examples



Obr. 2 Hodnoty napětí a teploty registrované v závislosti na deformaci při simulaci válcování trubky s tloušťkou stěny 20 mm; doválcovací teplota 820 °C

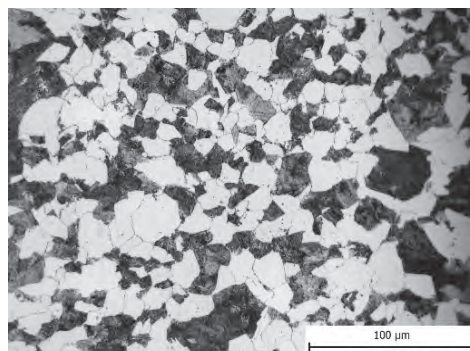
Fig. 2 Values of stress and temperature depending on strain for simulation of tube rolling with the wall thickness of 20 mm; finish rolling temperature of 820°C

Obr. 2 ukazuje příklad naměřené hodnoty napětí a teploty v závislosti na rostoucí deformaci; napětí i deformace jsou v tomto případě převedeny na absolutní hodnoty.

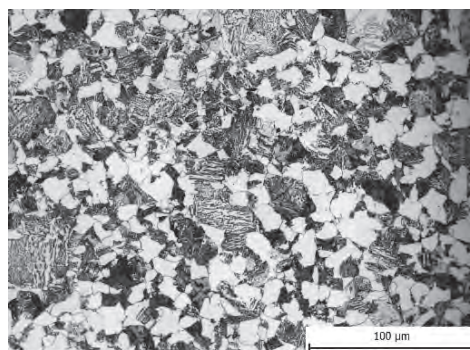
Vzorky byly po simulaci podélně rozpůleny a podrobeny ve středu deformované oblasti metalografické analýze i měření tvrdosti HV30, a to přímo ve stavu po simulaci teplotně řízeného válcování a ochlazování, resp. po následujícím zušlechťení. Kalení a popouštění probíhalo s využitím dvou laboratorních odporových pecí jednotným režimem: pec 850 °C/30 minut – kalení do oleje – pec 680 °C/20 minut – vzduch.

Pro snadnější interpretaci strukturních analýz byl sestaven ARA diagram zkoumané oceli. Válcovité vzorky plné (ø 6 mm, délka 86 mm) nebo s dutými hlavami (s redukovanou středovou částí ø 5 mm a délka 5 mm) byly v simulátoru HDS-20 austenitizovány po dobu 180 s při teplotě 900 °C a následně ochlazovány nominální rychlostí v rozsahu 0,2 – 100 °C·s⁻¹. Bezkontaktním dilatometrickým modulem byly měřeny změny průměru vzorků a za pomoci speciálního CCT softwaru integro-

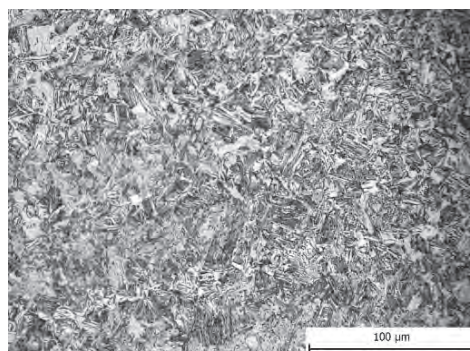
vaného do programu Origin pak byly určovány a v grafu vynášeny teploty jednotlivých fázových transformací. Tyto poznatky byly verifikovány metalograficky – viz např. mikrostruktury na obr. 3.



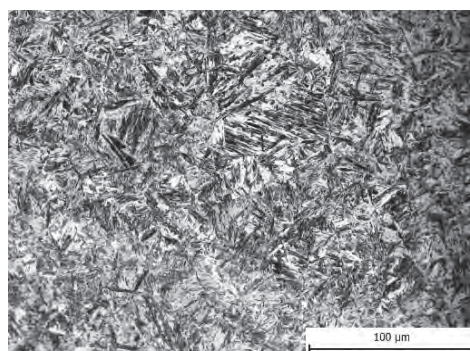
a) rychlost ochlazování 0,2 °C·s⁻¹ (ferit a perlit)
a) cooling rate of 0.2°C·s⁻¹ (ferrite and pearlite)



b) rychlost ochlazování 1 °C·s⁻¹ (ferit, bainit a perlit)
b) cooling rate of 1°C·s⁻¹ (ferrite, bainite and pearlite)

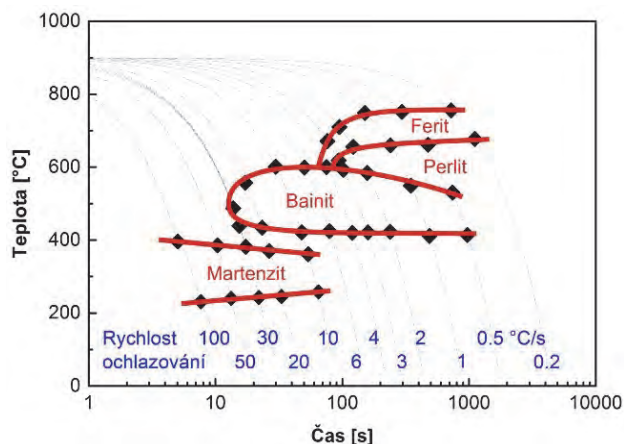


c) rychlost ochlazování 6 °C·s⁻¹ (bainit)
c) cooling rate 6°C·s⁻¹ (bainite)



d) rychlost ochlazování 100 °C·s⁻¹ (martenzit)
d) cooling rate 100°C·s⁻¹ (martensite)

Obr. 3 Mikrostruktura vybraných vzorků po dilatometrii
Fig. 3 Microstructure of selected samples after dilatometry

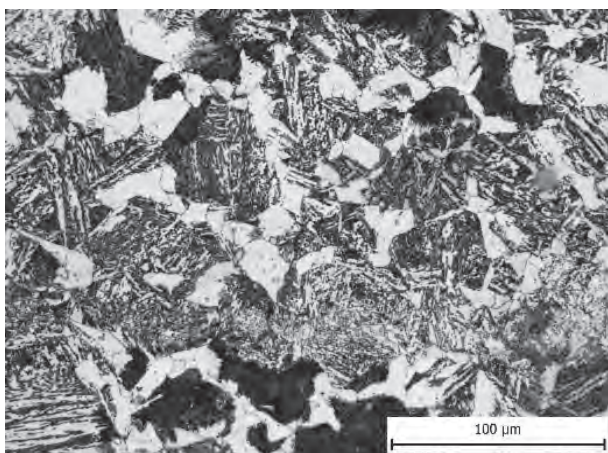


Obr. 4 Experimentálně stanovený ARA diagram oceli AISI 4130
Fig. 4 Experimentally assembled CCT diagram of steel AISI 4130

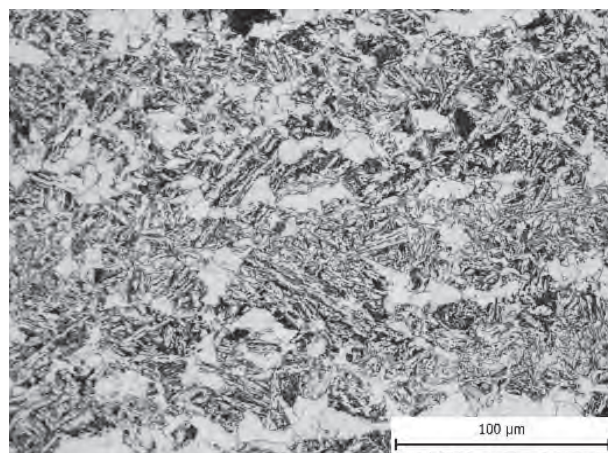
Výsledný diagram anizotermického rozpadu austenitu je znázorněn na obr. 4.

Diskuse výsledků

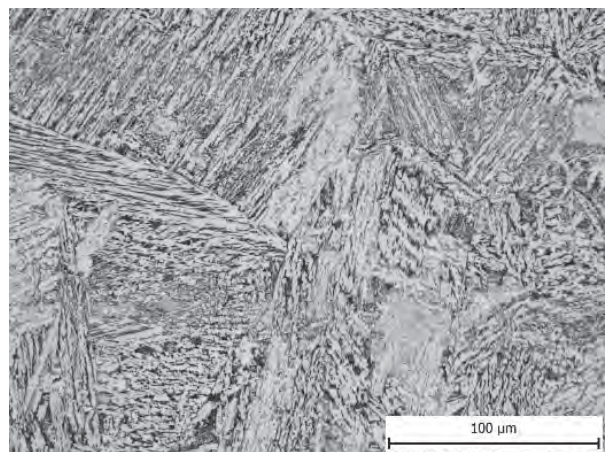
Mikrostruktury na obr. 5 odpovídají mezním podmínkám simulace válcování a ochlazování z hlediska doválcovací teploty i tloušťky stěny trubky (potažmo rychlosti závěrečného ochlazování). Reflektují různou velikost austenitického zrna a v souladu se získaným ARA diagramem jsou tvořeny bainitem, feritem a perlitem v různém poměru (struktura na obr. 5b je tvořena výhradně bainitem), v žádném případě však nebyla získána struktura čistě feriticko-perlitická. To lze vysvětlit experimentálními podmínkami odlišnými oproti podmínkám při sestavování ARA diagramu – působení předchozí deformace, různá velikost austenitického zrna nad teplotou A_{c3} aj.



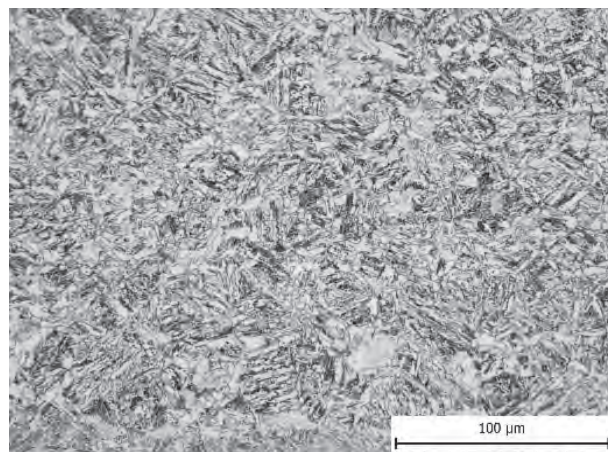
a) tloušťka stěny trubky 40 mm, doválcovací teplota 970 °C
a) tube wall thickness of 40 mm, finish rolling at 970°C



c) tloušťka stěny trubky 40 mm, doválcovací teplota 820 °C
c) tube wall thickness of 40 mm, finish rolling at 820°C



b) tloušťka stěny trubky 6,3 mm, doválcovací teplota 970 °C
b) tube wall thickness 6.3 mm, finish rolling at 970°C

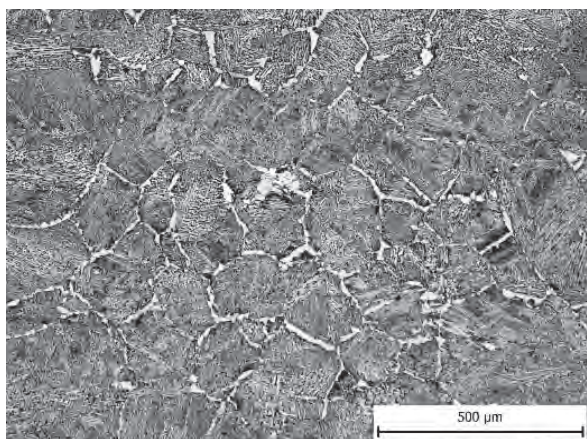


d) tloušťka stěny trubky 6,3 mm, doválcovací teplota 820 °C
d) tube wall thickness 6.3 mm, finish rolling at 820°C

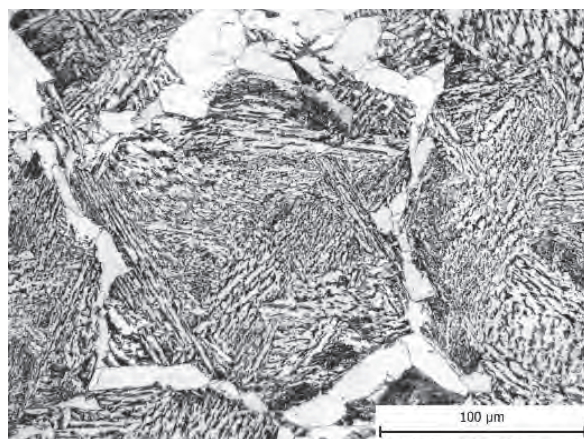
Obr. 5 Mikrostruktura vybraných vzorků po simulaci teplotně řízeného válcování a ochlazování
Fig. 5 Microstructure of selected samples after simulation of temperature-controlled rolling and cooling

Zejména po simulaci doválcovací teploty 920 °C se občas projevilo výrazné lemování hranic původních austenitických zrn feritem (obr. 6). Po zušlechtnění byla mikrostruktura všech 12 vzorků tvořena základními složkami a lišila se vesměs pouze mírou zviditelnění původního austenitického zrna (obr. 7).

Měření tvrdosti však prokázalo, že parametry simulací ovlivnily mechanické vlastnosti vzorků po obou etapách zpracování, napodobujících teplotně řízené válcování i následné zušlechtnění. Získané výsledky jsou dokumentovány grafy na obr. 8, a to závislostí tvrdosti na tloušťce stěny trubky a doválcovací teplotě.

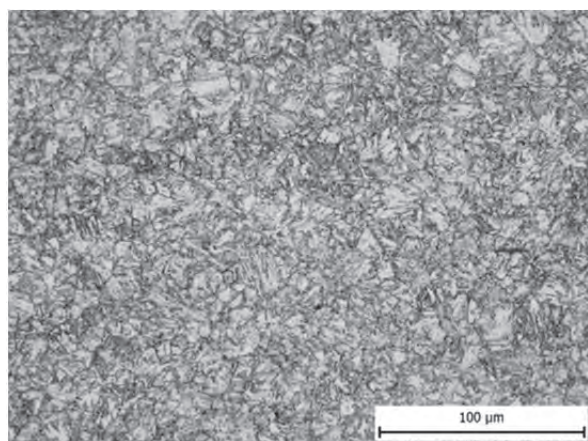


a) celkový pohled a) the overall view

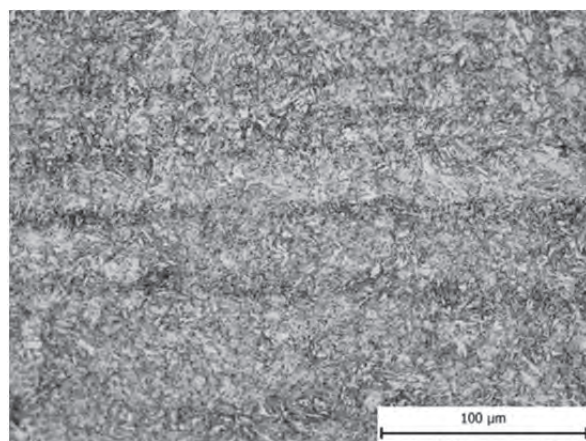


b) detail b) detail

Obr. 6 Mikrostruktura po simulaci válcování a ochlazování trubky s tloušťkou stěny 6,3 mm s doválcovací teplotou 920 °C
Fig. 6 Microstructure after simulation of rolling and cooling of a tube with the wall thickness of 6.3 mm; finish rolling temperature of 920°C

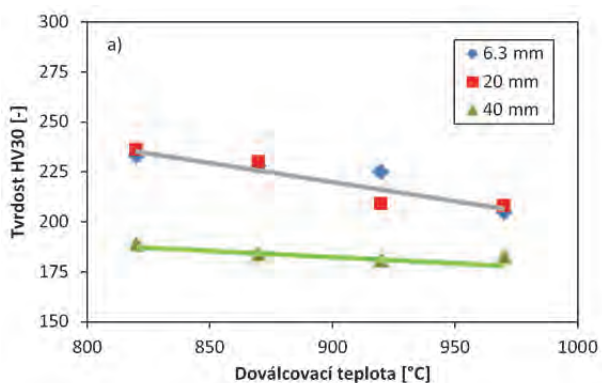


a) simulace tepelného zpracování trubky s tloušťkou stěny 40 mm po doválcování při teplotě 970 °C
a) simulation of thermal treatment of the tube with wall thickness of 40 mm; finish rolling temperature of 970°C

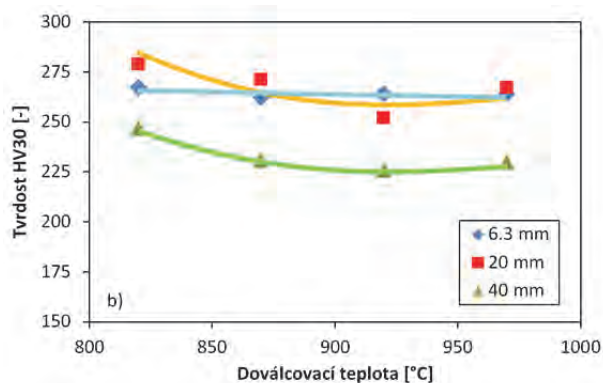


b) simulace tepelného zpracování trubky s tloušťkou stěny 6,3 mm po doválcování při teplotě 820 °C
b) simulation of heat treatment of a tube with a wall thickness of 6.3 mm; finish rolling temperature of 820°C

Obr. 7 Příklady mikrostruktury zušlechťených vzorků
Fig. 7 Examples of microstructure of the quenched and tempered samples



a) ve stavu po válcování a ochlazování
a) in a state after rolling and cooling



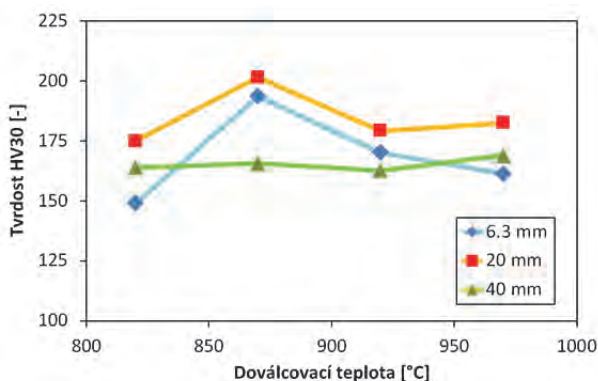
b) ve stavu po zušlechťení
b) after quenching and tempering

Obr. 8 Vliv simulačních parametrů na tvrdost laboratorních vzorků
Fig. 8 Influence of simulation parameters on hardness of laboratory samples

Po válcování tvrdost mírně a prakticky lineárně klesá s rostoucí doválcovací teplotou. Hodnoty tvrdosti pro

tloušťku stěny 6,3 mm a 20 mm jsou prakticky shodné. Evidentně nižší jsou tyto hodnoty pro tloušťku stěny

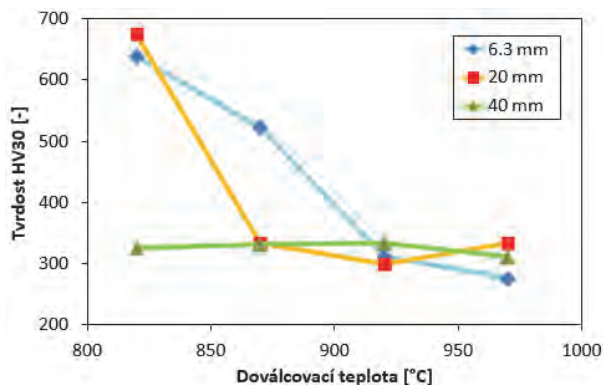
40 mm. Podobné experimenty, prováděné dříve na oceli X70 mikrolegované niobem a vanadem [12], daly výsledky s podstatně složitějšími trendy. S výjimkou největší tloušťky stěny se projevilo výrazné lokální maximum tvrdosti pro dovalcovací teplotu 870 °C. Toto lokální maximum způsobil zvýšený podíl acikulárního feritu vzniklého při teplotě cca 870 °C (obr. 9). U oceli X70 byla ovšem situace navíc komplikovaná precipitačními procesy.



Obr. 9 Vliv parametrů simulace válcování a ochlazování bezešvých trubek z oceli X70 na tvrdost

Fig. 9 Hardness as a function of the simulation parameters of seamless tubes production for steel X70

Výsledky analogických simulací provedených na oceli 42CrMo4 [13] přinesly také zajímavé výsledky (obr. 10). Uvedená ocel, která obsahovala o cca 0,1 hm. % více C a o cca 0,3 hm. % více Mn než ocel AISI 4130, se zvýšení tvrdosti vlivem snížení dovalcovacích teplot zásadně projevilo především v případě simulované tloušťky stěny 6,3 mm. Ke zvýšení tvrdosti v případě simulované tloušťky stěny 20 mm došlo jen při dovalcovací teplotě 820 °C, kdy mikrostruktura vzorků po simulaci byla tvořena především martenzitem. Vliv dovalcovací teploty byl v případě simulované tloušťky stěny trubky 40 mm z oceli 42CrMo4 i X70 eliminován malou celkovou deformací při dovalcování a velmi nízkou rychlostí závěrečného ochlazování ($0,25\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$), jak dokládají hodnoty v tab. 1.



Obr. 10 Vliv parametrů simulace válcování a ochlazování bezešvých trubek z oceli 42CrMo4 na tvrdost

Fig. 10 Hardness as a function of the simulation parameters of seamless tubes production for steel 42CrMo4

Zušlechtním laboratorních vzorků z oceli AISI 4130 došlo k očekávanému zvýšení jejich tvrdosti. Lineární závislost veličiny HV30 na dovalcovací teplotě zůstala zachována jen u tloušťky stěny trubky 6,3 mm. U ostatních dvou tloušťek stěny lze pozorovat spíše polynomičnou závislost s lokálním minimem v okolí dovalcovací teploty 920 °C. Významně odlišné (tj. nižší) jsou hodnoty tvrdosti jen pro největší tloušťku stěny simulované trubky.

Závěr

Fyzikální simulace teplotně řízeného válcování a ochlazování bezešvých trubek z nízkoalloyované C-Mn oceli AIS 4130 prokázaly nevýrazný vliv dovalcovací teploty v intervalu 820 – 970 °C na výsledné strukturní vlastnosti i tvrdost. Významně nižší tvrdosti bylo dosahováno po simulaci výroby trubky s největší tloušťkou stěny (40 mm), zatímco vzorky odpovídající tloušťce stěny trubky 6,3 a 20 mm vykazovaly prakticky shodné mechanické vlastnosti.

Mikrostrukturní rozdíly vzorků po simulaci válcování (velikost zrna, podíly fázových složek) byly prakticky eliminovány následným kalením z teploty 850 °C a popuštěním při teplotě 680 °C. Závislost tvrdosti zušlechtěné struktury na dovalcovací teplotě je rovněž nevýrazná, ale tvrdost zůstává nižší v případě simulace trubek s tloušťkou stěny 40 mm.

Zušlechtění trubek vede u zkoumané oceli oproti stavu po válcování k nárůstu tvrdosti HV30 v průměru o hodnotu 46, resp. o 22 %. Snížením dovalcovací teploty z 970 °C na 820 °C bylo u laboratorních zušlechtěných vzorků dosaženo nárůstu tvrdosti jen o cca 4 %, což jen stěží vykompenzuje provozní komplikace spojené s praktickými technologickými opatřeními vedoucími ke zvýšení tvrdosti a pevnostních vlastností trubek.

Doplňkovým produktem provedených experimentů je ARA diagram protvářené oceli AISI 4130, sestrojený pro podmínky ochlazování z teploty austenitizace 900 °C.

Poděkování

Tato práce vznikla při řešení projektu FV10253 „Výzkum a vývoj progresivních mikrolegovaných materiálů pro teplotně řízené válcování a ochlazování s následným zušlechtěním bezešvých trub pro použití v oblasti OCTG a strojním průmyslu“ financovaného Ministerstvem průmyslu a obchodu ČR, projektu LO1203 „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum - Program udržitelnosti“ financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky, a v rámci projektu studentské grantové soutěže SP2018/105 podporovaném na VŠB – TU Ostrava Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky

Literatura

- [1] TEOH, L. L. Thermo-mechanical Processing and Microstructure of Microalloyed Steel Bar and Wire Rod products. *Journal of Materials Processing Technology*, 48 (1995) 1-4, 475–485.

- [2] MESPLONT, C. Grain Refinement and High Precipitation Hardening by Combining Microalloying and Accelerated Cooling. *Revue de Metallurgie – CIT*, 106 (2006) 5, 238–246.
- [3] VERLINDEN, B., DRIVER, J., SAMAJDAR, I., DOHERTY, R. D. *Thermo-mechanical processing of metallic materials*, 1st ed. Oxford: Elsevier, 2007. 528 s.
- [4] BARANI, A. A., LI, F., ROMANO, P., PONGE, D., RAABE, D. Design of High-strength Steels by Microalloying and Thermomechanical Treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 463 (2007) 1-2, 138–146.
- [5] PUSSEGODA, L.N., YUE, S., JONAS, J.J. Laboratory Simulation of Seamless Tube Piercing and Rolling Using Dynamic Recrystallization Schedules. *Metallurgical Transactions A*, 21 (1990) 153–154.
- [6] SCHINDLER, I., JURČA, R., RUSZ, S., TUROŇ, R., KAWULOK, P., KAWULOK, R., OPĚLA, P. Fyzikální simulace teplotně řízeného válcování bezešvých trubek z mikrolegované oceli. *Hutnické listy*, 68 (2015) 6, 60–66.
- [7] WANG, B., LIAN, J. Effect of Microstructure on Low-temperature Toughness of a Low Carbon Nb–V–Ti Microalloyed Pipeline Steel. *Materials Science and Engineering: A*, 592 (2014), 50–56.
- [8] GULYAYEV, Y. G., MAMUZIC, I., SHYFRIN, Y. I., BURSAK, M., GARMASHEV, D. Y. Perfection of Processes of Seamless Steel Tubes Production. *Metallurgija*, 50 (2011) 4, 285–288.
- [9] WANG, F. J., SHUANG, Y. H., HU, J. H., WANG, Q. H., SUN, J. CH. Explorative Study of Tandem Skew Rolling Process for Producing Seamless Steel Tubes. *Journal of Materials Processing Technology*, 214 (2014) 8, 1597–1604.
- [10] KOMORI, K. Simulation of Mannesmann Piercing Process by the Three-dimension Rigid-plastic Finite-element Method. *International Journal of Mechanical Sciences*, 47 (2005) 12, 1838–1853.
- [11] JOUN, M. S., LEE, J., CHO, J. M., JEONG, S. W., MOON, H. K. Quantitative Study on Mannesmann Effect in Roll Piercing of Hollow Shaft. *Procedia Engineering*, 81 (2014), 197–202.
- [12] RUSZ, S., ŠEVČÁK, V., JURČA, R., TUROŇ, R., TUROŇOVÁ, P., KAWULOK, P., KAWULOK, R., OPĚLA, P., SCHINDLER, I. Fyzikální simulace řízeného válcování bezešvých trub z mikrolegované oceli X70. *Kovárenství*, (2017) 61, 39–42.
- [13] KAWULOK, P., LELKEŠ, D., SCHINDLER, I., TUROŇ, R., JURČA, R., KAWULOK, R. The Plastometric Simulation of Rolling of Seamless Tubes from Cr-Mo Steel. In *Metal 2018*, Conference Proceedings. Ostrava: Tanger Ltd, 2018, in press.
- [14] MANDZIEJ, S. T. Physical Simulation of Metallurgical Processes. *Materiali in tehnologije*, 44 (2010) 3, 105–119.
- [15] KNAPINSKI, M. et al. Analysis of the Microstructure Evolution during Thermo-mechanical Treatment of the Steel Plates in Grade X80-X100. *Metallurgija*, 52 (2013) 2, 239–242.

Nové Centrum pro výzkum a inovace firmy AK Steel / New AK Steel Research and Innovation Center

I&S Technology, October 2018, p. 140-143 www.aksteel.com

V dubnu 2017 firma AK Steel slavnostně otevřela své nové moderní Centrum pro výzkum a inovace. Centrum představuje investici za 36 mil. USD, budovy mají plochu 136 000 čtverečních stop a jsou situovány na šestnáctiakovém pozemku v blízkosti vedení společnosti AK Steel ve West Chesteru a také jejího závodu v Middletownu v Ohiu, USA.

AK Steel zaměstnává asi 8500 lidí v osmi ocelárnách, dvou koksovárnách a dvou rourovnách v šesti státech USA, jedna rourovna je také v Mexiku. Společnost je hrdá na své nové centrum, které je důležitou součástí její strategie vyvíjet nové výrobky a procesy v oblasti uhlíkových, nerezavějících a elektrotechnických ocelí a uspokojovat tak současné i budoucí potřeby svých zákazníků. Centrum dále rozšiřuje možnosti dodávek nových ocelových výrobků na trh. Ocel stále zůstává nejrecyklovanějším materiálem na světě! CEO AK Steel ocenil také podporu místních, regionálních i státních představitelů při výstavbě centra, které je i výhodně situováno, aby mohlo sloužit regionálním zákazníkům i dodavatelům.

Inovační tým společnosti byl během posledních dvou let rozšířen o 30 %. Zvýšil se také počet každoročně zahajovaných výzkumných a inovačních projektů mezi lety 2014 – 2016 až třikrát. Moderní laboratoře a pilotní ocelářské provozy centra pro výzkum a inovace zahrnují 17 prototypových laboratoří, 17 analytických laboratoří a 22 společných prostor pro zaměstnance, zákazníky a dodavatele. V centru bude zaměstnáno 125 zaměstnanců. Nové centrum je také charakteristické použitím několika firemních ocelových výrobků při výstavbě.

Microstructure and Mechanical Properties of EN AW 6082 Aluminium Alloys after ECAP

Mikrostruktura a mechanické vlastnosti slitiny hliníku EN AW 6082 po aplikaci ECAP

doc. Ing. Miroslav Greger, CSc.; prof. Ing. Vlastimil Vodárek, CSc.; prof. Ing. Miroslav Kursá, CSc.

VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Materials Science and Technology, Regional Materials Science and Technology Centre, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Czech Republic

Microstructure and texture development of an EN AW6082 alloy during equal channel angular pressing (ECAP) was investigated and correlated with the mechanical properties. The microstructure was effectively refined by ECAP, and the original fibre texture of the extruded aluminium alloy was disintegrated, and a new texture was gradually developed by repetitive ECAP pressing. After 6 ECAP passes following the route B_c, the elongation was lower than that of the as-extruded aluminium alloy, indicating that the texture softening was dominant over the strengthening due to grain refinement. Cross-section of the original samples was 20 x 20 mm, and their length was 125 mm. Deformation forces were measured during extrusion, resistance to deformation was calculated, and deformation speed was determined approximately. Analysis of structure was made with the use of light microscopy, TEM and SEM. Mechanical properties of the samples after extrusion were determined by tensile test and by the so-called penetration test.

Key words: micro-structures, properties, aluminium alloy, ECAP

Experimentálně byl ověřován vývoj mikrostruktury slitiny EN AW 6082 při aplikaci extrémní plastické deformace protlačováním úhlovými kanály (ECAP) a stanoven vztah mezi strukturou a mechanickými vlastnostmi. Příčný průřez výchozích vzorků byl 20 x 20 mm, délka vzorků 125 mm. Vzorky byly protlačovány při pokojové teplotě. Pro zvýšení koncentrace a zrovnomměnění deformace byly vzorky po jednotlivých protlačeních pootočený kolem podélné osy o 90° a znovu protlačovány (cesta B_c). Při aplikaci extrémní plastické deformace technologií ECAP probíhá intenzivní zjemňování zrna už v počátečních průchodech vzorků maticí, ale deformace je v objemu vzorků nerovnoměrná. Se zvyšujícím se počtem průchodů vzorků maticí je intenzita zjemňování zrna menší, avšak velikost jednotlivých zrn je rovnoměrnější. Jednotlivá zrna jsou přednostně orientována ve směru hlavní deformace. Po šesti průchodech ECAP tažnost slitiny EN AW 6082 klesá, i když zjemnění zrna pokračuje.

Při protlačování byly měřeny deformační síly, vypočítány deformační odpory a deformační rychlosti. Rozbor struktury byl proveden pomocí světelné mikroskopie a pomocí TEM a SEM. Mechanické vlastnosti vzorků po protlačování byly stanoveny zkouškou tahem a provedením penetračního testu. Využití extrémní plastické deformace pro zvýšení mechanických vlastností Al slitin je ve stádiu laboratorních zkoušek.

Klíčová slova: struktura; mechanické vlastnosti; slitina hliníku EN AW6082; ECAP

Extrusion by ECAP method enables obtaining of a fine-grained structure in larger volumes. Products made by this technique are characterised by high strength properties (Fig. 1).

The relation between yield stress and grain size is described mathematically by the Hall-Petch equation:

$$\sigma_y = \sigma_o + k d_g^{-1/2}, \quad (1)$$

where σ_y is the yield stress, σ_o is a material's constant for the starting stress of dislocation movement (or the resistance of the lattice to dislocation motion), k is the strengthening coefficient (a constant unique to each material), and d_g is the average grain diameter.

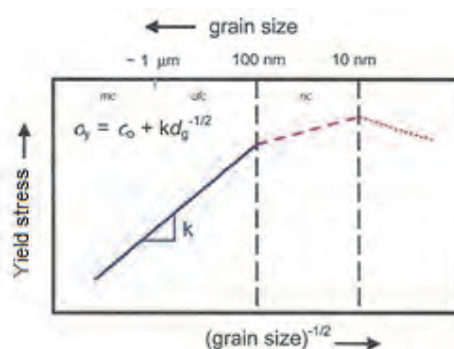


Fig. 1 Schematic representation of the variation of yield stress as a function of grain size in mc, ufc and nc metals and alloys

Obr.1 Závislost meze kluzu na velikosti zrna pro hrubo zrně (mc), ultrajemnozrně (ufc) a nanostrukturní (nc) materiály

The Hall-Petch relation predicts that as the grain size decreases, the yield stress increases. The Hall-Petch relation was experimentally found to be an effective model for materials with grain sizes ranging from 1 millimetre to 1 micrometre. Consequently, it was believed that if the average grain size was decreased even more to the nanometer length scale, the yield strength would increase as well [1 – 3]. However, experiments on many nano-crystalline materials demonstrated that if the grains reached a size small enough, i.e. the critical grain size, which was typically less than 100 nm, the yield strength would either remain constant or decrease with the decreasing grain size [4 – 6]. This phenomenon has been termed as reverse or inverse Hall-Petch relation. Numerous different mechanisms have been proposed for this relation. As suggested by WITKIN et al. [7], they fall into four categories: (1) Dislocation based (2) Diffusion based (3) Grain boundary shearing based (4) Two phase based. Other explanations, that have been proposed to rationalize the apparent softening of metals with nano-sized grains, include poor sample quality and suppression of dislocation pileups. Many of the early measurements of a reverse Hall-Petch effect were probably the result of unrecognised pores in samples [8, 9]. The presence of voids in nano-crystalline metals would undoubtedly lead to their weaker mechanical properties. The pileup of dislocations at grain boundaries is a hallmark mechanism of the Hall-Petch relationship. However, once grain sizes drop below the equilibrium distance between dislocations, this relationship should no longer be valid [10 – 12]. Nevertheless, it is not entirely clear what exactly the dependence of yield stress should be on grain sizes below this point.

1. Development of structure

Influence of the magnitude of plastic deformation on properties of metallic materials is connected with an increase of internal energy. Internal energy increases right to the limit value, which depends on the manner of deformation, purity, grain size, temperature, etc. As a result of non-homogeneity of deformation at the ECAP technique, the internal energy gain differs at different places of the formed alloy. For example, the value of internal energy is different in slip planes, at boundaries and inside cells. It is possible to observe higher internal energy also in proximity of precipitates, segregates and solid structural phases. For usual techniques, pure metals, the medium magnitude of deformation and temperatures, the value of stored energy are said to be approx. around $10 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1}$ [13 – 16]. At cold extrusion density of dislocations increases with the magnitude of plastic deformation. The density of dislocations depends linearly on the magnitude of plastic deformation in accordance with the well-known equation [17]

$$\rho = \rho_0 + K \cdot \varepsilon, \quad (2)$$

where ρ_0 is initial dislocation density (10^{10} to 10^{12} m^{-2}), K is a constant, ε is the magnitude of deformation.

Flow stress necessary for the continuation of deformation is a function of a number of lattice defects [18]:

$$\tau = \tau_0 + k \cdot G \cdot b \cdot \rho^{\frac{1}{2}}, \quad (3)$$

where τ_0 is initial flow stress, k is a constant ($k = 0.3$), G is the modulus of elasticity in shear ($G_{6082} \sim 25 \text{ GPa}$) and b is Burgers' vector ($b = 0.3 - 0.4 \text{ nm}$).

2. Experimental procedure

The objective of experiments consisted in verification of deformation behaviour of the given alloy, determination of resistance to deformation, formability and change of structure at extrusion of alloys. Experiments were made with the use of an apparatus, the diagram of which is shown in Fig. 2. The content of individual elements in the alloy is given in the Tab. 1.

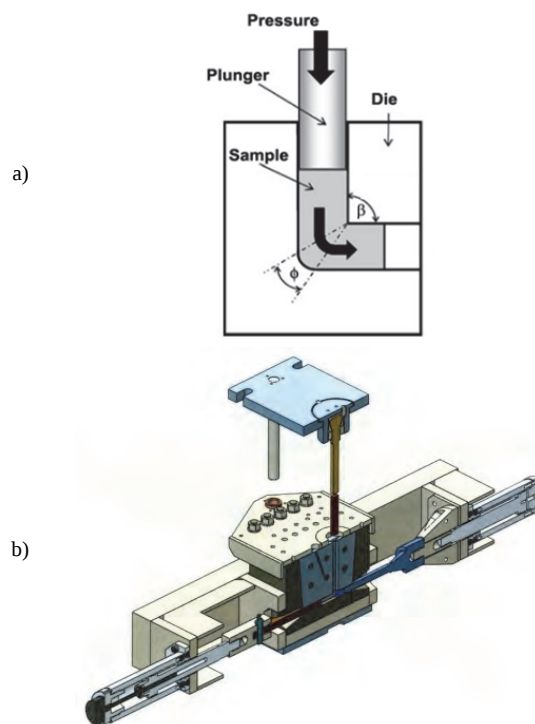


Fig. 2 Schematic illustration of a die used at the present investigation: a) with $\beta = 90^\circ$ and $\phi = 20^\circ$, b) configuration of ECAP workpiece ECAP

Obr. 2 Schématické znázornění tvaru zápustky ECAP: a) s vnitřním úhlem kanálů $\beta = 90^\circ$ a vnějším úhlem kanálů $\phi = 20^\circ$, b) tvar nástrojů ECAP

Tab. 1 Chemical composition of the EN AW 6082 alloy

Tab. 1 Chemické složení slitiny hliníku EN AW 6082

Contents of elements	Mg	Si	Mn	Fe	Cu	Zn
(wt. %)	1.10	0.88	0.92	0.45	0.09	0.20

During the process, a metal billet is pressed through a die consisting of two channels, equal in cross section and intersecting at an angle β . The billet undergoes essentially simple shear deformation, but it retains the same cross-sectional geometry, so that it is possible to

repeat the pressings for a number of passes, each one refining the grain till the extent, which is determined by the material characteristics.

Deformation forces were measured during extrusion and pressures in the die were calculated. At extrusion with the radius of rounding of edges ($R_v = 2$ mm; $R_{vn} = 5$ mm) the pressure in the die varied at the 1st pass around $\tau_{\max} = 620$ MPa, and it gradually increased in such a manner that at the fourth pass its magnitude was approximately $\tau_{\max} = 810$ MPa [19]. At extrusion through a die with smaller radii of rounding ($R_v = 0.5$ mm; $R_{vn} = 2$ mm) the pressure at the first pass was approx. $\tau_{\max} = 780$ MPa, and at the third pass it was approx. $\tau_{\max} = 1560$ MPa. Significantly higher values of resistance to deformation and strengthening at extrusion are related to the high absolute value of octahedral stress, which either contributes to the more difficult formation of dislocations or decelerates their movement.

Another factor, which influences significantly flow stress and development of microstructure, is the angle Φ which is formed by the axis of the vertical and horizontal channel. This angle determines the magnitude of shearing strain in individual passes, and it can be expressed by the relation [20]

$$\gamma = 2 \cotg \left(\frac{\beta}{2} \right). \quad (4)$$

Shearing strain at the angle $\beta = 90$ achieves the value 2, and normal deformation the value 2.3. Smaller angle β leads to higher shearing stress at each pass. We have checked the size of the angle Φ in the range from 90° to 120° with the use of technological route B_C. We have ascertained, that refining of grains is the most efficient (under the same magnitude of deformation), at the angle of 90° . This is given by the fact that two slip planes in the sample form in this case the angle of 60° . For materials, forming of which is more difficult, it is more advantageous to apply the angle $\beta = 120^\circ$ together with higher extrusion temperature. It is possible to calculate the magnitude of accumulated deformation from the relation

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cotg \left(\frac{\beta}{2} + \frac{\phi}{2} \right) + \beta \operatorname{cosec} \left(\frac{\beta}{2} + \frac{\phi}{2} \right) \right], \quad (5)$$

where N is a number of passes through a die, β is angle channels, ϕ is the additional angle.

After passes, we achieved in the sample magnitude of total accumulated deformation grain size and mechanical properties (Tab. 2).

Tab. 2 Effective strain intensity, grain size and mechanical properties samples after ECAP

Tab. 2 Intenzita deformace, velikost zrna a mechanické vlastnosti vzorků po jednotlivých průchodech ECAP

Number of passes	Total strain intensity ε	Equivalent area reduction	Grain size	0.2% YS	UTS	$\frac{UTS}{0.2\% YS}$	Elongation	$\bar{\sigma}$ $\bar{\sigma} = C \cdot \varepsilon^n$
		(%)	(μm)	(MPa)			(%)	(MPa)
0	-	-	50	120	185	1.50	15.5	175.10
1	1.15	69	3.5	190	230	1.20	8.5	179.95
2	2.30	90	2.0	217	252	1.15	7.5	206.90
3	3.45	97	1.5	230	283	1.20	6.5	224.30
4	4.60	99	1.1	250	312	1.25	6.0	237.65
5	5.75	99.8	1.0	265	325	1.25	5.5	248.30
6	6.90	99.9	0.9	275	340	1.25	5.5	257.50

3. Experimental results and discussion

3.1 Microstructure

Structure of the initial original samples is shown in Fig. 3 and the structure of samples after individual passes is shown in Fig. 4.

The structure contains ordinary inter-metallic phases corresponding to the given composition of the alloy. Average grain size in the transverse direction was determined by quantitative metallography methods, and it varied around $50 \mu\text{m}$. Change of shape of the front and rear end of the sample and maintenance of integrity at individual stages of extrusion depend on the level of lubrication and on radii of rounding of edges (R_v , R_{vn}) of the extruding channel.

After individual passes the accumulation of deformation strengthening occurred, the basis of which was in the

formed sub-structure, which can be seen in Fig. 5 taken by an electron microscope.

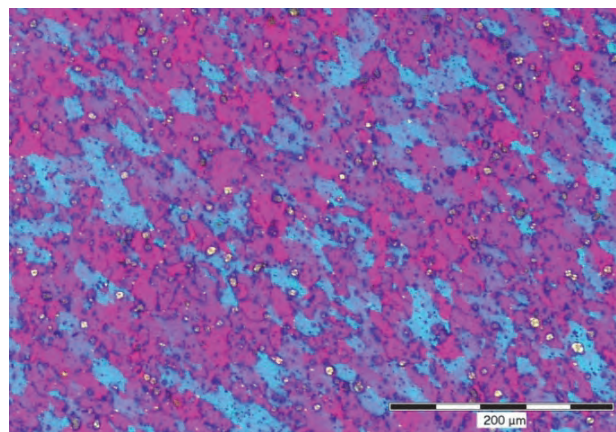


Fig. 3 The microstructure of initial sample of AlSiMg alloy

Obr. 3 Počáteční mikrostruktura slitiny AlSiMg

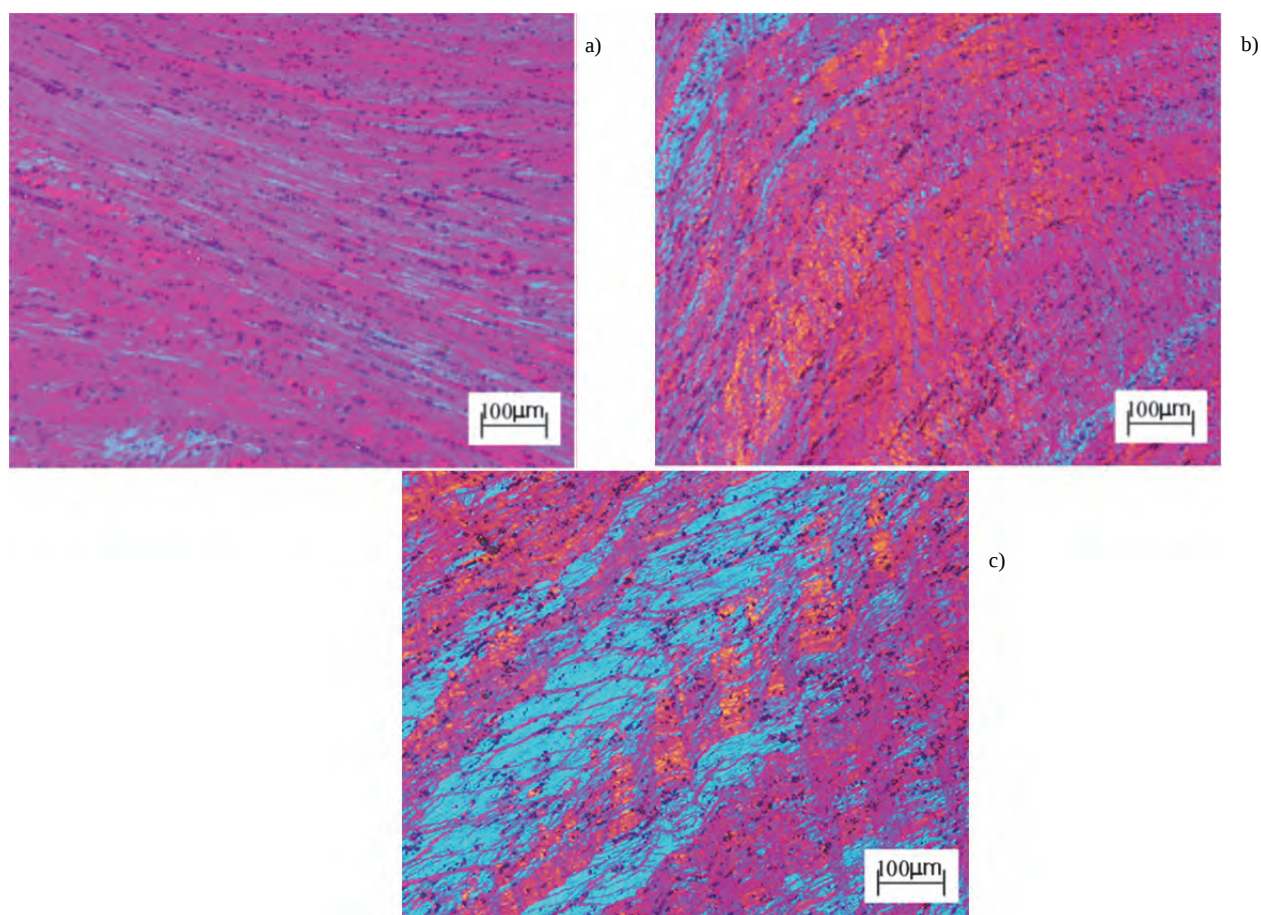


Fig. 4 Microstructure of the samples after ECAP extrusion in longitudinal direction: a) after the 1st pass b) after the 2nd pass c) after the 3rd pass
Obr. 4 Mikrostruktura vzorků po protlačování ECAP: a) po 1. průchodu, b) po 2. průchodu, c) po 3. průchodu

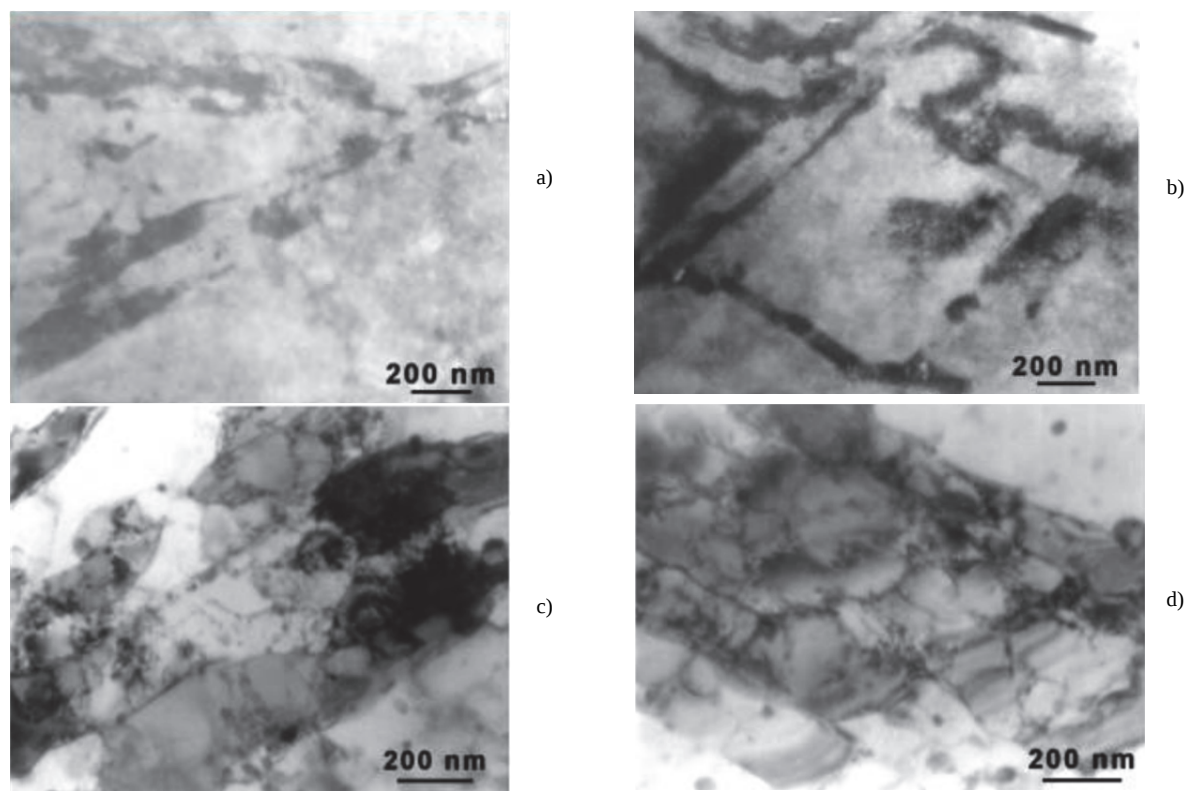


Fig. 5 Sub-structure of AlSiMg alloy after ECAP extrusion: a) after the 1st pass, b) after the 2nd pass, c) after the 3rd pass, d) after the 4th pass
Obr. 5 Substruktura slitiny AlSiMg po prvním až čtvrtém průchodu ECAP

3.2 Mechanical properties determined by a tensile test

We have verified the influence of rectangular extrusion on mechanical properties with the use of classical mechanical tensile test [Fig. 6] and the so-called small punch test [21]. After application of the ECAP technique we made from samples miniature test specimens for the tensile test.

Obtained values of tensile strength varied for the aluminium alloy within the range from ultimate tensile strength $UTS = 185$ to 340 MPa. Obtained values of tensile strength correspond very well with the values obtained by simulation and with approximate values based on the results of measurements of hardness. In the frame of evaluation of the influence of the ECAP technique on mechanical properties we have also made tensile tests of investigated materials, but without application of the ECAP technique. We have tested 4 test specimens altogether with a cross-section of 2.5×5 mm.

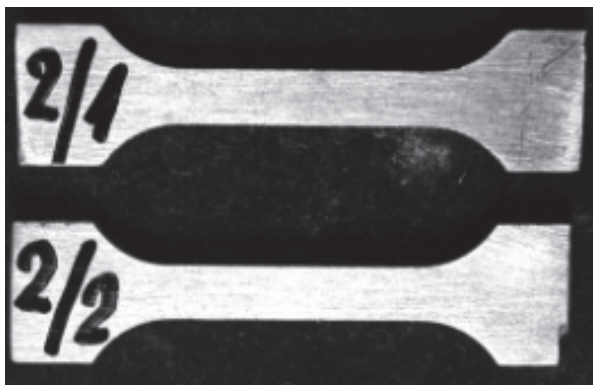


Fig. 6 Form of miniature test specimens for tensile test
Obr. 6 Tvar vzorků pro tahovou zkoušku

On the basis of the realised experiments, we have determined strength, which, for the AlSiMg alloy, have been found to be $UTS = 185$ MPa.

As it follows from comparison of strength properties resulting from rectangular extrusion, the strength of the aluminium alloy was increased approximately by 86.5 %. We have performed fractography analyses on broken halves of test specimens. Results of the above-mentioned analyses, including their graphical presentations are given below, Fig.7.

3.3 Mechanical properties determined by small punch test

We made from the samples after application of the ECAP technique three test specimens in the form of a disc with a diameter of 8 mm and thickness of 0.5 mm.

Basic mechanical properties were determined on the basis of small punch test, the principle of which consists in penetration of special puncher with the spherical surface through the flat disc-shaped sample, which is fixed between the upper holder and the lower die. On the basis of realised experiments, it is possible to state that tensile strength of the aluminium alloy obtained by small punch test varies in the range from $UTS = 325$ to 345 MPa, which demonstrates very good agreement with the values of tensile strength obtained by the standard tensile test ($UTS = 335$ to 340 MPa).

3.4 Analysis of fracture areas in the AlSiMg alloy

Analysis of fracture areas was made with the use of scanning electron microscope JEOL-JSM 5510. From a visual viewpoint, the fracture area looked as planar and fine-grained with indistinctive shear fractures. It was determined by detail micro-fractographical observation that fracture area was formed exclusively by the mechanism of trans-crystalline ductile failure with the morphology of various pits (Fig. 7a). These cavities contained a big number of minuscule particles (Figs. 7b, 7c with marks $\rightarrow$).

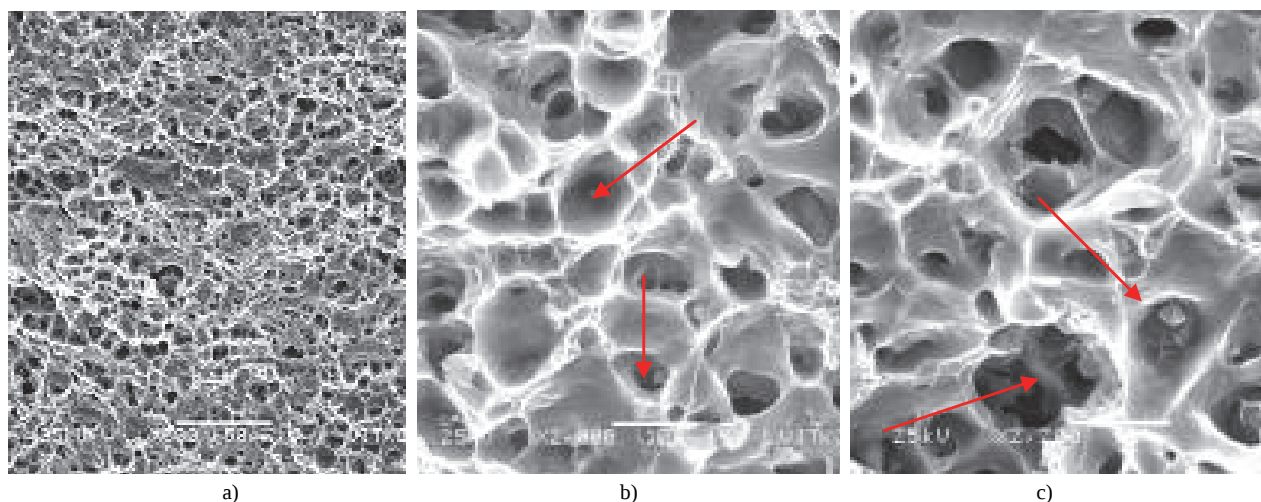


Fig.7 Transcrystalline ductile fracture after ECAP
Obr. 7 Transkrystalické tvárné porušení po aplikaci ECAP

Conclusions

We have experimentally verified behaviour of the AlSiMg alloy after extrusion. Method ECAP is a potential tool for refining of grains in poly-crystalline metals. This procedure makes it possible to obtain after 6 passes the grain size of approx. 1 μm . In order to obtain an optimum microstructure, it is necessary to apply more passes with turning of the sample between individual passes by 90° around the longitudinal axis. Development of sub-structure occurs after 4 passes. When the die with the angle of 90° is used, more intensive deformation is achieved, and resistance to deformation is higher than at extrusion with higher angles. Radii of rounding of working edges of extruding channel must correspond to conditions for laminar flow of metal.

Acknowledgments

This paper was created within the frame of the project No. L01203 "Regional Materials Science and Technology Centre-Feasibility Program" funded by the Ministry of Education Youth and Sports of the Czech Republic.

References

- [1] VALIEV, R. Z., ZHILYAEV, A. P., LANGDON, T. G. *Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications*; John Wiley & Sons, Inc.: Hoboken, NJ, USA, 2014.
- [2] POKOVÁ, M., CIESLAR, M. Recrystallization of AA3003 Aluminium Alloy after ECAP during Isothermal Annealing. In *METAL 2014*, Brno: Tanger, May 21st – 23rd 2014.
- [3] JIANG, D., NING, J., SUN, J., HU, Z., HOU, Y. Annealing Behavior of Al-Mg-Mn Alloy Processed by ECAP at Elevated Temperature. *Transaction of Nonferrous Metals Society of China*, 18 (2018) 248-254.
- [4] GREGER, M., KANDER, L., JONŠTA, P., KUŘETOVÁ, B., JÍLEK, L. Development of Fine Grained Structure Using ECAP Technology. In *New Methods of Damage and Failure Analysis of Structural Parts*. Ostrava: VSB-TU Ostrava, 2008, pp. 9–15.
- [5] CABIBBO, M. Microstructure Strengthening Mechanism in Different Equal Channel Angular Pressed Aluminum Alloys. *Materials Science and Engineering A*, 560 (2013) 413-432.
- [6] MURASHKIN, M., SABIROV, I., KAZYKHANOV, V., BOBRUK, E., DUBRAVINA, A., VALIEV, R. Z. Enhanced Mechanical Properties and Electrical Conductivity in Ultra-fine Grained Al Alloy Processed via ECAP-PC. *J. Mater. Sci.*, 48 (2013) 4501–4509.
- [7] WITKIN, D., LEE, Z., RODRIGUEZ, R., NUTT, S., LAVERNIA, E. Al-Mg Alloy Engineered with Bimodal Grain Size for High Strength and Increased Ductility. *Scripta Mater.*, 49 (2003) 4. 297–302.
- [8] GREGER, M., MAŠEK, V. Equal Channel Angular Pressing 6082 Aluminum Alloy. In *COMAT 2012*. Plzeň: Tanger, 2012, pp. 86–90.
- [9] HORITA, Z., FUJINAMI, T., NEMOTO, M., LANGDON, T. G. Improvement of Mechanical Properties for Al Alloys Using Equal-channel Angular Pressing. *Journal of materials Processing Technology*, 117 (2011) 3, 288–292.
- [10] SNOPIŃSKI, P., TAŃSKI, T., KRÓL, M.: Effect of SPD Processing on the Structure and Properties of Al-Mg Alloy. *Inżynieria materiałowa*, 39 (2018) 1, 2–7.
- [11] GREGER, M., KANDER, L., KUŘETOVÁ, B. Plastic Forming of ECAP Processed EN AW 6082 Aluminum Alloy. In *13th International Conference on Problems of Material Engineering, Mechanics and Desing*. Trenčín: Trenčianska univerzita, 2008, s. 15–19.
- [12] MURASHKIN, M., MEDVEDEV, A., KAZYKHANOV, V., KROKHIN, A., RAAB, G., ENIKEEV, N., VALIEV, R. Z. Enhanced Mechanical Properties and Electrical Conductivity in Ultrafine-grained Al 6101 Alloy Processed via ECAP-Conform. In *METAL 2015*, Brno: Tanger, 2015, May 3.-5.2015, pp. 2148–2164.
- [13] SHA, G., TUGCU, K., LIAO, X. Z. et al. Strength, Grain Refinement and Solute Nanostructures of an Al-Mg-Si Alloy (AA6060) Processed by High-pressure Torsion. *Acta Mater.*, 63 (2014), 169–179.
- [14] MACKENZIE, P. W. J., LAPOVOK, R. ECAP with Back Pressure for Optimum Strength and Ductility in Aluminium Alloy 6016. Part 1: Microstructure. *Acta Mater.*, 58 (2010) 9, 3198–3211.
- [15] GREGER, M., WIDOMSKÁ, M., SNÁŠEL, V., MAŠEK, V. Influence of Microstructures and Mechanical Properties an AlSiMg Alloy after Equal Channel Angular Pressing. In: *ALUMINIUM 2011*, Ústí nad Labem: Univerzita J. E. Purkyně v Ústí nad Labem, 2011, CD-ROM, 6 pp., ISBN 978-80-7414-379-3.
- [16] POKOVÁ, M., ZIMINA, M., CIESLAR, M. The Influence of ECAP on Microstructure Evolution of Aluminium Alloys during In-situ Heating in TEM. *International Journal of Materials Research*, 106 (2015) 7, 676–681.
- [17] SAUVAGE, X., MURASHKIN, M. Y., VALIEV, R. Z. Atomic Scale Investigation of Dynamic Precipitation and Grain Boundary Segregation in a 6061 Aluminium Alloy Nanostructured by ECAP. *Kovové Materialy*, 49 (2011), 11–15.
- [18] ANGELLA, G., BASSANI, P., TUISSI, A., VEDANI, M. Aging Behaviour and Mechanical Properties of a Solution Treated and ECAP Processed 6082 Alloy. *Materials Transactions*, 45 (2004) 7, 2282–2287.
- [19] GREGER, M., WIDOMSKÁ, M. Possibilities of Aluminium Extrusion with Use of an ECAP Method. In: *9th International Conference Aluminium in Transport 2003*, Cracow-Tomaszowice: Institute of Non-Ferrous Metals, 2003, pp. 165–169.
- [20] NAKASHIMA, K., HORITA, Z., NEMOTO, M., LANGDON, T. G. Development of a Multi-pass Facility for Equal-channel Angular Pressing to High Strains. *Materials Science and Engineering A*, 281 (2000) 82–87.
- [21] GREGER, M., VODÁREK, V., KANDER, L. Structure and Properties of Materials after Pressing by the ECAP. In *17th European Conference on Fracture. Multilevel Approach to Fracture of Materials, Components and Structures*. Brno: VUTUM, The European Structural Integrity Society (ESIS), 2008, pp. 2503–2510.

Effects of Statistical Distribution of Micro-Cracks on Scatter of Fracture Toughness of Steels under Conditions of Brittle Failure

Vliv statistické distribuce mikrotrhlin na rozptyl lomové houževnatosti ocelí za podmínek křehkého porušení

Ing. Vratislav Mareš; prof. Ing. Bohumír Strnadel, DrSc.; Ing. Martin Kraus, Ph.D.; Ing. David Dvořák

VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Materials Science and Technology, Regional Materials Science and Technology Centre, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Czech Republic

The aim of the paper is an analysis of the effects of the statistical distribution of micro-cracks on scatter of fracture toughness of steels under conditions of brittle failure. The results are utilized for reliability assessment of selected functional parts. The reliability considered as a complementary probability of brittle fracture initiation is discussed in dependence on the character of the statistical distribution of micro-crack sizes, mechanical properties of steel, mechanisms of energy dissipation during cracks propagation, a variation of loading, stress state of the functional part and its service life. This probability approach is compared with deterministic reliability access originating from the computation of the safety factor. Its rational evaluation as a function of the acceptable probability of fracture instability provides high economic effects by saving materials and energy.

Key words: microcracks; HRR stress field; brittle fracture; stress intensity factor; fracture probability; reliability; structural component

Předkládaný článek analyzuje účinky statistické distribuce mikrotrhlin na rozptyl lomové houževnatosti ocelí za podmínek křehkého porušení. Výsledky jsou využity pro hodnocení spolehlivosti vybraných funkčních částí – strojních dílů. Spolehlivost je v článku uvažována jako komplementární pravděpodobnost iniciace křehkého porušení. Je posuzována v závislosti na charakteru statistické distribuce velikosti mikrotrhlin, mechanických vlastností oceli, mechanismech disipace energie při šíření trhlin, změně zatížení, stavu napětí funkční části a její životnosti. Tento pravděpodobnostní přístup je porovnán deterministickým spolehlivostním přístupem, který vychází z výpočtu koeficientu bezpečnosti. Jeho racionální hodnocení jako funkce přijatelné pravděpodobnosti nestability lomu poskytuje vysoké ekonomické efekty, které šetří materiál a energii. Článek pojednává o vývoji statistického modelu pro predikci pravděpodobnosti křehkého porušení. Vzhledem k tomu, že kritickým okamžikem je iniciace mikrotrhlin, byla základní pravděpodobnost křehkého porušení kvantifikována jako funkce rozdělení velikosti a tvaru mikrotrhlin, jejich orientace, elastických a plastických charakteristik materiálu. Ze statistické teorie nejslabšího článku, byla vypočtena celková pravděpodobnost křehkého porušení pro homogenně i nehomogenně namáhanou část konstrukce. Vypočtená celková pravděpodobnost křehkého porušení může být využita nejen pro mikrostrukturní design křehkých materiálů, ale také pro novou formulaci pravděpodobnostního návrhu komponent konstrukčních částí.

Klíčová slova: mikrotrhliny; HRR napěťové pole; křehký lom; faktor intenzity napětí; pravděpodobnost lomu; spolehlivost; konstrukční prvky

Structural components made from brittle materials, such as ceramics, intermetallics, glasses or carbon steels at low temperatures must be designed regarding flaws, holes, and inclusions in structure. The local stress concentrations around these mentioned defects are followed by micro-cracking. If these micro-cracks extend and interact with each other so that they grow in an unstable manner, then a macroscopic failure may arise. The usual combination of high strength and low fracture toughness of brittle materials leads to relatively small critical crack size the detection of which by current non-destructive evaluation methods is very difficult. As a result, service reliability of components made from brittle materials is very sensitive to microstructural parameters.

Low-temperature transgranular cleavage of carbon structural steels has been experimentally proved to be initiated by micro-cracking of carbides [1 – 3]. Local heterogeneity in deformation may result in the initiation of micro-cracks and their propagation into the matrix whenever the applied stress σ exceeds the local cleavage strength σ_f [4]:

$$\sigma \geq \sigma_f = (\beta / 2)^{1/2} \frac{k_{Ia}}{\sqrt{d_p}}, \quad (1)$$

where $k_{Ia} = [2E\gamma_{eff} / (1 - \nu^2)]^{1/2}$ is micro-crack arrest toughness introduced by Hahn [4], d_p is the micro-crack size, β is a micro-crack shape factor; $\beta = \pi$ for

penny-shaped and $\beta = 4/\pi$ for trough thickness micro-crack [1 – 7], E is Young's modulus, ν is Poisson ratio and γ_{eff} is the effective surface energy.

Experimental investigations of low-temperature brittle fracture in steels was over the past years complemented by attempts to model the fracture process by statistical methods [2, 5 – 12], using local criteria for the initiation of micro-cracks. These approaches can reveal the relationship between the microstructural parameters and macroscopic mechanical properties. From size distribution of carbides using the Weibull's weakest link statistical theory the integral probability of cleavage failure and the temperature dependence of scattering in fracture toughness was computed [5, 8 – 13].

Some parameters affecting the probability of fracture as the character of the stress field, shape and orientation of micro-cracks or the volume where the micro-cracking process is activated have not yet been discussed in detail. This paper is concerned with the probability of brittle fracture in steels loaded under conditions of non-homogenous elastic and elastic-plastic stress field, and it provides a method for calculating the effect of these conditions on the fracture instability.

1. Probability of micro-cracking

The initiated micro-crack obeying criterion given in Eq. (1) propagates further more easily if the cleavage planes in the matrix of the steel are favorably orientated relative to the acting stress. When substantial misalignment between these planes exists, or when micro-cracks are too small to satisfy the propagation criterion, it causes stable micro-cracks formation. Similarly, the deviation between applied stress direction and the stress perpendicular to the cleavage plane α makes micro-crack propagation into matrix difficult and the local cleavage strength σ_f given by Eq. (1) is by $1/\cos^2 \alpha$ times higher [14]. Then for every magnitude of local stress σ there is a certain critical size of micro-crack, at which they can spread into the steel matrix:

$$d_{pf}(\sigma) = \frac{\beta k_{Ia}^2}{2\sigma^2 \cos^4 \alpha}. \quad (2)$$

The probability of such an event is given by:

$$p_f(\sigma) = \Pr(d_p \geq d_{pf}(\sigma)) = \int_{d_{pf}(\sigma)}^{\infty} \int_0^{\pi/2} \xi(\alpha) \psi(d_p) d\alpha d\theta, \quad (3)$$

where:

$$\psi(d_p) = \delta_0 d_{p0}^{-\delta_0} d_p^{(\delta_0-1)} \exp[-(d_p / d_{p0})^{\delta_0}] \quad (4)$$

is the common Weibull's probability density function of micro-cracks with size d_{p0} and shape δ_0 parameters,

$$\xi(\alpha) \equiv A_\alpha \sin \alpha \quad (5)$$

is the probability density of misalignment or disorientation angle α (Fig. 1) received from uniform projection of perpendiculars to the cleavage plane [14] and A_α is a constant.

The elementary probability that at least one carbide within isostressed volume element $\delta V(\sigma)$, e.g., ahead of macrocrack tip (Fig. 1) can be investigated from the sum:

$$\delta P_f(\sigma) = 1 - \sum_{i=0}^{\infty} \zeta(\delta V, i) [1 - p_f(\sigma)]^i = 1 - \exp[-N_V \delta V p_f(\sigma)] \quad (6)$$

where $\zeta(\delta V, i) = 1/i! (N_V \delta V)^i \cdot \exp(-N_V \delta V)$ is the probability that i microcracks initiate in the volume element $\delta V(\sigma)$ corresponding to Poisson's distribution and $[1 - p_f(\sigma)]^i$ is a complementary probability that i micro-cracks will be initiated into the considered volume element. For homogenously stressed volume V the final brittle fracture probability P_f is easy to calculate from Eq. (6) replacing δV by V and $P_f = P_f(\sigma)$.

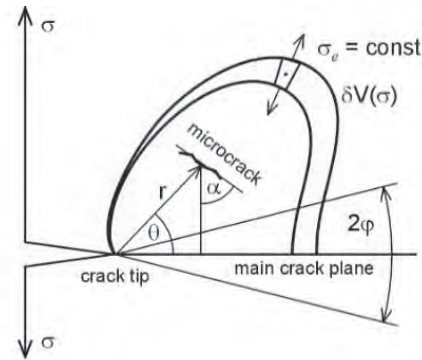


Fig. 1 Schematic illustration of isostressed volume element and active wedge zone ahead of macrocrack tip

Obr. 1 Schematická ilustrace namáhaného objemového prvku a klínová aktivní zóna na čele makrotrhliny

Nonhomogenous stress field around the sharp macro-crack tip at small scale yielding conditions satisfies the HRR singular solution [15]:

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \sigma_0 \left[\left(\frac{1 - \nu^2}{I_n} \right) \left(\frac{K_I}{\sigma_0 \sqrt{r}} \right)^2 \right]^{1/(n+1)} \tilde{\sigma}_{ij}(n, \theta), \quad i, j = r, \theta \quad (7)$$

where σ_0 is the yield stress, n is the work hardening exponent following from the constitutive law of $\epsilon/\epsilon_0 = \alpha_0 (\sigma/\sigma_0)^n$, ϵ_0 is the yield strain, α_0 is a material constant of order of units, I_n is dimensionless parameter weakly dependent upon the work hardening exponent n , $\tilde{\sigma}_{ij}(n, \theta)$ are angular functions of n and K_I is Mode I stress intensity factor. At low temperatures, because the plasticity is small, stress field around macro-crack tip approximates the linear elastic asymptotic solution by Williams [16]:

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} h_{ij}(\theta), \quad i, j = r, \theta \quad (8)$$

where $h_{ij}(\theta)$ is a dimensionless function of θ .

Effective stress field around crack tip $\sigma_e(r, \theta)$ has been considered as the maximum eigenvalue calculated from HRR and elastic stress tensors given by Eqs. (7) and (8).

Isostressed volume element is easily an integral of $\sigma_e(r, \theta)$ in the following form (Fig. 1):

$$\delta V(\sigma_e) = 2b \int_0^{\theta} r \delta r d\theta, \quad (9)$$

where φ is an angle of the active wedge region ahead of the macro-crack tip and b is the characteristic width of the crack front [9]. The total probability of brittle fracture initiation can now be established by integrating Eq. (6) within the limits of the lowest σ_{fmin} and the highest σ_{fmax} local strengths. These extreme values of the local cleavage strength were calculated using Eq. (1) from the largest d_{pmax} and smallest d_{pmin} micro-cracks given by the statistical distribution of them (Eq. (4)). Integrated Eq. (6) within the active region in nonhomogenous stress field around the crack tip makes it possible to calculate the total fracture probability P_f as a function of the stress intensity factor K_I . At the fracture instability, $K_I = K_{Ic}$ represents 100% quantile of the experimentally assessed statistical distribution of fracture toughness.

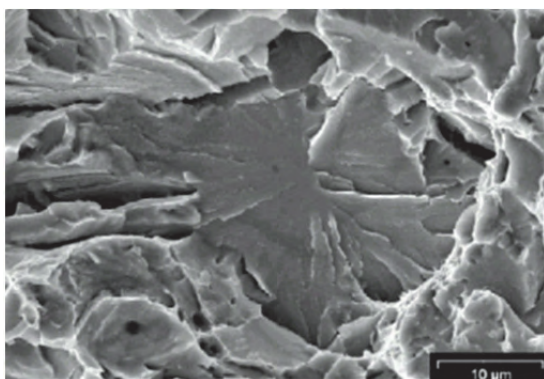


Fig. 2 Star shaped cleavage facet initiated by local stress concentration in its center, Ni-Cr steel tested at the temperature of 143 K

Obr. 2 Hvězdčovitá štěpná fazeta iniciovaná lokálním namáháním uprostřed, Ni-Cr ocel testována při teplotě 143 K

The relative frequencies of face sizes were subjected to the statistical processing of the least squares method, and the parameters of the Weibull's statistical distribution given by Eq. (4) have been found to be, $d_{p0} = 26.3 \mu m$ and $\delta_0 = 2.28$. A statistical coincidence test confirmed good agreement obtained between the analytically determined shape of the probability density and the experimentally ascertained distribution.

The entire testing procedure of Ni-Cr steel and its results are published elsewhere [12]. The statistical distribution of micro-crack sizes given by Eq. (4) was employed for numerical calculation of the total fracture probability P_f as a function of homogenous acting stress σ . Calculated curves of P_f for homogeneously stressed volumes m/N_V in average containing $m = 1, 10, 10^2, 10^3$, and 10^6 micro-cracks are given in Fig. 3. Increasing volume m/N_V lowers the strength σ_f of the body and the curve is getting straight so that the transition from $P_f = 0$ to $P_f = 1$ state is jumped. The influence of the micro-crack shape factor β and the way of space array on the total fracture probability P_f is illustrated in Fig. 4. The probability P_f is calculated according to Eq. (6) for the volume corresponding to one cracked carbide $V = 1/N_V$, then $P_f = 1 = \exp[-p_f(\sigma)]$.

Comparison of $P_f(\sigma)$ curves for elastic and HRR stress field at 113 K clearly demonstrates the affirmative effect

of small-scale yielding on the growth of the fracture toughness. Fig. 5 illustrates how the probability of fracture P_f depends on the stress field singularity around a sharp crack tip. The experimentally assessed statistical distribution of fracture toughness K_{Ic} of the investigated steel at temperatures of 113 K of fracture toughness K_{Ic} of the investigated steel at temperatures 113 K and 143 K are predicted using integral form of Eq. (6) for HRR Eq. (7) or elastic Eq. (8) stress field. The following Fig. 6 shows the influence of changes in micro-cracks shape expressed by parameter β , yield stress σ_0 and effective surface energy γ_{eff} on the total fracture probability P_f as a function of fracture toughness considering HRR stress field action at the temperature of 143 K. It is obvious from the curves that lowering yield stress σ_0 and increasing effective surface energy γ_{eff} suppress the brittle fracture.

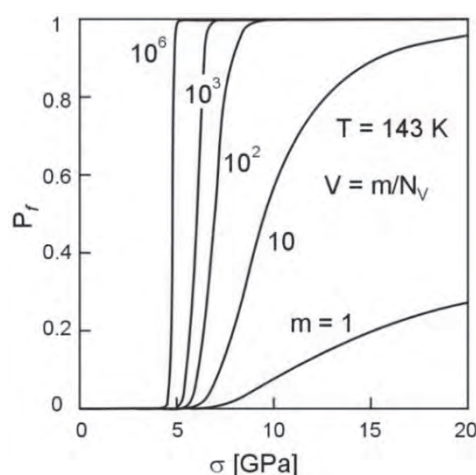


Fig. 3 Dependence of the total probability of brittle fracture on local stress in volumes corresponding to various number m of microcracks in Ni-Cr steel

Obr. 3 Závislost celkové pravděpodobnosti křehkého lomu na lokálním napětí v objemu odpovídajícímu různému počtu m mikrotrhlin v oceli Ni-Cr

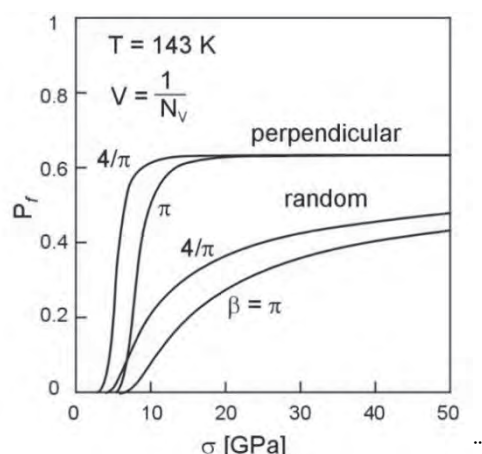


Fig. 4 Dependence of brittle fracture on local stress for perpendicular and random orientation of cleavage planes with respect to local acting stress, also two various shapes of microcracks, (penny-shaped $\beta = \pi$ and through the thickness $\beta = 4/\pi$) are considered

Obr. 4 Závislost křehkého porušení na lokálním napětí pro kolmou a náhodnou orientaci štěpných rovin s ohledem na lokálně působící napětí, jsou také zvažovány dva různé tvary mikrotrhlin (kruhový tvar $\beta = \pi$ a přes tloušťku $\beta = 4/\pi$)

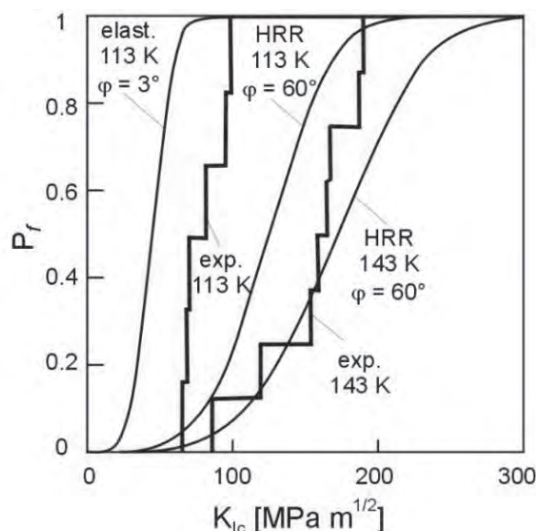


Fig. 5 Total probability of fracture predicted as a function of fracture toughness for two different temperatures considering elastic and small-scale yielding HRR stress field

Obr. 5 Celková pravděpodobnost porušení predikována jako funkce lomové houževnatosti pro dvě různé teploty s ohledem na pružnost a malou plasticitu, HRR napětíového pole

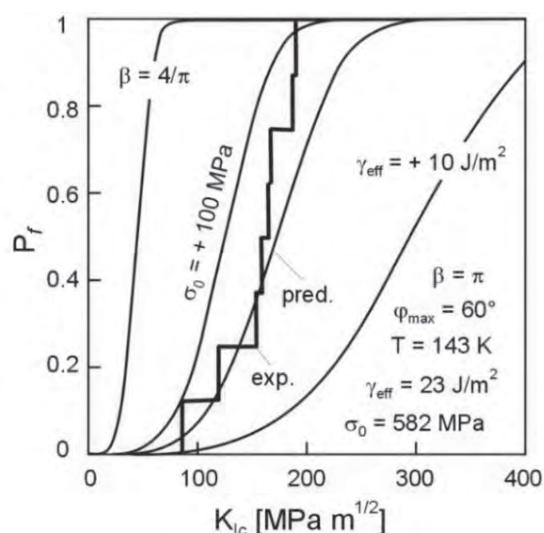


Fig. 6 Effect of increase in temperature, effective surface energy and change of micro-crack shape on the predicted statistical distribution of fracture toughness of testing steel at a temperature of 143 K

Obr. 6 Efekt zvýšení teploty, efektivní povrchové energie a změna tvaru mikrotrhliny na předpokládanou statistickou distribuci lomové houževnatosti zkoušené oceli při teplotě 143 K

2. Results and Application

The model of brittle fracture was applied to experimental results of Ni-Cr steel [12]. The steel was heat treated to give a structure of tempered martensite and roughly spherical carbides. Transmission electron microscopy at a magnification of 13,500 was employed to investigate the distribution of carbides and their area density. True stress-strain curves, yield stress σ_0 and strain hardening exponent n were assessed from uniaxial tensile tests at low temperatures where brittle fracture prevails.

Plane strain fracture toughness, K_{Ic} was evaluated in the lower bound temperature range on SENB specimens 25 mm thick according to ASTM E 399. Fractography investigation using SEM indicated that over the tested temperature range from 93 K to 153 K the fracture surface was mainly created by cleavage facets initiated at larger carbides. The brittle fracture zone of the fracture surface beyond the ductile zone consisted of cleavage facets. Carbides at fracture surfaces of the investigated steel were identified to act as subsidiary sources of cleavage facets formation. Frequent star-shaped cleavage facets at fracture surfaces of broken specimens were evidently initiated by local stress concentration in their centers where carbides triggering the facets were recognized (Fig. 2). The direction of river markings from the center of a star-shaped facet to its periphery clearly shows that observed micromechanism of the initiation of micro-cracks is controlled by local stress in the area around carbides.

3. Discussion

Micro-cracking is connected with main crack propagation in steels under condition of the brittle failure, and it considerably affects the mechanical behavior of engineering parts. Clarifying the effect of micro-cracking, and interactions of micro-cracks in the field of the macro-crack tip is the key to a clear understanding of cracking behaviors of brittle materials generally. Sometimes, a too complicated description of arrays of microcracks demands a simplified statistical treatment of this problem.

The proposed solution applied to Ni-Cr steel at very low temperatures evinces how micro-cracking originated in a bear influences the fracture instability of the main crack in a body. Not only the size of the nucleated micro-cracks but also the way, in which the orientation of cleavage planes in the matrix affects the total probability of fracture, is taken into account. It is shown in Eq. (3), that this factor can substantially increase the critical size of micro-crack, and then randomly orientated micro-cracks diminish the probability of the brittle fracture. This effect of the micro-cracks orientation is stronger in homogenously loaded body than in the nonhomogenous stress field, such as one around the macro-crack tip. Increasing effective surface energy, lowering yield stress and localized plasticity in the nearness of the macro-crack tip reduce the risk of creation of the brittle fracture. The solution based on the stress singularity described by the stress intensity factor makes it possible to predict the statistical distribution of fracture toughness. Elastic stress field singularity ahead of crack tip promotes much more brittle fracture than small-scale yielding HRR stress field, and it diminishes fracture toughness. Through thickness micro-cracks when $\beta = 4/\pi$ are more sensitive to create brittle fracture instability than penny-shaped micro-cracks nucleated with $\beta = \pi$. All these general conclusions can be directly utilized in the microstructural design of steels operating at low temperatures or in conditions evoking embrittlement.

As it has been analyzed earlier, the actual strength or fracture toughness of the material could vary depending on microstructural parameters. In addition, it is usually difficult to precisely predict the external loads acting on the component made from the material under actual service conditions. The risk of the brittle fracture can be expressed in terms of statistical distributions of local maximum effective stress $\sigma_{e \max} = \sigma$ of the brittle fracture can be $\varphi_1(\sigma_1)$ and local cleavage strength $\varphi_2(\sigma_2)$ as follows [17]:

$$P_f = \Pr(\sigma \geq \sigma_f) = \int_0^{+\infty} \varphi_1(\sigma) \int_0^{\sigma} \varphi_2(\sigma_f) d\sigma_f d\sigma. \quad (10)$$

On the other hand, the safety factor locally defined as, $k_p = \sigma_f / \sigma_{e \max}$, behaves due to the variability of σ_f and $\sigma_{e \max}$ randomly with statistical probability density:

$$K(k_p) = \int_0^{+\infty} \sigma \varphi_1(\sigma) \varphi_2(k_p \sigma) d\sigma \quad (11)$$

and $\Pr(k_p \leq 1)$ equals to the probability P_f . This relationship is an attempt to span differences between deterministic and probabilistic approaches in the design of engineering components. Furthermore, utilizing Eq. (6) in the integral form, the microstructural and macroscopical factors affecting failure of the component can be linked together to acquire more precise estimation of its reliability. Fundamentally, designing aimed at prevention of service failures of components made from brittle material is a statistical problem including its defects array and loading of components.

Conclusions

A statistical model for prediction of brittle fracture probability has been developed. Considering that the critical event is micro-crack initiation, its elementary probability has been quantified as a function of size and shape distributions of micro-cracks, their orientation, elastic and plastic characteristics of the material. From the weakest link statistical theory, the total brittle fracture probability has been computed for homogeneously and nonhomogeneously loaded part of an engineering component. Applying the model to nonhomogeneous stress field described by KI—singularity around sharp crack tip, the statistical distribution of fracture toughness has been predicted. Increasing effective surface energy, lowering yield stress and localized plasticity ahead of the macrocrack tip reduce the brittle fracture probability and increase brittle fracture toughness. The model has been proved on Ni-Cr steel having a microstructure of tempered martensite and precipitated carbides acting as micro-cracks initiation origins. Calculated total probability of brittle fracture can be exploited not only for the microstructural design of brittle materials but also for new formulation in the probabilistic design of components.

Acknowledgments

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

References

- [1] CURRY, D. A., KNOTT, J. F. Effects of Microstructure on Cleavage Fracture Stress in Steel. *Metal Science*, 12 (2013) 11, 511–514. ISSN 0306-3453.
- [2] LEE, S., KIM, S., HWANG, B., et al. Effect of Carbide Distribution on the Fracture Toughness in the Transition Temperature Region of an SA 508 steel. *Acta Mater.*, 50 (2002) 19, 4755–4762. ISSN 13596454.
- [3] WANG, G. Z., LIU, Y. G a CHEN, J. H. Investigation of Cleavage Fracture Initiation in Notched Specimens of a C-Mn Steel with Carbides and Inclusions. *Mat Sci Eng: A.*, 369 (2004) 1-2, 181–191. ISSN 09215093.
- [4] HAHN, G. T. The Influence of Microstructure on Brittle Fracture toughness. *Metall Mater Trans A* 15, (1984) 947–959.
- [5] CURRY, D. A., KNOTT, J. F., CHEN, J. H. Effect of Microstructure on Cleavage Fracture Toughness of Quenched and Tempered Steels. *Metal Sci.*, 13 (2013) 6, 341-345. ISSN 0306-3453.
- [6] GHOSH, A., RAY, A., CHAKRABARTI, D., DAVIS C. L. Cleavage Initiation in Steel: Competition between Large Grains and Large Particles. *Mats Sci Eng: A*, 561 (2013) 6, 126-135. ISSN 09215093.
- [7] WU, S., JIN, H., SUN, Y., CAO, L. Critical Cleavage Fracture Stress Characterization of A508 Nuclear Pressure Vessel Steels: Competition between Large Grains and Large Particles. *Int J Pres Ves Pip.*, 123-124 (2014) 6, 92–98. ISSN 03080161.
- [8] EVANS, A. G., PINEAU, A., MUDRY, F., et al. Statistical Aspects of Cleavage Fracture in Steel: Competition between Large Grains and Large Particles. *Metall Tran A*, 14 (1983) 7, 1349–1355. ISSN 0360-2133.
- [9] BEREMIN, F. M., PINEAU, A., MUDRY, F., et al. A Local Criterion for Cleavage Fracture of a Nuclear Pressure Vessel Steel: Competition between Large Grains and Large Particles. *Metall Trans A*, 14 (1983) 11, 2277–2287. ISSN 0360-2133.
- [10] WALLIN, K., SAARIO, T., TÖRRÖNEN, K., et al. Statistical Model for Carbide Induced Brittle Fracture in Steel: Competition between Large Grains and Large Particles. *Met Sci.*, 18 (2013) 1, 13–16. ISSN 0306-3453.
- [11] LIN, T., EVANS, A. G., RITCHIE, R. O., et al. Stochastic Modeling of the Independent Roles of Particle Size and Grain Size in Transgranular Cleavage Fracture: Competition between Large Grains and Large Particles. *Metall and Mater Trans A*, 18 (1987) 4, 641–651. ISSN 1073-5623.
- [12] STRNADEL, B., NEDBAL, I., PRIOUL, C., et al. Statistical Aspects of Brittle Fracture in Low-alloyed Steels: Competition between Large Grains and Large Particles. *JSME Int J Series A*, 45 (2002) 2, 319–326. ISSN 1344-7912.
- [13] LEI, W. S. On the Statistical Modeling of Cleavage Fracture Toughness of Structural Steels. *Mech Mater*, 101 (2016) 81–92. ISSN 01676636.
- [14] STRNADEL, B., MAZANEC, K. The Characteristic Distance of Spheroidized Steels. *Eng Frac Mech*, 40 (1991) 3, 493–497. ISSN 00137944.
- [15] HUTCHINSON, J. W. Singular Behaviour at the End of a Tensile Crack in a Hardening Material. *J Mech Phys Solids*, 16 (1968) 1, 13–31. ISSN 00225096.
- [16] WILLIAMS, M. L. Stress Singularities Resulting From Various Boundary Conditions in Angular Corners of Plates in Extension. *J. Appl. Mech.*, 19 (1952) 4, 526–528. ISSN 0021-8936.
- [17] DUFFY, S. F., JANOSIK, L. A. Design with brittle materials. *ASM Handbook 1997, ASM International*, 622–638. ISBN 978-0-87170-386-6.

Vliv doby stárnutí na zpevnění tří typů vysoko manganových ocelí

Influence of Ageing Time on Strengthening of Three High Manganese Steel Types

prof. Ing. Eva Mazancová, CSc.

VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Česká republika

Práce se zabývá třemi typy vysoko manganových ocelí s cca 27 hm. % manganu, 2,3 hm. % hliníku a odstupňovaným obsahem uhlíku od 0,2 do 0,5 hm. %, které byly laboratorně odlity, válcovány za tepla a následně stárnuty. Procesy stárnutí byly provedeny při teplotě 560 °C po dobu 6, 12, 30 a 60 minut. Tyto parametry vedly následně u všech tří sledovaných taveb k různému vývoji zpevnění, které bylo posuzováno na základě výsledků měření mikrotvrdomosti. U oceli s nejvyšším podílem uhlíku bylo zaznamenáno nejvyšší zvýšení mikrotvrdomosti po 6minutovém procesu stárnutí. Následující delší prodlevy vedly k jejímu poklesu cca o 1,7 % a na této úrovni došlo v podstatě ke stagnaci. Ocel s nejnižším obsahem uhlíku, který nebyl dobře vybalancovaný s obsahem manganu, vykazovala po 6 minutách stárnutí rovněž nárůst mikrotvrdomosti, a to prakticky na stejné úrovni jako ocel s 0,4 hm. %. Po delších prodlevách však byl u ní zaznamenán razantní pokles mikrotvrdomosti v důsledku nedostatku uhlíku v tuhém roztoku pro tvorbu nových částic, resp. udržení úrovně mikrotvrdomosti, zatímco u oceli s 0,4 hm. % uhlíku byla opět pozorována stagnace. V daném případě docházelo zřejmě k hrubnutí stávajícího nízkého počtu k-karbidů o nano velikosti. Výsledky mikrotvrdomosti po stárnutí jsou porovnávány i se zjištěnými mikrotvrdomostmi po odlití a válcování za tepla.

Klíčová slova: vysoko manganová ocel; stárnutí; k-karbid; mikrotvrdomost

In the frame of work, the influence of ageing time on hardness, or on micro-hardness of high manganese steels with approximately (in wt. %) 27Mn, 2.2Al and with graded carbon content from 0.2 up to 0.5 wt. % was studied. Results were confronted with micro-hardness also reached after casting and after the hot rolling process. As it was found, in all cases after hot rolling followed-up by 6 minutes of ageing stable micro-hardness increase of material was observed. The highest increase was registered in case of steel 2 (approximately by 60 % vs cast state) with the highest carbon content (0.5 wt. %), which also showed the ideal manganese balance with carbon content according to conclusions in the work of Schumann [1]. In case of steel 2, longer dwells (12, 30 and 60 minutes) resulted already in a mild decrease of micro-hardness after 12 minutes (approximately by 1.7 %) and this state was practically not changed. After 12 minutes of ageing dwell of steels 1 and 3 a decrease of approximately 33 and 5 % (in sequence) was recorded. Longer dwells resulted in case of steel 3 already in stagnation unlike in the case of the steel 1 (with the lowest carbon level and which was not quite balanced vs manganese). Its micro-hardness rapidly decreased and after dwell of 60 minutes this reached the level that was approximately by 12 % higher than was the state after casting. The increase of micro-hardness can be elucidated by nucleation of k-carbides and their further formation in the ageing process, whereas the decrease in micro-hardness can be connected with coarsening of the existing k-carbides at the expense of finer particles. Results of micro-hardness after ageing were compared also with determined micro-hardnesses after casting and hot rolling.

Key words: high manganese steel; ageing; k-carbide; micro-hardness

Mezi atraktivní materiály bezesporu patří vysoko manganové oceli druhé generace typu TRIPLEX, které mohou obsahovat až 30 % manganu a k němu patřičné množství uhlíku, jak to plyne z prací Schumanna [1] pro zajištění stability daného systému, a maximálně 12 % hliníku [2, 3]. Tyto oceli jsou schopny vykazovat velmi příznivé vlastnosti. Avšak problémy s prvotní výrobou, provázenou silnou vazbou hliníku, manganu, případně křemíku na kyslík, byly příčinou, proč byly tyto materiály odsunuty do pozadí. Pozornost byla soustředěna především na oceli s nižším obsahem manganu, u nichž lze snáze zvládnutou prvovýrobou, přestože nelze u nich dosahovat takových finálních vlastností jako u prvně zmiňovaných, a to

zejména pevnostních vlastností při současně vysokých úrovních houževnatosti [4, 5]. V poslední době ale zaznamenal daný typ ocelí renesanci. Vysoké obsahy manganu a zejména hliníku vedou u vysoko manganových ocelí k výraznému snížení hustoty, která je, např. v automobilovém průmyslu, velmi vítaná [4, 6]. Pro dosažení požadovaných pevnostních vlastností je však nutno daný typ oceli po doválcování tepelně zpracovávat, a to procesem stárnutí [3]. Stárnutí oceli vyvolává tvorbu k-karbidů o nano velikosti, které jsou zodpovědné za zvýšení pevnosti, nikoliv však příliš na úkor houževnatosti. Ta je spojována s plasticitou indukovanou smykem, tzv. SIP-efektem, resp. rovnoměrně uspořádanými smykovými

pásky na rovinách $\{111\}$, kde významnou roli hraje vysoká úroveň energie vrstevné chyby [4, 6]. Teplota doválcování, teplota stárnutí a doba výdrže na dané teplotě jsou klíčovými parametry, protože vysoká teplota doválcování s následným pomalejším ochlazením a příliš dlouhé prodlevy stárnutí vedou sice k tvorbě k-karbidů, ale ne vždy o efektivní velikosti [9 – 11]. V dané souvislosti Fromeyer [4] realizoval proces stárnutí při teplotě 550 °C po dobu 46 minut a dosáhl 45% zpevnění za současného poklesu deformace o 38 %. Výsledky prací [6, 9 – 11] ukazují, že efektivní proces stárnutí je nutno spojit s užším intervalem teplot a krátkými prodlevami, protože delší časy výdrží na teplotě stárnutí vedou k rychlému hrubnutí k-karbidů o nano velikosti [9, 10].

Prací, které by komplexněji ukazovaly efektivní proces stárnutí vysoko manganových ocelí, je méně a lze se setkat častěji s příspěvky, které spíše jen naznačují směry řešení vlivu technologických parametrů na zpevnění při stárnutí. Proto je daná práce zaměřena na tři typy vysoko manganových ocelí a změny jejich pevnostních vlastností, resp. mikrotvrdostí po realizaci procesu stárnutí na teplotě 560 °C po dobu 6, 12, 30 a 60 minut.

1. Experimenty

Pro studium zpevnění byly laboratorně vyrobeny za stejných podmínek tři typy ocelí se stejným obsahem dále uvedených prvků (hm. %): 27 Mn; 2,3 Al; 0,08 Cr; 0,009 P; 0,02 S; 0,02 Cu; 0,005 V. Obsahy uhlíku, křemíku a niklu se u jednotlivých ocelí částečně odlišovaly. Obsah železa byl vybalancován. Lišící se obsahy těchto tří prvků spolu s energií vrstevné chyby (dále SFE) reprezentující typ oceli jsou uvedeny v tab. 1. SFE byla vypočítána matematicky na základě chemického složení a dostupných termodynamických údajů [12].

Tab. 1 Prvky s různou úrovní v tavných 1 – 3 (hm. %) a SFE ($\text{mJ}\cdot\text{m}^{-2}$)
Tab. 1 Elements with different level in heats 1 – 3 (wt. %) and SFE ($\text{mJ}\cdot\text{m}^{-2}$)

Ocel	C	Si	Ni	SFE
1	0,2	1,0	0,01	70
2	0,5	0,1	0,03	106
3	0,4	1,1	0,01	105

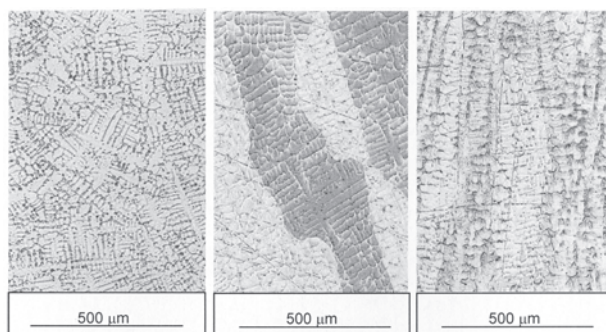
Všechny oceli byly vyrobeny ve vakuové indukční peci Leybold-Heraus a odlity do ingotů o průřezu 20×34 mm a délce 120 mm. Chemická analýza odlitých taveb byla provedena pomocí optického emisního spektrometru LECO GDS 750A s výbojkou.

Před válcováním na vratné laboratorní válcovací stolici TANDEM na pracovišti VŠB-TU Ostrava byl studovaný materiál ohříván na teplotu 1100 °C po dobu 15 minut, jak je uvedeno v práci [11]. První čtyři úběry odpovídaly 5 % a další úběry 13 a 20 % deformace. Konečná tloušťka vyválcovaných pásků byla 1,9 mm o šířce 43 mm a délce 54 mm. Po válcování za tepla následovaly procesy stárnutí při 560 °C, a to po dobu 6, 12, 30 a 60 minut. Poté bylo provedeno měření mikrotvrdosti HV0.2 (LECO 2000) po všech režimech stárnutí a také po odlití a po doválcování. Výsledky měření mikrotvrdosti byly

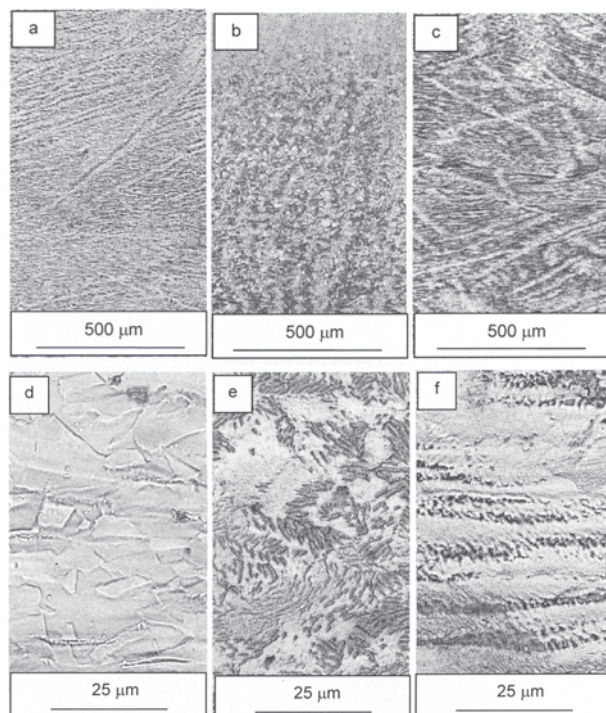
navzájem porovnávány a konfrontovány s mikrostrukturami studovanými na světelném mikroskopu Olympus IX70 a SEM JEOL JSM-6490 a s chemickým složením.

2. Výsledky měření a jejich analýza

Na obr. 1 a 2 jsou znázorněny mikrostruktury studovaných taveb ve stavu po odlití a po válcování. Mikrostruktura tavby 1 byla jak po odlití, tak po doválcování nejjemnější, ale vykazovala nejvyšší stupeň porézности (obr. 1a a 2a), zatímco tavba 3 měla nejhrubší strukturu (obr. 1c a 2c). Ve všech třech případech byl v mikrostrukturách zjištěn velmi nízký podíl delta feritu (do 4 %), který je v podstatě v souladu s chemickým složením daného typu oceli, resp. s přítomností prvků, které podporují feritickou matici (obr. 2).



Obr. 1 Mikrostruktura oceli 1 (a), 2 (b) a 3 (c) po odlití
Fig. 1 Microstructure of steel 1 (a), 2 (b) and 3 (c) after casting



Obr. 2 Mikrostruktura studovaných ocelí po válcování za tepla (přehledový snímek nahoře a detail dole) – ocel 1 (a, d), 2 (b, e) a 3 (c, f)

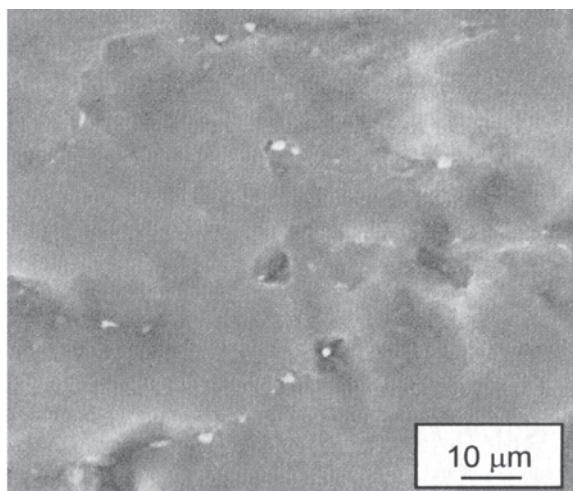
Fig. 2 Microstructure of studied steels after hot rolling (general view above and detail below) – steel 1 (a, d), 2 (b, e) and 3 (c, f) after hot rolling

Nežádoucím jevem je výskyt k-karbidů o mikronové velikosti vyloučených prioritně na fázovém rozhraní

austenit-delta ferit. Rozpustnost uhlíku ve feritu je malá, a tak během procesu pomalejšího ochlazování z vyšší dovalcovací teploty (cca 950 °C) nebyl schopen mangan udržet uhlík v tuhém roztoku. Ten byl vytlačován z transformovaného feritu na jeho hranice, kde precipitoval ve formě $(\text{FeMn})_3\text{AlC}$, jak lze pozorovat především na obr. 2b nebo na obr. 2d až 2f [10, 11].

Ocel 1 obsahovala nejméně uhlíku a přitom podle Schumana [1] by měla tato ocel s 27 hm. % manganu obsahovat minimálně 0,3 hm. % uhlíku. Vybalancovaný obsah uhlíku s manganem je nutný pro maximální stabilitu struktury, tvorbu jemných k-karbidů typu $(\text{FeMn})_3\text{AlC}$ teprve v procesu stárnutí a jejich rovnoměrnou disperzi v austenitické matici [4]. Při daném chemickém složení převyšovala hodnota SFE ve všech případech 20 $\text{mJ}\cdot\text{m}^{-2}$, což je minimální hladina pro zajištění nutné stability austenitické struktury. V žádném případě nesmí austenit transformovat ani na ϵ -martenzit, který je u vysoko manganových ocelí nežádoucí [1, 4]. Nejnížší, přesto však dostatečná hodnota SFE byla zaznamenána v případě oceli 1 (70 $\text{mJ}\cdot\text{m}^{-2}$), a to hlavně vlivem vyššího obsahu hliníku (2,3 hm. %), který extrémně zvyšuje SFE v superpozici s přísadou manganu, uhlíku i křemíku. Tím se vytvářejí podmínky pro strukturní stabilitu vysoko pevné manganové oceli s majoritní strukturou FCC a nízkým podílem struktury BCC [4, 5], jak se to projevilo také i v případě oceli 2 a 3, které vykazovaly ještě vyšší úroveň SFE než ocel 1 (tab. 1).

Zvolený obsah hliníku představuje nižší nebezpečí z hlediska tvorby Al_2O_3 anebo AlN , které mají negativní dopad na vlastnosti vysoko manganových ocelí [4], přestože studovaný typ ocelí může obsahovat až 12 hm. % hliníku [4, 6, 9, 10]. Čím je vyšší SFE, tím lze očekávat jemnější rozštěpení struktury FCC, resp. menší vzdálenosti mezi rozštěpenými parciálními dislokacemi, na nichž mohou být po procesu stárnutí detekovány jemné částice k-karbidů o nano velikosti, které mají rovnoběžné uspořádání, interagují s dislokacemi [4, 7] a jsou nositeli zpevnění matrice.

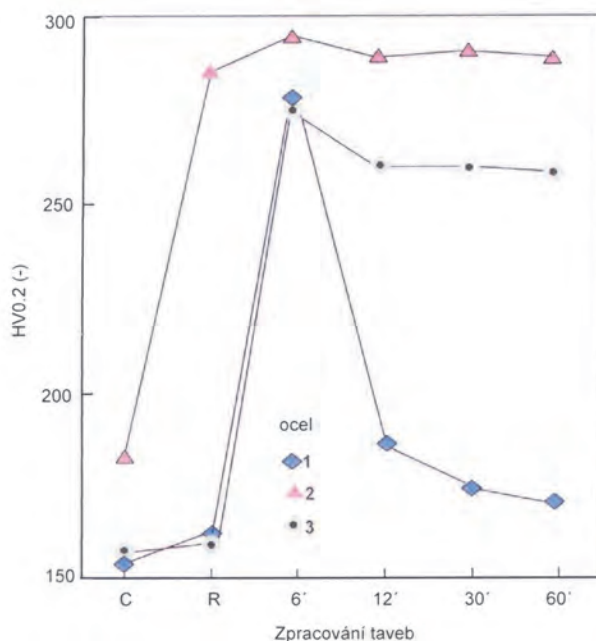


Obr. 3 Mikrostruktura oceli 2 s k-karbidy o mikronové velikosti na hranicích zrn

Fig. 3 Microstructure of steel 2 with micron k-carbides on the grain boundaries

Po válcování za tepla vznikl ve sledovaných materiálech jen nižší podíl hrubších k-karbidů typu $(\text{FeMn})_3\text{AlC}$ o mikronové velikosti. Byly pozorovány převážně na fázovém rozhraní austenit-delta ferit a jen částečně i austenit-austenit. Tyto mikronové k-karbidy jsou dobře patrné v mikrostruktuře oceli 2 na obr. 3.

Nukleací intergranulárních k-karbidů o mikronové velikosti dochází k ochuzení tuhého roztoku matrice nejen o uhlík, ale i o mangan, tj. prvků potřebných na tvorbu jemných k-karbidů o nano velikosti. Přitom ty by měly vznikat teprve během finálního tepelného zpracování, tj. stárnutí, a to přednostně uvnitř primárních austenitických zrn. Jemné precipitáty jsou následně zodpovědné za zvýšení pevnostních vlastností, resp. tvrdosti vysoko pevných manganových ocelí typu TRIPLEX [3, 4]. V případě primárního vzniku k-karbidů o mikronové velikosti v procesu ochlazování z dovalcovací teploty je finální zpevnění méně efektivní, resp. nárůst tvrdosti matrice po stárnutí je nižší [4, 10, 11, 13], přestože následně v procesu stárnutí jsou nukleovány jemné k-karbidy o nano velikosti. Zjištěné úrovně mikro tvrdostí u sledovaných ocelí jsou shrnuty v obr. 4.



Obr. 4 Závislost mikrotvrdosti na různých typech zpracování oceli 1, 2 a 3 (C reprezentuje odlévání, R válcovací proces za tepla a 6', 12', 30' a 60' minuty prodlev procesu stárnutí)

Fig. 4 Dependence of micro-hardness on different treatment types of steel 1, 2 and 3 (C represents casting, R hot rolling process and 6', 12', 30' a 60' minutes of dwells of aging process)

Jak z tohoto obrázku plyne, po válcování za tepla se mikrotvrdost všech ocelí zvýšila, a to u oceli 1 o 6,7, u oceli 2 o 56,7 a u oceli 3 o 2,2 % ve srovnání se stavem po odlití. Extrémní nárůst mikrotvrdosti u oceli 2 lze vysvětlit vyšším obsahem uhlíku (tab. 1), který vedl již po dovalcování i k výskytu vyššího podílu k-karbidů o mikronové velikosti, jak ukazuje obr. 3. Deformační podmínky, a tedy zjemnění struktury s vyšší hustotou dislokací, byly ve všech případech prakticky srovnatelné,

a nemohly se tak diametrálně projevit na zjištěných hodnotách mikrotvrlosti [7, 10, 13], i když výchozí lité stavy vykazovaly jisté odchylky v jemnozrnnosti (obr. 2a až 2f). V procesu stárnutí po dobu 6 minut došlo ve všech sledovaných případech k dalšímu nárůstu mikrotvrlosti. Maximální vzrůst zaznamenala ocel 1 (o 72,8 %) a ocel 3 (o 69,8 %, což lze jednoznačně spojovat se vznikem k-karbidů o nano velikosti, stejně jako nárůst mikrotvrlosti u oceli 2, který představoval její navýšení pouze o 3,5 %. Po delších procesech stárnutí (12, 30 a 60 minut) docházelo u všech tří typů sledovaných ocelí k mírnému nebo razantnímu poklesu mikrotvrlosti. V případě oceli 2 dosahoval pokles mikrotvrlosti pouze 1,7 % a navíc tento stav prakticky stagnoval až do 60minutové prodlevy. Oproti tomu u oceli 1 a 3 došlo po 12 minutách stárnutí k poklesu o 33,2 % (ocel 1) a o 4,7 % (ocel 3), jak je patrné z obr. 4.

Ocel 3 měla obsah uhlíku 0,4 %, zatímco u oceli 1 to bylo pouze 0,2 %, takže delší doby stárnutí (30 a 60 minut) vedly u oceli 3 ke stabilitě mikrotvrlosti na rozdíl od oceli 1, která vykazovala prudký pokles mikrotvrlosti, jak demonstruje obr. 4. Navýšení mikrotvrlosti lze spojit s nukleací k-karbidu o nano velikosti, zatímco její pokles s hrubnutím původních k-karbidů o nano velikosti. Stabilitu mikrotvrlosti lze spojit s možným vznikem nových k-karbidů o nano velikosti za současného nárůstu některých původních nano k-karbidů anebo jejich rozpouštěním. Ocel 2 obsahovala nejvíce uhlíku a její chemické složení bylo nejlépe vybalancované z hlediska obsahu C a Mn v souladu se závěry Schumanna [1], což mělo příznivý dopad na konečné výsledky sledovaných mikrotvrlostí.

Závěr

Článek objasňuje vliv doby stárnutí na tvrdost, resp. mikrotvrlost vysoko manganové oceli s cca 27 hm. % Mn, 2,3 hm. % Al a s odstupňovanými obsahy uhlíku od 0,2 až do 0,5 hm. %. Výsledky měření mikrotvrlosti po stárnutí byly porovnány s hodnotami mikrotvrlosti získanými také po odlití a po doválcování za tepla.

Bylo zjištěno, že ve všech případech po válcování a následném stárnutí po dobu 6 minut docházelo stabilně k navyšování tvrdosti materiálů. Nejvyšší nárůst byl zaznamenán u oceli 2 (cca o 60 % v porovnání s litým stavem) s nejvyšším obsahem uhlíku (0,5 hm. %), která také vykazovala optimální vybalancování obsahu manganu vůči uhlíku dle závěru prací Schumanna [1].

Delší prodlevy v procesu stárnutí (12, 30 a 60 minut) vedly u oceli 2 již k mírnému poklesu mikrotvrlosti, a to cca o 1,7 % již po 12 minutách stárnutí a tento stav se prakticky dále neměnil. U oceli 1 došlo po 12minutové prodlevě stárnutí k poklesu mikrotvrlosti cca o 33 a u oceli 3 to bylo o 5 %. Delší prodlevy vedly u oceli 3 prakticky již ke stabilitě tvrdosti. Oproti tomu u oceli 1 (s nejnižším a ve vztahu k obsahu manganu ne zcela

vybalancovaným obsahem uhlíku), mikrotvrlost prudce klesala a po 60minutové prodlevě se dostala na úroveň jen o cca 12 % vyšší, než byl stav po odlití.

Nárůst mikrotvrlostí lze objasnit nukleací k-karbidů, a jejich dalším vznikem v procesu stárnutí, zatímco pokles mikrotvrlostí je spojován především s hrubnutím stávajících k-karbidů na úkor jemných.

Poděkování

Tato práce byla realizována v rámci projektu č. LO1203 "Regionální Materiálové Výzkumné a Technologické Centrum - Program udržitelnosti" financované Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.

Literatura

- [1] SCHUMANN, V. H. Martensitische Umwandlung in austenitischen Mangan-Kohlenstoff-Stählen. *Neue Hütte*, 17 (1972) 10, 605–609.
- [2] ISHIDA, K., OHTANI, H., SATOH, N., KAINUMA, R., NISHIZAWA, T. Phase Equilibrium in Fe-Mn-Al-C alloys. *ISIJ International*, 30 (1990) 8, 680–686.
- [3] RIGAUT, V., DALOZ, D., DRILLET, J., PERLADE, A., MAUGIS, P., LESOULT, G. Phase Equilibrium Study in Quaternary Iron-Rich Fe-Al-Mn-C Alloys. *ISIJ International*, 47 (2007) 6, 898–906.
- [4] FROMMEYER, G., BRÜX, U. Microstructures and Mechanical Properties of High Strength Fe-Mn-Al-C High Weight TRIPLEX Steels. *Steel Research International*, 77 (2006) 9–10, 627–633.
- [5] DUMAY, A., CHATEAU, L. P., ALLAIN, S., MIGOT, S., BONAZIZ, O. Influence of Addition Elements on the Stacking Fault Energy and Mechanical Properties of an austenite Fe-Mn-C Steel. *Material Science and Engineering*, 483–484A (2008) 6, 174–187.
- [6] CHEN, CH., RANA, R., HALDAR, A., RAY, R. K. Current State of Fe-Mn-Al-C Low Density Steels. *Progress in Materials Science*, 89 (2017), 345–391.
- [7] GUTTIERAZ-URRUTIA, I., RAABE, D. High Strength and Ductile Low Density Austenite FeMnAlC Steels: Simplex and Alloys Strengthened by Nanoscale Ordered Carbides. *Material Science and Technology*, 30 (2014) 9, 1099–1104.
- [8] ZAMBRANO, O. A., VALDÉS, J., AGULIAZ, Y., CORONADO, J. J., RODRIGUEZ, S. A., LOGÉ, R. E. Hot Deformation of a Fe-Mn-Al-C Steel Susceptible of k-Carbide Precipitation. *Material Science and Engineering*, 689A (2017) 3, 269–285.
- [9] SATO, K., ICHINOSE, M., HIROTSU, Y., INONUE, Y. Effect of Deformation Induced Phase Transformation and Twinning on the Mechanical Properties of Austenite Fe-Mn-Al-alloys. *ISIJ International*, 29 (1989) 10, 868–877.
- [10] AKSELRAD, O., KALASHNIKOV, I. C., SILVA, E. M., CHADIEV, M. C., SIMAO, R. A. Diagram of Phase Transformations in Austenite Quenched Fe-28 % Mn-8.5 % Al-1 % C-1.25 % Si Alloy as a Result of Aging at Isothermal Heating. *MITOM*, 618 (2006) 12, 16–23. (in Russian)
- [11] MAZANCOVÁ, E., RUŽIAK, I., SCHINDLER, I. Influence of Rolling Conditions and Aging Process on Mechanical Properties of High Manganese Steels. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 12 (2012) 2, 142–147.
- [12] MAZANCOVÁ, E., MAZANEC, K. The Stacking Fault Energy Evaluation of the TWIP and TRIPLEX Alloys. *Metallic Materials*, 47 (2009) 12, 353–358.
- [13] STEENKEN, B., REZENDE, J. L., SENK, D. Hot Ductility Behavior of High Manganese Steels with Varying Aluminium Contents. *Material Science and Technology*, 33 (2017) 5, 567–73.

Hodnocení zbytkové životnosti trubkové oceli 15 128 pomocí zkoušek malých vzorků

Evaluation of Residual Life of Pipe Steel 15 128 by using Small Punch Tests

Dr. Ing. Zdeněk Kuboň; Ing. Jana Kosňovská

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

Creepové zkoušky malých vzorků (SPC zkoušky) lze použít jak pro stanovení aktuálních materiálových vlastností, tak také pro odhad zbytkové životnosti v případech, kdy je k dispozici pouze omezené množství zkušebního materiálu, které neumožňuje provést konvenční creepové zkoušky. Třebaže se napětový stav u SPC zkoušek značně odlišuje od jednoosého tahu, který je obvyklý u creepových zkoušek, lze pomocí jednoduchého přepočítacího faktoru výsledky obou typů zkoušek navzájem porovnávat a sjednotit. V článku je popsán postup hodnocení materiálových vlastností a zbytkové životnosti kolena parovodu energetického kotle pracujícího při teplotě páry 490 °C, prováděného na malých vzorcích pomocí metody penetračních testů a SPC zkoušek. Na základě získaných výsledků penetračních a SPC zkoušek byl proveden odhad zbytkové životnosti, který se pohybuje v řádu statisíců hodin. Tomuto odhadu v zásadě vyhovuje i velmi dobrý stav struktury.

Klíčová slova: Creep; SPC; mez pevnosti při tečení; odhad zbytkové životnosti

Small punch creep test (SPC tests) can be used both to determine the actual material properties and to estimate the residual life in cases where only a limited amount of test material is available that does not allow to use conventional creep tests. Although the stress state of the SPC tests differs considerably from the usually used uniaxial creep and/or stress rupture tests, the results of these test types can be compared and unified by a simple conversion factor. This allows making an estimation of residual life based on the results of the SPC tests similarly to the conventional creep tests. The presented paper describes the process of evaluation of material properties and residual life of the steam pipe elbow of a steam boiler operating for more than 120 000 hours at the temperature of 490°C by using small samples. Analysis of chemical composition, metallographic analysis, penetration and SPC tests were performed, and from the obtained results, namely penetration and SPC tests, the residual life of the pipeline steam elbow was estimated. Two different estimation methods were exploited in order to calculate the residual lifetime of the elbow; the first based on time and temperature extrapolation of results of SPC tests by using Larson-Miller parametric equation, the second that extrapolated time to rupture from the measured secondary (stationary) deflection rate and its relation to the respective time to rupture according to Monkman-Grant equation. Both methods estimated time to rupture of the tested component in the order of hundreds of thousands of hours and such a long-term residual time to rupture is in good agreement with the results of other experimental methods that confirmed very good material condition from the point of view of structural degradation and also very high actual material strength.

Key words: Creep; SPC; creep rupture strength; residual life estimation

Materiály energetických zařízení, zejména jejich tlakových částí, jsou během dlouhodobého provozu vystaveny vlivům, které vedou k jejich degradaci, tedy změně fyzikálních a mechanických vlastností. Tyto změny představují míru poškození vlivem dlouhodobé expozice. Stanovení aktuálního stavu degradace mechanických vlastností, resp. zbytkové životnosti komponent energetických zařízení pomocí standardizovaných postupů však vyžaduje velké množství zkušebního materiálu i časově náročné odstávky spojené nejen s vlastním odběrem, ale i následnými opravami odběrového místa, a to hlavně zavařením, tepelným zpracováním i řadou nedestruktivních kontrol. Často se pak tato místa stávají místem vzniku následných trhlin, resp. poškození při dalším provozu.

Metoda penetračních testů, která toto nebezpečí do značné míry eliminuje při současném zachování odpovídající míry přesnosti a spolehlivosti, se stává stále více používanou metodou pro hodnocení degradace materiálových vlastností a stanovení aktuálních mechanických vlastností materiálů jednotlivých komponent energetických zařízení (mez kluzu, mez pevnosti, přechodová teplota FATT (Fracture Appearance Transition Temperature), lomová houževnatost, creepové charakteristiky).

Penetrační testy poskytují řadu výhod, díky kterým se stávají stále více rozšířenou a oblíbenou metodou hodnocení materiálových charakteristik ocelí. V Číně a Japonsku již existují národní normy nebo závazné pokyny [1–3]. V USA se připravuje příslušná norma [4].

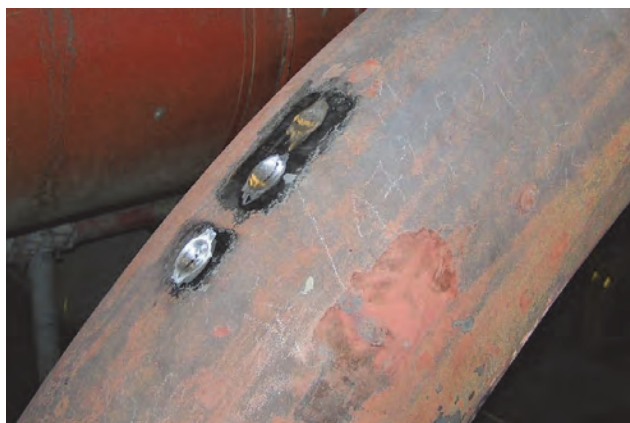
V Evropě je v platnosti přednormativní dokument CEN Workshop Agreement (CWA) 15627 [5]. Návrh evropské normy "Metallic materials – Small punch test method" je v současné době formulován pod záštitou jedné z pracovních skupin Evropského výboru pro normy v oblasti železa a oceli (ECISS). Tento návrh normy pokrývá hodnocení mechanických vlastností tahovou zkouškou od kryogenních až do vysokých teplot a také se zabývá odhadem creepových charakteristik na základě výsledků zkoušek SPC.

Metoda zkoušení malých vzorků představuje velice progresivní způsob zjišťování materiálových charakteristik. Platí to zejména v případech, kdy není možné využít klasických zkušebních metod, a to z důvodu buď nedostatku zkušebního materiálu, nebo nemožnosti, technické obtížnosti či ekonomické nevýhodnosti jeho odběru, což nastává často v případě nutnosti získat zkušební materiál z komponent již provozovaných zařízení.

V článku je uveden příklad analýzy aktuálních materiálových vlastností a odhadu zbytkové životnosti ohybu parovodní trubky vyrobené z žárupevné oceli 15 128 a provozované v energetickém kotli o výkonu 110 MW při teplotě 490 – 500 °C po dobu více než 270 000 hodin.

1. Odběr zkušebního materiálu z ohybu parovodu

Zkušební materiál pro hodnocení aktuálních materiálových vlastností i odhadu zbytkové životnosti byl odebrán ve formě tří malých vzorků pomocí odběrového zařízení SSam. Místa odběru jsou ukázána na obr. 1. Po odběru vzorků byly okraje odběrových míst zahlazeny obroušením.



Obr. 1 Místo odběru malých vzorků z kolena parovodu
Fig. 1 Sampling place at the steam pipeline elbow

K dispozici tak byly celkem tři vzorky diskovitěho tvaru, na nichž bylo možné provést:

- kontrolní chemický rozbor, ověření jakosti materiálu,
- stanovení meze kluzu a meze pevnosti penetračními testy,
- změření tvrdosti HV,

- analýzu stupně degradace struktury (kavitační poškození, rozpad struktury) včetně jejího hodnocení podle VGB TW 507 [6],
- creepové zkoušky malých vzorků (SPCT) při pracovní teplotě a různých zatíženích včetně jejich vyhodnocení a výpočtu zbytkové životnosti pomocí Monkman-Grantova vztahu.

2. Výsledky analýzy chemického složení

Analýza chemického složení oceli z ohybu parovodu byla provedena na jednom z odebraných malých vzorků pomocí fluorescenční vlnově disperzní rentgenové spektrometrie, obsahy uhlíku, síry a dusíku pomocí spalovací metody na analyzátoru LECO. Výsledky jsou uvedeny v tab. 1 spolu s požadavky, které jsou pro jakost oceli 15 128 uvedeny v ČSN 41 5128 [7].

Tab. 1 Chemické složení vzorku z parovodního ohybu a normované chemické složení oceli (hm. %)

Tab. 1 Chemical composition of the sample from the pipeline elbow and chemical composition of steel according to standard (wt. %)

Prvek	C	S	Mn	Si	P	Cr	Mo	V
Vzorek	0.15	0.016	0.57	0.20	0.014	0.60	0.41	0.28
15 128	0.10- 0.18	max. 0.040	0.45- 0.70	0.15- 0.40	max. 0.040	0.50- 0.75	0.40- 0.60	0.22- 0.035
Prvek	Cu	Ti	Nb	As	Sb	Sn	N	
Vzorek	0.039	0.014	<0.003	0.002	<0.001	0.002	0.0120	

Je známo, že významný vliv na vlastnosti žárupevných ocelí má také úroveň metalurgické čistoty oceli. Tyto oceli dlouhodobě pracují za zvýšených teplot, kdy dochází k migraci atomů substitučních prvků na hranice zrn a snížení kohezní pevnosti těchto hranic, což má za následek zkřehnutí materiálu. Pro hodnocení metalurgické kvality oceli bylo proto stanoveno komplexní kritérium náchylnosti ke zkřehnutí při dlouhodobé provozní expozici, tzv. CEF (Creep Embrittlement Factor), formulovaný v závislosti na obsahu povrchově aktivních kovů [6, 7]:

$$CEF = P + 8,16(\%Sb) + 3,57(\%Sn) + 2,43(\%As). \quad (1)$$

Za velmi dobrou metalurgickou kvalitou z hlediska residuálních obsahů povrchově aktivních prvků lze označit ocel s hodnotami $CEF < 0,15$.

Skutečnost, že zejména fosfor a další povrchově aktivní prvky (S, Sn, Sb, As, Pb apod.) vedou k významnému snížení creepové tažnosti, se odráží také v tzv. Bruscattově faktoru X [8], který byl sice původně určen hlavně pro svarové spoje oceli 2,25%Cr-1%Mo, ale v principu jej lze použít i na jiné typy nízkolegovaných žárupevných ocelí.

$$X = 10P + 5Sb + 4Sn + As) \times 100, \text{ (ppm)} \quad (2)$$

případně i ve faktoru J, resp. J^* [9]

$$J = (Mn + Si) \cdot (P + Sn) \times 10^4, \quad (3)$$

$$J^* = (Mn + Si) \cdot (P + Sn + Sb) \times 10^4. \quad (4)$$

Nízké hodnoty faktorů X , J , resp. J^* charakterizují vysokou metalurgickou čistotu, garanci vysokých plastických vlastností, ale i zvýšené žárupevnosti. Z výsledků výpočtu jednotlivých faktorů uvedených v tab. 2 je patrné, že metalurgická kvalita materiálu kolena je i z pohledu dnešních požadavků na kvalitu a čistotu ocelí ($X < 15$, $J < 150$) vynikající, a lze proto předpokládat, že k rozvoji křehkosti po dlouhodobé vysokoteplotní expozici vůbec nemusí dojít.

Tab. 2 Vypočtené hodnoty faktorů CEF, X , J a J^*

Tab. 2 Calculated values of CEF, X , J and J^* factors

Faktor	CEF	X (ppm)	J	J^*
Vzorek	0.034	15.5	123	131

3. Výsledky tahové zkoušky prováděné penetračními testy a měření tvrdosti

Mechanické vlastnosti kolena parovodu byly ověřovány pomocí penetrační zkoušky malých vzorků při laboratorní teplotě. Pro tyto zkoušky byla vyrobená zkušební tělíska o průměru 8 mm a tloušťce 0,5 mm, která byla testována na zkušebním stroji INOVA 250. Výsledky jsou uvedeny v tab. 3 včetně pevnostních garancí specifikovaných v materiálovém listu pro obě strukturní varianty oceli 15 128.5 a 15 128.9, tedy po normalizačním žihání a následném popuštění, resp. po zrychleném ochlazování a popuštění.

Tab. 3 Mez kluzu a mez pevnosti při laboratorní teplotě stanovené z výsledků penetračních testů

Tab. 3 Yield and tensile strength at room temperature determined from penetration tests

	R_e	R_m	R_e/R_m
	(MPa)		
Vzorek 1	604	732	0,82
Vzorek 2	736	760	0,97
15 128.5	min. 365	490 – 690	-
15 128.9	min. 440	490 – 690	-

Na jednom z odebraných vzorků bylo provedeno také měření tvrdosti HV 10, a to vždy celkem 3 náhodně umístěnými vpichy. Výsledky měření tvrdosti jsou shrnuty v tab. 4 včetně průměrné hodnoty a velikosti statistické výběrové odchylky a opět spolu s informativní hodnotou (ta je ovšem uváděna v HB podle ČSN 41 5128).

Tab. 4 Výsledky měření tvrdosti HV 10

Tab. 4 Results of hardness measurement HV 10

Vtisk	1	2	3
HV 10	218	218	218
15 128 [10]	140 – 197 HB		

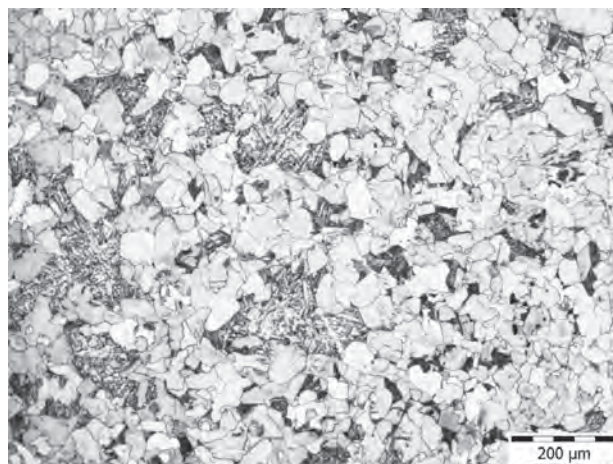
Je evidentní, že tvrdost odebraného vzorku se pohybuje nad horní hodnotou rozmezí tvrdosti podle materiálového standardu. Při použití přepočtu mezi hodnotami HB a HV, uvedený v [11], vychází tvrdost zkoušeného vzorku na úrovni 206 HB, tedy i tak zhruba o 5 % nad uvedeným informativním maximem. Ani tento údaj tedy nepotvrzuje

předpoklady nějaké vážnější degradace materiálu trubkového ohybu.

4. Výsledky metalografické analýzy materiálu

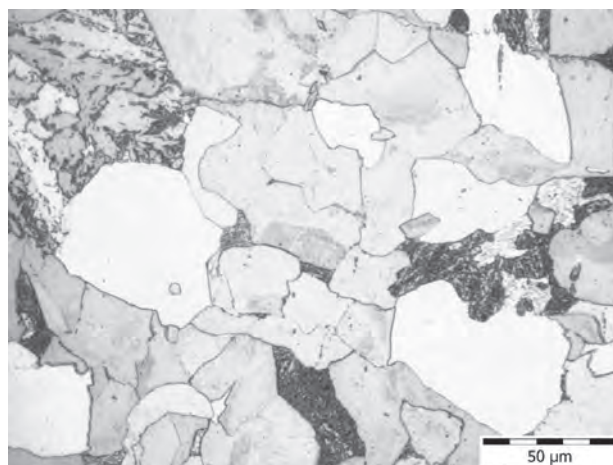
Pro metalografickou analýzu materiálu z ohybu parovodu byl na jednom z odebraných vzorků připraven metalografický výbrus rovnoběžný s rovinou odběru vzorku, a tedy i povrchem parovodního ohybu v místě extrasosu. Na takto připraveném vzorku byla provedena analýza mikrostruktury, hodnocení strukturních změn vlivem dlouhodobého působení vysokých teplot podle klasifikace uvedené v [12] a zejména analýza creepového kavitace poškození, včetně jeho hodnocení podle předpisu VGB TW 507 [13],

Mikrostrukturu tvořil ferit s jemným karbidickým precipitátem, bloky popuštěného bainitu a drobnější tmavé ostrůvky tvořené původně zřejmě perlitem (obr. 2). Podél hranic zrn byl pouze velmi ojediněle pozorován sekundárně vyloučený precipitát (obr. 3).



Obr. 2 Mikrostruktura ohybu parovodu

Fig. 2 Microstructure of steam pipeline elbow



Obr. 3 Detail struktury ohybu parovodu

Fig. 3 Detail of microstructure of steam pipeline elbow

Hodnocení stupně transformace feriticko-perlitické a feriticko-bainitické struktury lze provést použitím etalonů pro nízkolegované žárupevné oceli [12]. Podle výše

uvedené klasifikace lze hodnotit mikrostrukturu vzorku, odebraného ze základního materiálu ohybu parovodu, stupněm A-B, tedy stavem, kdy teprve začíná sferoidizace karbidických částic v bainitu nebo lamel perlitu a kdy se na hranicích zrn začínají vylučovat první karbidy.

Pro stanovení bezpečné životnosti nebo časové periody pro opakované hodnocení vlastností vysokoteplotních komponent se po celém světě používá mnoho metod založených na identifikaci a kvantifikaci poškození tečením nebo kavitačním poškozením. Interpretace pozorovaného poškození jednoznačně vyžaduje hodnocení rozsahu poškození na unikátní a jasně definované a schválené stupnici poškození. V současné době je nejobsáhlejším a také nejdostupnějším etalonem německý předpis VGB-TW 507 [13], který poskytuje snímky referenčních mikrostruktur pro celý rozsah creepového poškození u nejběžnějších žárupevných ocelí. Směrnice VGB TW-507 neuvádí výslovně v detailu, jak je definována každá třída poškození, ale vztahuje se pouze k původnímu Neubaue-rově rozdělení tříd poškození [8], jak je uvedeno v tab. 5.

Tab. 5 Popis Neubaueových tříd poškození ve VGB TW-507 [13]

Tab. 5 Description of Neubaue damage classes in VGB TW-507 [13]

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

VGB TW-507 ukazuje také kompletní sadu kvalitních mikrosnímků nových materiálů a širokou škálu různých žárupevných ocelí poškozených tečením. Namísto zkoušené oceli 15 128 jsou však v tomto předpise uvedeny snímky creepového poškození oceli 14MoV6-3, jejíž chemické složení odpovídá evropské normě pro stejný typ oceli pracující za vysokých teplot. Hodnocení creepového kavitačního poškození vzorku odebraného z ohybu parovodu provedené podle klasifikace VGB-TW 507 odpovídá stupni 1 – creepově exponovaný materiál bez výskytu kavit.

5. Výsledky SPC zkoušek

Metoda creepových testů malých vzorků a jejich vyhodnocení je, podobně jako v případě penetračních testů, založena na jejich korelaci s výsledky konvenčních creepových zkoušek. Vzhledem ke složitosti napětíových stavů u SPC zkoušek se pro korelaci využívá rovnosti dob do lomu u konvenční creepové zkoušky a u SPC testu. Při rovnosti dob do lomu se navzájem koreluje zatížení SPC zkoušky (F) a napětí creepové zkoušky (σ) a pomocí této korelace je pak možné hodnotit creepovou odolnost materiálů pomocí SPC zkoušek. Ve zjednodušené podobě

a pro identickou tloušťku vzorku nabývá tato závislost tvaru:

$$\frac{F}{\sigma} = \Psi. \quad (5)$$

Hodnota konstanty Ψ v této rovnici se pro většinu ocelí pohybuje obvykle v rozmezí asi 1,2 až 2,5.

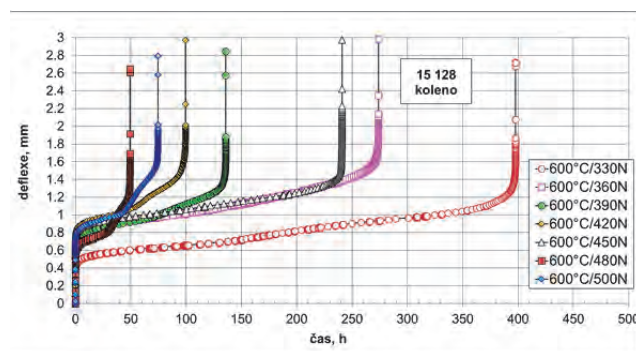
Při identickém uspořádání SPC experimentu a pro stejný materiál, resp. skupinu materiálů, lze použít stanovený přepočítací koeficient opakovaně u různých taveb v rámci jednoho materiálu, resp. skupiny materiálů.

V řešitelském pracovišti byl na materiálu, odebraném z vnějšího vlákna ohybu, realizován také program SPC zkoušek při teplotě 600 °C a při zatíženích 500, 480, 450, 420, 390, 360 a 330 N. Výsledky tohoto programu jsou shrnuty v tab. 6 a v grafické podobě na obr. 4.

Tab. 6 Výsledky SPC zkoušek oceli z ohybu parovodu

Tab. 6 Results of SPC tests of steel from steam pipe elbow

Teplota (°C)	Zatížení (N)	Čas (h)	Deflexe (mm)	Rychlost deflexe (mm·s ⁻¹)
600	500	74,5	2,93	1,3·10 ⁻⁰⁶
600	480	49,2	2,65	1,0·10 ⁻⁰⁶
600	450	241,0	3,02	4,9·10 ⁻⁰⁷
600	420	99,5	3,03	8,5·10 ⁻⁰⁷
600	390	135,8	2,85	6,5·10 ⁻⁰⁷
600	360	273,8	3,09	4,9·10 ⁻⁰⁷
600	330	398,0	2,71	3,1·10 ⁻⁰⁷



Obr. 4 Výsledky SPC zkoušek materiálu ohybu parovodu

Fig. 4 Results of SPC tests of steam pipeline elbow

Výsledky SPC zkoušek byly matematicko-statisticky zpracovány regresní analýzou a byly stanoveny konstanty Nortonovy rovnice uváděné u SPC vzorků ve formě:

$$t_r = A_{SP} \cdot F^{-n_{SP}}, \quad (6)$$

resp. pro minimální rychlosti deformace $\dot{\epsilon}_s$:

$$\dot{\epsilon}_s = B_{SP} \cdot F^{m_{SP}}, \quad (7)$$

kde jsou A_{SP} , n_{SP} , B_{SP} a m_{SP} teplotně závislé konstanty, t_r je doba do lomu a F je silové namáhání SCP vzorku.

I v případě, že SPC zkoušky 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. 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 Monkman-Grantově rovnici, která koreluje rychlost stacionárního creepu $\dot{\epsilon}_{min}$ a dobu do lomu t_r ve tvaru:

$$\dot{\epsilon}_{min} = C_1 \cdot t_r^{-p} \quad (8)$$

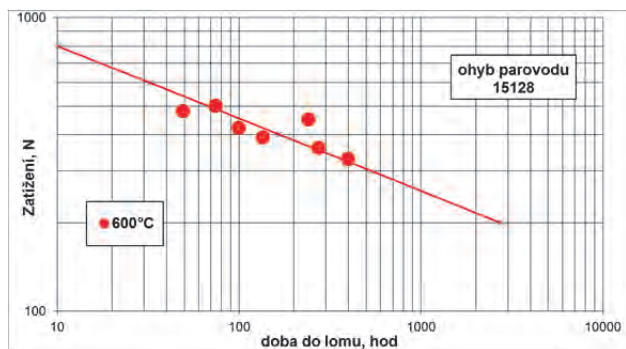
pro konvenční creepové zkoušky, resp. rychlost deflexe $\dot{\delta}_{min}$ pro SPC zkoušky:

$$\dot{\delta}_{min} = C_2 \cdot t_r^{-s}, \quad (9)$$

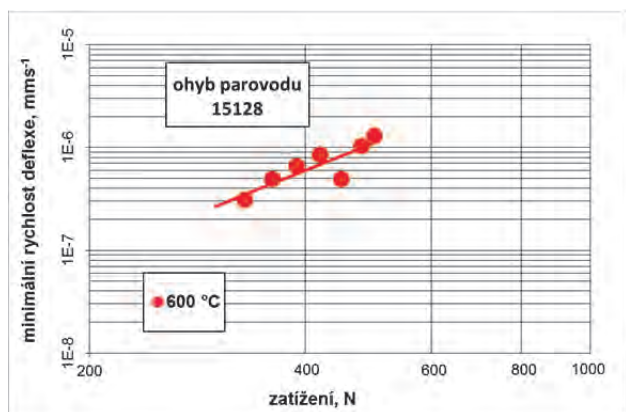
kde C_1 , C_2 , p a s jsou konstanty. V tab. 7 jsou uvedeny hodnoty příslušných koeficientů rov. (6), (7) a (9). Na obr. 5 jsou výsledky této kvantifikace pro materiál z ohybu parovodu znázorněny graficky ve tvaru bilogarithmické závislosti mezi dobou do lomu a aplikovaným zatížením. Obr. 6 ukazuje závislost rychlosti ustáleného tečení (deflexe) na aplikovaném zatížení a na obr. 7 je zobrazena závislost mezi dobou do lomu a rychlostí ustáleného tečení (deflexe), ve všech případech včetně uvedení regresní přímky příslušné závislosti.

Tab. 7 Koeficienty rov. (6), (7) a (9) pro materiál z ohybu parovodu
Tab. 7 Coefficients of eqs. (6), (7) and (9) for material from steam pipeline elbow

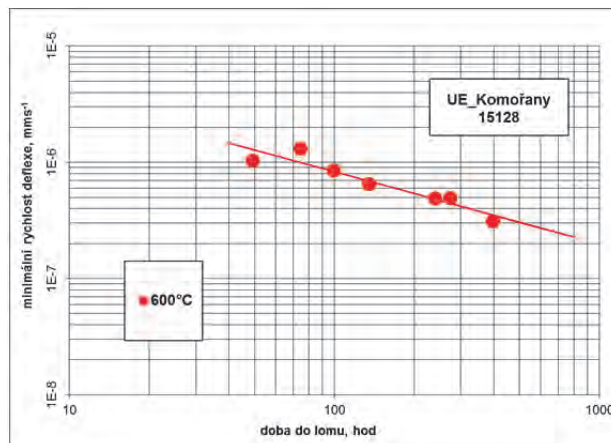
A_{SP}	n_{SP}	B_{SP}	m_{SP}	C_{SP}	s
9.85	2.96	-13.47	2.78	-4.84	0.62



Obr. 5 Korelační vztah mezi zatížením a dobou do lomu
Fig. 5 Correlation between loading and time to rupture



Obr. 6 Korelační vztah mezi zatížením a minimální rychlostí deflexe
Fig. 6 Correlation between loading and minimum deflection rate



Obr. 7 Korelační vztah mezi dobou do lomu a minimální rychlostí deflexe
Fig. 7 Correlation between time to rupture and minimum deflection rate

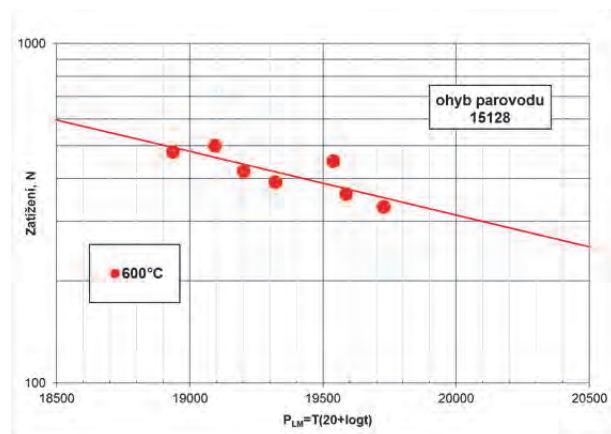
Jak vyplývá z údajů v tab. 7, odpovídají výsledky SPC zkoušek velice dobře předpokladům o podobnosti hodnot obou exponentů n_{SP} a m_{SP} v případech, kdy zkušební podmínky odpovídají uplatnění identických mechanismů creepu i existenci stejného strukturního stavu materiálu.

Hodnota exponentu p v původní Monkman-Grantově rov. (8) je větší nebo se rovná 1 pro naprostou většinu materiálů. Podobně by tomu mělo být i v případě SPC zkoušek, což se při experimentech nepotvrdilo a exponent dosahuje hodnoty pouze 0,62.

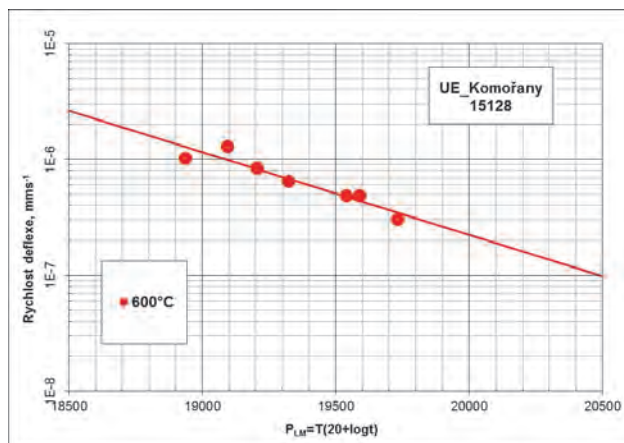
Pro účely extrapolace výsledků creepových, ale i SPC zkoušek se často používá Larson-Millerův parametr ve tvaru:

$$P_{LM} = T \cdot [C_{LM} + \log(t)], \quad (10)$$

kde T znamená teplotu (K), t je doba do lomu (h), C_{LM} je Larson-Millerova konstanta, v daném případě implicitně zvolena ve výši $C_{LM} = 20$. Tato parametrizace teploty a doby do lomu umožňuje dostat na jednu osu vliv obou těchto proměnných, a přímo tak srovnávat creepové zkoušky prováděné při různých teplotách. Ve sledovaném případě byly výsledky SPC zkoušek sestaveny do závislosti zatížení na Larson-Millerově parametru (obr. 8) a minimální rychlosti deflexe na Larson-Millerově parametru (obr. 9).



Obr. 8 Korelace mezi dobou do lomu a L-M parametrem
Fig. 8 Correlation between time to rupture and L-M parameter



Obr. 9 Korelace mezi minimální rychlostí deflexe a L-M parametrem
Fig. 9 Correlation between minimum deflection rate and L-M parameter

6. Aplikace výsledků pro odhad zbytkové životnosti

Vezmeme-li pro výpočet doby do lomu tangenciální napětí ve výši 142 MPa, které bylo určeno pro tento ohyb parovodu výpočtem s uvažováním relaxace vlivem tečení, pak při použití koeficientu bezpečnosti $k = 1,25$ vychází limitní napětí 177,5 MPa. Této hodnotě napětí odpovídá při použití převodního koeficientu $\Psi = 2,1$, který byl na řešitelském pracovišti stanoven srovnáním výsledků konvenčních creepových a SPCT zkoušek a který platí pro tuto skupinu ocelí (Cr-Mo-V nízkolegované oceli), zatížení u SPC zkoušek ve výši 373 N.

Za předpokladu platnosti Larson-Millerovy rovnice, sestavené z výsledků SPC zkoušek v celém uvažovaném teplotním intervalu, lze provést přepočty výsledků získaných na teplotě 600 °C na teplotu pracovní, tedy 490 °C. Výsledky tohoto přepočtu jsou pro zatížení odpovídající výše uvedenému pracovnímu napětí uvedeny v tab. 8 spolu s výsledky výpočtu doby do lomu pomocí Larson-Millerovy rovnice sestavené pro rychlost deflexe, která tomuto zatížení odpovídá.

Tab. 8 Odhad doby do lomu (h) pomocí Larson-Millerovy rovnice
Tab. 8 Estimation of time to rupture (h) by using Larson-Miller equation

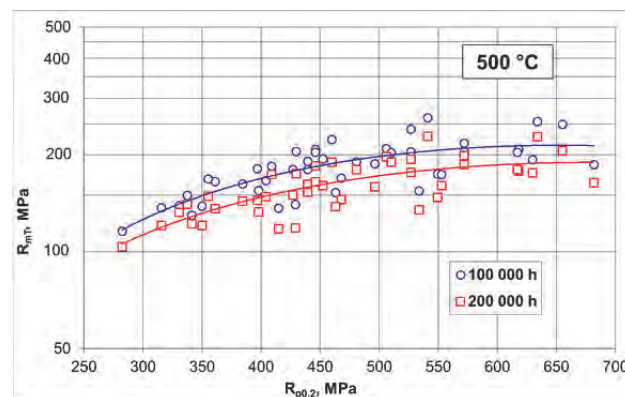
Zatížení (N)	Doba do lomu při teplotě	
	600 °C	490 °C
373	221	484 700
Rychlost deflexe (mm·s ⁻¹)	Doba do lomu při teplotě	
	600 °C	490 °C
$4,9 \cdot 10^{-07}$	232	394 700

Extrapolací stanovené doby do lomu jsou v obou případech velice vysoké. V zásadě však potvrzují výsledky ostatních rozborů, kdy jak pevnost, tak i mikrostruktura odpovídají v podstatě creepově neexponovanému materiálu. Může to být důsledek toho, že pracovní teplota parovodu je pro ocel 15 128 relativně nízká. Tato ocel má maximální teplotu použití až 580 °C a její nejběžnější

aplikace se pohybují okolo teploty 550 °C. Vezmeme-li do úvahy, že každým 30 °C teplotního rozdílu odpovídá zhruba řádový rozdíl v době do lomu, pak nejsou až tak vysoké očekávané doby do lomu velkým překvapením. Navíc i vzhledem k vysokým hodnotám meze kluzu i meze pevnosti lze větší creepovou odolnost očekávat také. Závislost meze pevnosti při tečení na velikosti meze kluzu byla u oceli 15 128 studována na mnoha tavných v širokém rozmezí pevnosti [14]. Na obr. 10 je ukázána tato závislost pro teplotu 500 °C a dobu do lomu 200 000 hodin a je možné z ní odečíst, že mezi kluzu na úrovni 600 MPa odpovídá mez pevnosti při tečení asi 200 MPa. Není tedy překvapivé, že výsledky SPC zkoušek predikují pro vypočtené napětí v daném uzlu 177,6 MPa dobu do lomu na úrovni 400 000 hodin. Chemické složení zkoušené oceli vyhovuje všem požadavkům specifikovaným v ČSN 41 5128 pro ocel 15 128.

Co je však překvapivé, je vzhled mikrostruktury oceli ve vztahu k její pevnosti. Ocel typu 0,5%Cr-0,5%Mo-0,3%V s mezí pevnosti pohybující se nad 700 MPa by měla vykazovat mikrostrukturu téměř bez feritu, což ale v hodnoceném případě neodpovídá. Mikrostruktura je tvořena převážně feritem v kombinaci s bainitem a perlittem (obr. 2 a 3).

Možností, jak dosáhnout vysoké meze pevnosti oceli s feriticko-perlitickou, či feriticko-bainitickou strukturou, je použití nízké teploty popouštění. Zjištěný stav mikrostruktury tuto možnost připouští, stejně tak jako ji implikuje i vysoký poměr meze kluzu k mezi pevnosti.



Obr. 10 Závislost meze pevnosti při tečení $R_{m500^\circ\text{C}/200000\text{ h}}$ na mezi kluzu pro ocel 15 128 [14]

Fig. 10 Dependence of creep strength $R_{m500^\circ\text{C}/200000\text{ h}}$ on yield stress for steel 15 128 [14]

7. Závěr

Metoda hodnocení malých vzorků včetně SPC zkoušek byla použita pro odhad zbytkové životnosti ohybu parovodní trubky po creepové expozici po dobu více než 270 000 hodin na teplotě 490 °C. Výsledek provedených analýz potvrdil nejen vysokou pevnost materiálu ohybu parovodu, ale i velmi malý stupeň rozpadu původní struktury a v souladu s tím i vysokou zbytkovou životnost dosahující statisíců hodin.

Poděkování

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

Literatura

- [1] Standards Press of China (SPC), Small punch test methods of metallic materials for in-service pressure equipments – part 1: General requirements, 2012, GB/T 29459.1–012.
- [2] Standards Press of China (SPC), Small punch test methods of metallic materials for in-service pressure equipments – part 2: Method of test for tensile properties at room temperature, 2012, GB/T 29459.2–2012.
- [3] The Society of Materials Science, Standard for small punch creep test – estimation of residual life for high temperature component. Japan, 2012, ISBN 978-4-901381-38-3.
- [4] ASTM WK 61832, New practice for Small Punch test method for metallic materials. Dostupné na <https://www.astm.org/database.cart/workitems/wk61832.htm>, (cit. 15. 11. 2018).
- [5] European Committee for Standardization, Small punch test method for metallic materials, 2007, CEN Workshop Agreement, CWA 15627:2007 E.
- [6] BREAR, J. M., KING, B. L. An Assessment of the Embrittlement Effect of Certain Residual Elements in Two Nuclear Pressure Vessel Steels. *Philos. Trans. R. Soc.*, London, Vol. A 235, 1980, s. 285–291.
- [7] FUJIBAYASHI, S., ENDO, T. Creep Behavior at the Intergranular HAZ of a 1.25Cr-0.5Mo Steel. *ISIJ International*, 42 (2002) 1309–1317.
- [8] BRUSCATO, R. Temper Embrittlement and Creep Embrittlement of 21/4Cr-Mo Shield Metal Arc Deposits. *Welding Journal* 49 (4). Welding Research Council Supplement, April 1970, pp. 148–156.
- [9] JAFFE, R. I. In *High Temperature Materials for Power Engineering 1990*. Proc., Ed.: E. Bachelet et al., 1990, Liege, Kluwer Academic Publishers, 589 p.
- [10] ČSN 41 5128. Ocel 15 128 Cr-Mo-V. Úřad pro normalizaci a měření. 1984.
- [11] ČSN EN ISO 18265 (420379) Kovové materiály – Převod hodnot tvrdosti. Český normalizační institut. 2004.
- [12] NEEDHAM, N. G., CANE, B. J. In *Conf. Advances Life Prediction Methods*. Proc., ASME No. 65, Albany, N.Y., 1983, pp. 65–72.
- [13] VGB TW 507. Microstructure Rating Charts for Evaluating the Microstructure and Creep Damage of High-Temperature Steels for High-Pressure Piping and Boiler Components, 2nd Edition, VGB Powertech, 2005.
- [14] JAKOBOVÁ, A., FILIP, M. Nepublikované experimentální výsledky.

Národní centrum pro energetiku na VŠB-TUO

VŠB – Technická univerzita Ostrava od začátku roku 2019 řídí Národní centrum pro energetiku. Ve spolupráci s dalšími výzkumnými organizacemi a firmami z energetického průmyslu vzniknou nové, účinnější a bezpečnější technologie i pro využití alternativních paliv a zajištění energetické soběstačnosti České republiky. Projekt Národního centra pro energetiku (TN01000007) je řešen s finanční podporou Technologické agentury České republiky.

„Národní centrum pro energetiku získalo u Technologické agentury České republiky, která projekt finančně podporuje, vůbec nejvyšší hodnocení,“ říká profesor Stanislav Mišák, hlavní řešitel projektu. „Spolupracovat na vývoji nových technologií budeme s dalšími 23 subjekty, jako jsou například Centrum výzkumu Řež, ČEZ, Doosan Škoda Power nebo Veolia Energie ČR,“ dodává profesor Mišák.

Právě energetika, suroviny a v té souvislosti i ekologie jsou jednou z hlavních oblastí výzkumu VŠB – Technické univerzity Ostrava, o čemž svědčí existence několika výzkumných ústavů, které na univerzitě působí: Výzkumné energetické centrum, Institut environmentálních technologií nebo Centrum ENET (Energetické jednotky pro využití netradičních zdrojů energie). Vědci, ale i studenti se zde dlouhodobě věnují efektivnímu využívání energie, vývoji nových technologií nebo alternativním palivům.

Cílem Národního centra pro energetiku je dlouhodobá spolupráce mezi předními výzkumnými organizacemi a hlavními aplikačními subjekty na trhu v oboru energetiky. Vědci a firmy budou navzájem sdílet infrastrukturu a své know-how. Vzniknou nové technologie vedoucí ke zvýšení účinnosti, bezpečnosti a spolehlivosti stávajících energetických celků, využití alternativních paliv pro zajištění surovinové nezávislosti a energetické soběstačnosti ČR a zvýšení spolehlivosti a bezpečnosti energetických sítí.

Národní centrum pro energetiku je jedním z 13 Národních center kompetence, které podporuje Technologická agentura České republiky. Program Národního centra kompetence je zaměřený na podporu dlouhodobé spolupráce mezi výzkumnou a aplikační sférou a posílení aplikovaného výzkumu.

Fracture Toughness of High Strength Steels for Parts Prepared by Metal Injection Molding

Lomová houževnatost vysokopevnostních ocelí pro díly vyrobené injektováním do formy

Ing. Martin Kraus, Ph.D.; Ing. Vratislav Mareš; Ing. Radek Tomášek; Ing. Mgr. Dědková Kateřina, Ph.D.; Lukáš Horský; Ing. David Dvořák

VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Materials Science and Technology; Regional Materials Science and Technology Centre, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Czech Republic

Metal injection molding (MIM) is a metalworking process, in which finely-powdered metal is mixed with a binder material to create a "feedstock" that is then shaped and solidified using injection molding. The materials produced in this way can have better usable and mechanical properties than materials produced by a standard metallurgical process. Fracture toughness is expressed in terms of parameters such as K_{Ic} , critical J-integral. The fracture toughness of 4 types of steel was determined. The mechanical properties of tested materials are relatively high, especially the ultimate strength. The materials are relatively brittle, and the K_{Ic} value itself may not provide large differences. The J-integral value, which takes into account the plastic behavior of materials may provide more precise results. The experimental testing was focused on instrumented impact toughness and fracture toughness. Knowledge of the fracture properties allows calculations of the residual life of structures containing a subcritical defect.

Key words: Fracture toughness; metal injection molding; mechanical properties; high strength steel

Metal injection molding (MIM) je proces výroby kovů, ve kterém se jemný práškový kov mísí s pojivem, čímž se vytvoří "surovina", která se následně tvaruje a tuhne za použití vstřikování. Proces MIM dovoluje tvarovat v jediném kroku objemné a složité díly. Takto vyrobené materiály mohou mít lepší užité a mechanické vlastnosti než materiály vyráběné standardními metalurgickými procesy. Uvedené materiály jsou v průmyslu široce používány jako součásti speciálních konstrukcí. Z materiálových vlastností bylo testování zaměřeno na lomovou houževnatost. Lomová houževnatost znamená odolnost materiálu vůči vzniku a následnému růstu trhliny. Vychází z mechaniky lomu a je v podstatě materiálovou charakteristikou, pomocí níž lze vypočítat nosnost konstrukčního prvku. Z praktického hlediska lze houževnatost charakterizovat jako schopnost materiálu absorbovat energii před tím, než porušení dosáhne určitého mezního stavu. Cílem zkoušky lomové houževnatosti je sledovat odezvu materiálu na přítomnost vady ve standardním zkušebním tělese obsahujícím nacyklovanou únavovou trhlínu. Výsledek je vyjádřen pomocí parametrů houževnatosti, jako je K_{Ic} , J-integrál nebo kritické rozevření trhliny. Sledována byla lomová houževnatost čtyř typů ocelí vyrobených MIM technologií. Materiály vyrobené MIM technologií mají poměrně vysoké mechanické vlastnosti, zejména maximální pevnost. Vzhledem k vysoké pevnosti jsou materiály relativně křehké a samotná hodnota houževnatosti K_{Ic} nemá velký rozptyl hodnot. Hodnota J-integrálu, která bere v úvahu plastické chování materiálů, je rovněž předmětem výzkumu. Samotné testování bylo zaměřeno na houževnatost a houževnatost s výpočtem J-integrálu. Znalost lomových vlastností umožňuje, aby konstrukční součást byla správně dimenzována a tím se zlepšila životnost. Lomové vlastnosti také umožňují výpočet zbytkové životnosti struktur obsahujících podkritickou vadu. Vzhledem k nárůstu použití MIM technologie pro výrobu konstrukčních prvků je velmi důležité tyto vlastnosti prověřovat.

Klíčová slova: Lomová houževnatost; vstřikolísování kovů do formy; mechanické vlastnosti; vysokopevnostní oceli

In metallurgy and material science, fracture toughness refers to a property, which describes the ability of a material containing a crack to resist further fracture. Fracture toughness is a quantitative way of expressing a material's resistance to brittle fracture when a crack is present. If a material has high fracture toughness, it is more prone to ductile fracture. Brittle fracture is characteristic of materials with less fracture toughness. Fracture toughness values may serve as a basis for material comparison, selection, structural flaw tolerance assessment or quality assurance. A large amount of

knowledge of failures and fractures, collected from both practice and material testing, contributed to the creation of a separate technical field - fracture mechanics. From basics, the fracture mechanics can be divided to: Linear elastic fracture mechanics (LEFM), applicable for the stress of bodies in the elastic strain area and Elastic-plastic fracture mechanics (EPFM), extended to stress in the elastic-plastic strain area [1]. The theory of Linear Elastic Fracture Mechanics (LEFM) has been developed using a stress intensity factor (K) determined by the stress analysis, and expressed as a function of stress and crack

size. The elements of fracture mechanics may be summarized in the form of a triangle having the 3 critical parameters situated at each apex: working stress, fracture toughness and critical flaw size. If two of the three parameters are known, the third can be calculated. Elastic-plastic mechanics (EPFM) theory uses the J-Integral concept first proposed by [1] as a path independent integral for characterizing crack tip stresses and strains [1–3]. All metallic materials and alloys that are commercially used in structural parts manifest some plastic deformation in the area of the crack tip when they are subjected to applied stress. The amount of plastic deformation at the crack tip is directly related to the material fracture toughness (the material's ability to resist cracking) and for a given material it varies as a function of part thickness [2, 4]. Metal injection molding (MIM) is a metalworking process, in which finely-powdered metal is mixed with a binder material to create a "feedstock" that is then shaped and solidified using injection molding. The molding process allows high-volume complex parts to be shaped in a single step. After molding, the part undergoes conditioning operations to remove the binder (debinding) and densify the powders. Finished products are small components used in many industries and applications [5–7]. There is a broad range of materials available when utilizing the MIM process. Traditional metalworking processes often involve a significant amount of material waste, which makes MIM a highly efficient option for the fabrication of complex components consisting of expensive/special alloys [6].

Tab. 2 Chemical composition of used steels (wt. %).
Tab. 2 Chemické složení daných ocelí (hm.%)

Steel	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni
16 720	0.14 - 0.21	0.17 - 0.37	0.25 - 0.55	1.35 - 1.65	---	---
15 142	0.38 - 0.45	0.17 - 0.37	0.50 - 0.80	0.9 - 1.2	0.15 - 0.30	max 0.5
14 260	0.50 - 0.60	1.30 - 1.60	0.50 - 0.80	0.50 - 0.7	---	max 0.5
1.7765	0.30 - 0.35	≤ 0.35	≤ 0.60	2.8 - 3.2	0.80 - 1.20	---

Generally valid specifications for configuration and sample preparation are given in section 7 [2]. All specimens were pre-cracked in three-point bending fatigue based upon the force P_m , as follows [1]:

$$P_m = \frac{0.5Bb_0^2\sigma_Y}{S}, \quad (1)$$

where B is width of specimen, b_0 is original remaining ligament and σ_Y is effective yield strength.

Fatigue pre-cracking requirements have not been fully complied with due to experimental measurement.

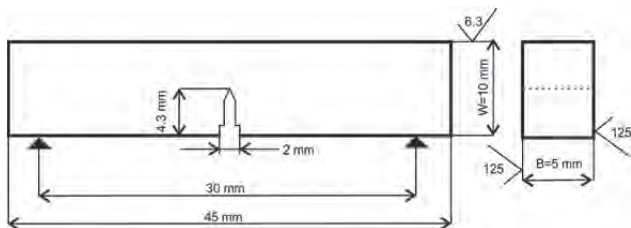


Fig. 1 Drawing of specimen geometry
Obr. 1 Geometrie vzorků

The research was aimed at a comparison of fracture properties of 4 high strength steels prepared by MIM. Comparison of fracture properties was carried out as in the area of linear elastic fracture mechanics – value K_{Ic} (K_{Ic}) and area of elastic-plastic fracture mechanics value J -integral. These values and their achievement are discussed in this article.

1. Materials and methods

2.1 Specimens

The materials used in this study present 4 types of commercial steels produced by Metal injection molding (MIM) technology. Types of steels with basic mechanical properties are listed in Tab. 1.

Tab. 1 Designation of used steels and their basic material properties
Tab. 1 Označení použitých ocelí a jejich mechanické vlastnosti

Steel	DIN Designation	Hardness HRC	Ultimate strength	Yield strength
			(MPa)	
16 720	17Ni4CrMo	43 – 47	1,480	1,180
15 142	42CrMo4	40 – 45	1,420	1,280
14 260	54SiCr6	45 – 47	1,560	1,190
1.7765	32CrMoV12-10	45 – 49	1,400	1,190

In table 2 is shown chemical composition mentioned steels in wt%.

The real dimensions of specimens are showed in Fig. 1 $W = 10$ mm, $B = 5$ mm, $l = 45$ mm, notch length 4.1mm span 30 mm and length of fatigue crack was set to $a = 1.3$ mm. Exact length of fatigue crack was measured after test. Measured characteristic during the test was COD (crack opening displacement in mm). Calculations of K for bend specimen at a force $P_{(i)}$, calculate K as follows:

$$K_{(I)} = \left[\frac{P_{iS}}{(BB_N)^{1/2}W^{3/2}} \right] f(a_i/W), \quad (2)$$

where:

$$f\left(\frac{a_i}{W}\right) = \frac{3\left(\frac{a_i}{W}\right)^{3/2} \left[1.99 - \left(\frac{a_i}{W}\right) \left(1 - \frac{a_i}{W}\right) \left(2.15 - 3.93\left(\frac{a_i}{W}\right) + 2.7\left(\frac{a_i}{W}\right)^2 \right) \right]}{2\left(1 + 2\frac{a_i}{W}\right) \left(1 - \frac{a_i}{W}\right)^{3/2}}. \quad (3)$$

For the single edge bend specimens, the value of J is calculated as follows:

$$J = J_{el} + J_{pl}, \quad (4)$$

where J_{el} is elastic component of J and J_{pl} is plastic component of J .

J calculations for the basic test method – at a point corresponding to v and P on the specimen force versus displacement record, calculate the J integral as follows:

$$J = \frac{K^2(1-v^2)}{E} + J_{pl}, \quad (5)$$

where K is the value from eq. (2) with $a = a_0$ and

$$J_{pl} = \frac{\eta_{pl} A_{pl}}{B_N b_0}, \quad (6)$$

where A_{pl} is area under force versus displacement record and $\eta_{pl} = 1.9$ if the load-line displacement is used for $A_{pl} = 3.667 - 2.199 (a_0/W) + 0.437 (a_0/W)^2$ if the crack mouth opening displacement record is used for A_{pl} , B_N is net specimen thickness ($B_N = B$ if no side grooves are present), and $b_0 = W - a_0$.

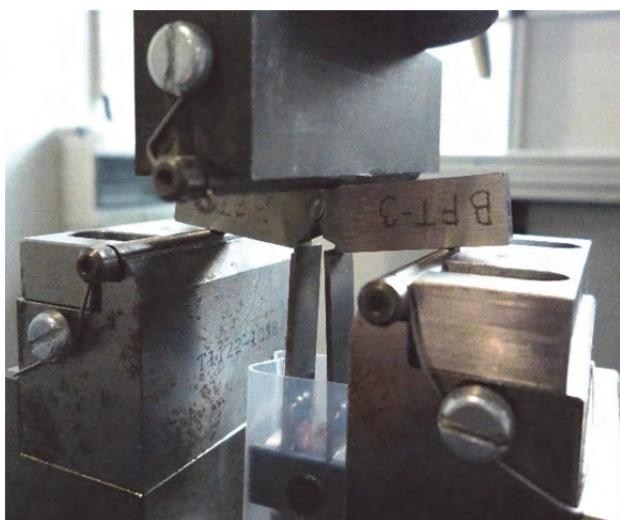


Fig. 2 Photo of the tested specimen in the testing machine

Fig. 2 Fotografie testovaného vzorku ve zkušebním stroji

There is another method for evaluation of J -integral based on resistance curve test method [2]. The method has more differences from the above mentioned method.

For general use, it is better to use the basic method of calculations. All fracture toughness tests were carried out on the servohydraulic mechanical testing machine (INSTRON 8802) at room temperature. Fig. 2 shows the broken specimen.

2. Results and discussion

Table 2 shows tested fracture material properties. Table combines fracture toughness value, J -integral value and Charpy impact energy. Other types of showed results are graphical dependence of load vs. COD. There are listed only typical plots for each steel. In Tab. 2 there are listed average values of test results. Fracture toughness test for

each material was repeated 5 times. Charpy impact test was repeated 6 times for each material.

Tab. 3 Results of material testing

Tab. 3 Výsledky testování

Steel	K_Q	st. deviation K_Q	J_Q - integral	st. deviation J_Q	Charpy impact energy
	(MPa·m ^{1/2})		(kJ·m ⁻²)		(J)
16 720	69	3,4	103	11,3	119
15 142	72	4,1	44	8,6	53
14 260	65	18,1	10	4,9	19
1.77656	74	3,05	20	3,02	32

Differences between results for one material were minimal with normal statistical deviation. From fracture toughness point of view, the value K_Q with unit MPa·m^{1/2} is written. However, all measurements did not fulfil the condition of plane deformation. This must be specified as K_Q . The value $2.5(K_Q/\sigma_{YS})^2$, where σ_{YS} is the 0.2 % offset yield strength in tension [8], shall be calculated. If this quantity is less than the specimen ligament size, $W-a$ then K_Q is equal to K_{Ic} . Otherwise, the test is not a valid K_{Ic} test. Expressions for calculating K_Q are given in the standard for each specified specimen configuration. If the test result fails to meet the requirements of standard, it will be necessary to use a larger specimen to determine K_{Ic} . [8, 9]. The minimum K_{Ic} value can be specified for production quality control and for acceptance of its standard. If the product is of sufficient size, the K_{Ic} value may be considered as representative. The specification of K_{Ic} values in relation to a particular application should signify that a fracture control study has been conducted for the component in relation to the expected loading and environment, and in relation to the sensitivity and reliability of the crack detection procedures that are to be applied prior to service and subsequently during the anticipated service life [9, 10].

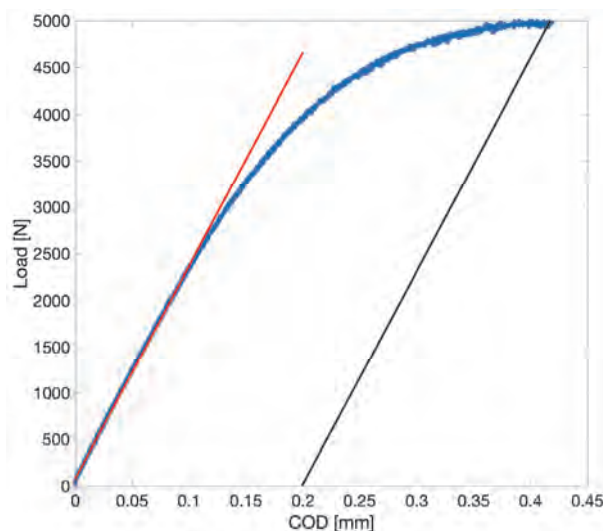


Fig. 3 Dependence of load on COD plot of 1672 steel

Obr. 3 Závislost síly na COD u oceli 1672

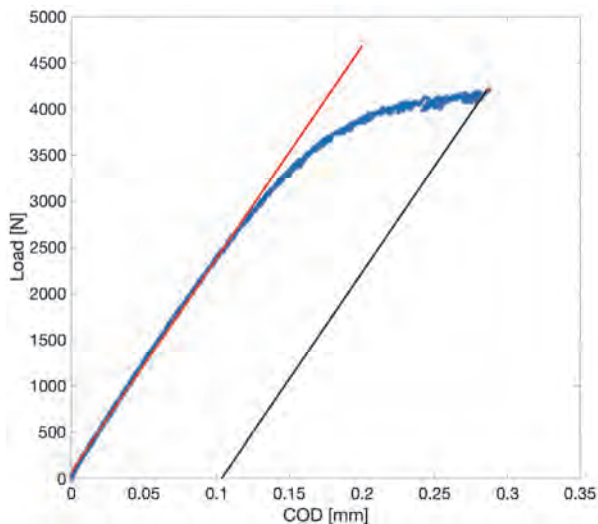


Fig. 4 Dependence of load on COD plot of 15142 steel
Obr. 4 Závislost síly na COD u oceli 15142

Values of fracture toughness that are presented in Tab. 2 do not have too many differences. It can be said that they are similar. The value, which takes into account only elastic properties on materials does not make it possible to determine, which material has better fracture behavior. Value of fracture toughness K_Q does not allow determination of differences between materials.

As it has been said, the value of J -integral (J_Q) taking into account plastic behavior allows determining the differences between tested materials.

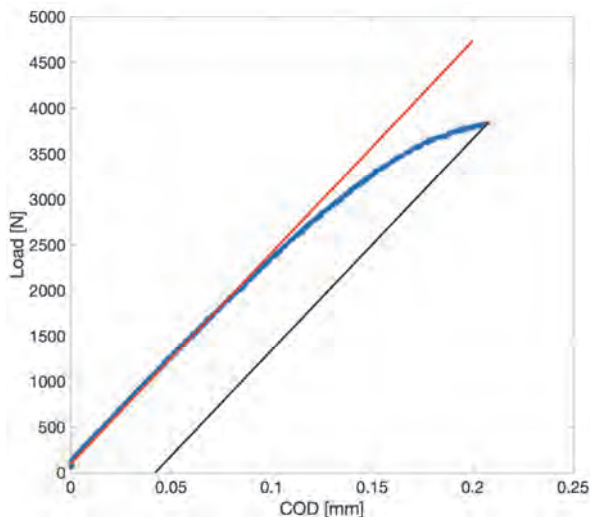


Fig. 5 Dependence of load on COD plot of 14260 steel
Obr. 5 Závislost síly na COD u oceli 14260

Value of J -integral mentioned in Tab.2 showed significant differences in material. Differences can be seen from Figs. 2 – 4.

Each figure defines plot taken from the test. There are plotted COD (crack opening displacement) vs. load dependence. Those plots precisely define plastic behavior of tested steels.

On the plots there are marked points for calculating of results, such as a straight line for calculation of P_q and

maximal force P_{max} . All calculations were performed by Matlab software.

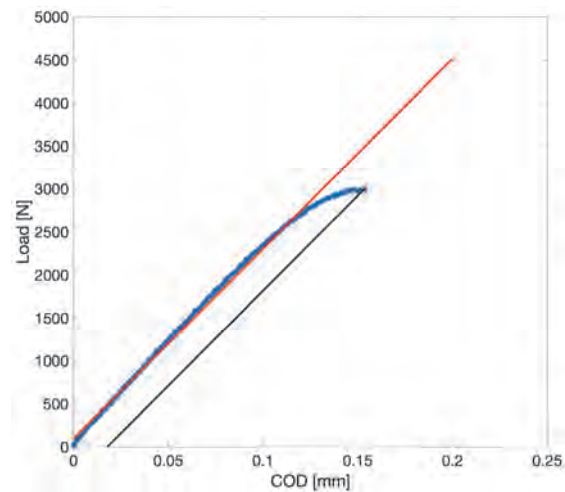


Fig. 6 Dependence of load on COD plot of 1.7765 steel
Obr. 6 Závislost síly na COD u oceli 1.7765

Conclusions

The present work investigated fracture toughness of steels prepared by method of metal injection molding. A study of fracture toughness parameters was conducted on 4 types of those steels. Static fracture toughness tests were carried out with evaluation of K_Q and J -integral values.

Fractures parameters values obtained using linear elastic fracture mechanics did not give well comparable results. These values have no significant differences between each other, and the fracture properties cannot be evaluated.

Considering results mentioned in table 3 was calculated value of elastic-plastic equivalent K_{JQ} from J - integral as follows:

$$K_{QC} = \sqrt{E' \cdot J_Q}, \quad (7)$$

where

$$E' = \frac{E}{1-\nu^2} \quad (8)$$

Comparison of calculated values is shown in table 4.

Tab. 4 Results comparison

Tab. 4 Porovnání výsledků

Steel	K_Q	J_Q - integral	K_{JQ}
	(MPa·m ^{1/2})	(kJ·m ⁻²)	(MPa·m ^{1/2})
16 720	69	103	48
15 142	72	44	21
14 260	65	10	15
1.77656	74	20	21

Results obtained by elastic-plastic fracture mechanics (EPFM), i.e. value of J -integral (J_Q) and calculated value K_{JQ} seems to be much more suitable for this case. The

value of J-integral and his elastic-plastic equivalent showed significant differences in fracture properties between the results of individual steels.

By comparison of individual results, it can be seen, that better plastic behavior has material 16720, on the other hand, the steel 1.7765 is brittle material. It means that the material 16 720 has the best resistance to the initiation of an unstable brittle cracking. Based on the results obtained, it can be concluded that the value K_q does not provide a good base for a comparison of the MIM material with high tensile properties. Using the EPFM, we get a good base for comparison of that material because we take into account the minimal plastic property. The results obtained by this method have significant differences.

Acknowledgement

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

References

- [1] RICE, J. R. A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks. *Journal of Applied Mechanics* [online], 35 (1968) 2, 379. Available from: <<http://appliedmechanics.asmedigitalcollection.asme.org/article.aspx?articleid=1398618>>.
- [2] ASTM E 1820-17A Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness. In: *ASTM International, West Conshohocken, PA* [online]. 2017. Available from: <www.astm.org>.
- [3] PEREIRA, M. V., DARWISH, F. A., CAMPELO, E. On the Relationship between J-integral and Crack Tip Opening Displacement in Elastic-plastic Fracture Mechanics. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 22 (2013) 8, 2271–2276.
- [4] FARAHMAND, B. Elastic-Plastic Fracture Mechanics (EPFM) and Applications. *Fracture Mechanics of Metals, Composites, Welds, and Bolted Joints*. Boston, MA: Springer, 2001, pp. 180–236. ISBN 978-1-4615-1585-2.
- [5] OHJI, T., MRITYUNJAY, S., HALBIG, M., MATHUR, S. E. *Advanced Processing and Manufacturing Technologies for Structural and Multifunctional Materials VI*. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, 2012. ISBN 9781118217528.
- [6] TORRALBA, J. M. Metal Injection Molding (MIM) of Stainless Steel. *Handbook of Metal Injection Molding*, Woodhead Publishing, 2012, pp. 393–414. ISBN 9780857096234.
- [7] ERDEM, O., URTEKIN, L.: An Investigation of Moldability and Mechanical Properties of MgO Added Alumina. *Kovove Materialy*, 56 (2018) 1, 41–53.
- [8] ASTM E8/E8M-16A Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. In *ASTM International, West Conshohocken, PA*. 2016.
- [9] ASTM E399-17 Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{Ic} of Metallic Materials. In *ASTM International, West Conshohocken, PA* [online]. 2017. Available from: <www.astm.org>.
- [10] ANDERSON, T. L. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*. [s.l.]: Taylor and Francis, N.W. Boca Raton, Florida, USA, 2005, 610 pp. ISBN 9781420058215.

Nový postup na obráběcím stroji s aditivní výrobní technologií

Frankfurt nad Mohanem, listopad 2018. Nový postup pro extrémní vysokorychlostní navařování laserem (Ehla) má skutečně úspěšný příběh: od roku 2012 intenzivní vývoj v Cáchách, důsledná realizace a odzkoušení systémové techniky v Nizozemsku a potom nasazení v průmyslu v Číně. Postup, který byl vyvinut ve Fraunhoferově ústavu pro laserovou techniku ILT a na katedře digitální aditivní výroby DAP Univerzity RWTH v Cáchách, obdržel cenu Bertholda Leibingera za inovace. Cena se uděluje od roku 2000 za mimořádné výzkumné a vývojové práce v oblasti využití nebo výroby laserového světla každé dva roky.

Návod na výrobu pravděpodobně nejrychlejšího zařízení pro povrchovou úpravu pomocí laseru je svým způsobem velmi jednoduchý: Vezmeme CNC soustruh, nainstaluje se zdroj laserových paprsků, obráběcí hlava a systém na přivádění prášku – a hotovo. Toto chytré využívání aditivní výrobní technologie bude představeno veřejnosti na veletrhu EMO Hannover 2019.

Nový postup řeší problém, který se týká zvláště výrobců velmi namáhaných kovových dílů. Díly se musí povrchově upravit, aby nedocházelo ke korozi nebo opotřebení. Extrémně vysoké jsou například požadavky na povrchovou úpravu dlouhých válců, které vzhledem ke slanému prostředí v moři rychle rezaví a opotřebovávají se. Tradiční postupy povrchové úpravy, jako je tvrdé chromování, termické stříkání a navařování jsou spojené s nevýhodami. Také laserové navařování se dosud prosadilo v této oblasti jen v jednotlivých případech.

Za úspěch na trhu vděčí vývojáři z Cách také dvěma odvážným holandským průkopníkům. Při hledání výrobce zařízení narazili vědci na zatím mladou firmu Hornet Laser Cladding B. V. z Lexmondu v Nizozemsku, k jejímž zakladatelům Jelmeru Brugmanovi a Franku Rijdsdijkovi mají už léta úzkou vazbu. V roce 2014 vzniklo v jejich továrně první zařízení Ehla. Přitom se jednalo v podstatě o „dostrojený“ automatický soustruh. Výhodou povlakování rotačně symetrických dílů je, že lze potřebné komponenty – tedy zdroje laserového paprsku, obráběcí hlavy Ehla a systém přivodu prášku – dobře zintegrovat a produktivita a systémová technika ve skupině „povlakování laserem“ ve Fraunhoferově ústavu ILT.

- z tiskové zprávy -

Lomové chování homogenních svarů z oceli HR3C během creepu při 650 a 700 °C

Creep Rupture Behaviour of Homogeneous Welds Made of HR3C Steel at 650 and 700°C

Ing. Jakub Řehořek¹; prof. Ing. Vlastimil Vodárek, CSc.¹; Dr. Ing. Zdeněk Kuboň²

¹ Vysoká škola báňská-Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická, Regionální materiálově technologické centrum, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Česká republika

² MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Regionální materiálově technologické centrum, Pohraniční 693/31, 703 00 Ostrava-Vítkovice, Česká republika

Nová austenitická ocel HR3C (X6CrNiNbN 25-20) se již používá při stavbě moderních bloků tepelných elektráren. V současné době však nejsou k dispozici relevantní data o mechanismech degradace této oceli za podmínek dlouhodobé creepové expozice, což bude významně komplikovat predikci zbytkové životnosti provozovaných komponent. Kritické oblasti konstrukcí představují především svarové spoje. Tento článek se zabývá lomovým chováním homogenních svarových spojů z oceli HR3C během creepové expozice při teplotě 650 a 700 °C. Svary byly studovány jednak ve stavu po svaření a jednak po žihání po svaření při teplotě 1230 °C. Výsledky creepových zkoušek svarů ve stavu po žihání byly lepší než výsledky získané ve stavu po svaření. Výpočtová creepová pevnost pro 10⁵ hodin při teplotě 650 a 700 °C je prakticky shodná pro základní materiál a homogenní svarové spoje žíhané po svaření na teplotě 1230 °C.

Klíčová slova: austenitická ocel HR3C; homogenní svarové spoje; tepelné zpracování po svaření; tepelně ovlivněná zóna; zkoušky tečení do lomu

Steel grade HR3C (X6CrNiNbN 25-20) represents an advanced austenitic steel for applications in superheater or reheater systems of modern blocks of fossil fuel power plants. Relevant information about long-term creep resistance and microstructural stability of this new steel grade is missing. This makes the prediction of residual life of components made of this steel very difficult. Critical parts of structures represent first of all weldments. This paper deals with creep rupture behaviour of homogeneous welds made of the HR3C steel during creep exposure at the temperature of 650 and 700°C.

Similar weld joints made of the HR3C steel tubes were manufactured using a combination of GTAW and SMAW welding technologies. Weld joints were studied in both the as-welded state (PW) and after the post-weld heat treatment at the temperature of 1230°C for 15 minutes (PWHT). Results of creep tests were better for welds subjected to post weld heat treatment at the temperature of 1230°C. The calculated creep strength for 10⁵ hours at temperature of 650°C and 700°C is practically identical for base material and homogeneous welds in the state after post-weld heat treatment at the temperature of 1230°C. Metallographic investigations proved coarsening of austenitic grain size in the heat affected zone (HAZ) of homogeneous welds, which resulted from the thermal cycle during welding. The heat treatment after welding at the temperature of 1230°C resulted in further coarsening of austenitic grains in the HAZ. Creep failure in most “cross-weld” specimens occurred in the HAZ.

Key words: austenitic steel HR3C; homogeneous weld joints; post-weld heat treatment; heat affected zone; “cross-weld” creep rupture tests

Nejrozšířenějším zdrojem elektrické energie v globálním měřítku jsou v současné době tepelné elektrárny, kde je tepelná energie získávána spalováním fosilních paliv. Přestože v posledních desetiletích dochází k rychlému rozvoji alternativních zdrojů energie, tepelné elektrárny si své dominantní postavení pravděpodobně udrží i v horizontu několika dalších desetiletí. To souvisí nejen s celkovými zásobami fosilních paliv, ale i s časovou nevyvážeností dodávek elektrické energie z alternativních zdrojů. Neustále rostoucí ceny elektrické energie a zároveň požadavky na snižování emisí vyvolávají tlak na zvyšování tepelné účinnosti nově budovaných nebo reno-

vovaných bloků tepelných elektráren. Toho lze dosáhnout zvyšováním parametrů páry, tj. teploty a tlaku páry na vstupu do parních turbín [1]. Využití páry s vysokými parametry je však podmíněno dostupností vhodných konstrukčních materiálů. V nedávné době byly vyvinuty nové značky žárovevných austenitických ocelí, které jsou v současné době již aplikovány v přehřívačích a přehřívačích modernizovaných energetických zařízení v České republice. Pro tyto nové oceli nejsou k dispozici relevantní údaje o jejich degradaci během dlouhodobého provozování, což bude výrazně komplikovat predikci zbytkové životnosti provozovaných komponent.

Novými značkami austenitických žárovevých ocelí je HR3C, Super304H a TP347HGF. Tyto oceli byly vyvinuty z původních značek AISI310S, AISI304H a AISI347H [1, 2]. Vykazují vyšší creepovou pevnost a odolnost proti vysokoteplotní oxidaci než předchozí generace austenitických ocelí [1]. Vzhledem ke svému vyváženému chemickému složení mají plně austenitickou matici, v některých případech s malým podílem δ -feritu [3]. Hlavní legujícím prvkem je chrom a nikl. Chrom stabilizuje ferit a také zaručuje korozivzdornost od minimálního obsahu 13 hm. % [4, 5]. Maximální obsah chromu v těchto ocelích nepřekračuje 25 hm. % [6]. Vyšší obsah chromu akceleruje tvorbu hrubých částic intermetalické σ -fáze (Fe-Cr). Nikl, mangan a dusík stabilizují austenit [4]. Dusík, vedle stabilizace austenitu, také zvyšuje hodnotu $R_{p0,2}$. Podle [7, 8] vyšší úroveň $R_{p0,2}$ může být dosaženo legováním molybdenem a wolframem. Velmi důležitým mechanismem zvyšování $R_{p0,2}$ je precipitace částic termodynamicky stabilních minoritních fází. Precipitáty musí účinně bránit pohybu dislokací. Mezi takové fáze v austenitických ocelích patří Z-fáze. Ocel Super304H obsahuje 3 hm. % Cu a zvýšený obsah niobu a dusíku. Částice ϵ -Cu se v austenitické matici vylučují jako sférické precipitáty, které mohou ovlivnit distribuci částic σ -fáze [6]. Chemická konstituce oceli TP347HFG se ve srovnání s předchozí generací této oceli nezměnila. Ocel HR3C má ve srovnání s předchozí generací oceli (AISI310S) definovaný obsah dusíku. Vyšší obsah dusíku snižuje citlivost této oceli na tvorbu nežádoucí σ -fáze.

Jemnozrnná struktura oceli HR3C, Super304H a TP347HFG úzce souvisí se stabilizačním účinkem niobu. To je výhodné pro homogenní růst oxidické vrstvy na vnitřním povrchu teplosměnných trubek. Malá zrna umožňují snadnější transport chromu k povrchu trubek, kde je matrice o chrom ochuzena. U oceli HR3C, vycházející z chemického složení 25Cr20Ni, se efektivně zabráňuje růstu austenitických zrn zvyšováním obsahu dusíku. Oceli TP347HGF a Super304H na bázi 18Cr8Ni dosahují jemnozrnné struktury kombinací tváření za studena a tepelného zpracování [3]. Povrch oceli Super304H je v mnoha případech zpracován technologií „shot peening“ (SP) [10].

Při aplikacích moderních austenitických ocelí v tepelné energetice se nelze vyhnout svařování. Svary obecně představují kritické oblasti konstrukcí. V této souvislosti je tento článek věnován studiu lomového chování homogenních svarových spojů z oceli HR3C v průběhu creepu na teplotách 650 a 700 °C. Jsou zde diskutovány creepové vlastnosti a mikrostruktura svarů ve stavu po svaření a ve stavu po tepelném zpracování po svaření při teplotě 1230 °C po dobu 15 min.

Experimentální materiál a metody studia

Homogenní svarové spoje z oceli HR3C byly zhotoveny z trubek o rozměrech $\varnothing 38 \times 6,3$ mm pomocí automatizované technologie orbitálního svařování 141 (TIG,

GTAW). Jako přídavný materiál byl použit drát ze slitiny na bázi niklu UTP A6170 Co (ekvivalent Thermanit 617, koncept „overmatching“). Hodnocení creepových vlastností a lomového chování bylo provedeno na „cross-weld“ vzorcích, které zahrnovaly základní materiál, obě tepelně ovlivněné zóny (TOZ) a svarový kov (SK). „Cross-weld“ vzorky byly zhotoveny z homogenních svarů ve stavu po svaření (PW) a také po tepelném zpracování po svaření (PWHT), které bylo provedeno ohřevem na teplotu 1230 °C s výdrží 15 minut a následným ochlazením ve vodě. Chemické složení studované tavy oceli je uvedeno v tab. 1.

Tab. 1 Tavební chemické složení oceli HR3C (hm.%)

Tab. 1 Heat chemical composition of HR3C steel (wt.%)

C	Mn	Si	P	Cr	Ni	N	Nb
0,06	1,19	0,41	0,016	24,9	19,9	0,26	0,44

Mechanické vlastnosti trubek HR3C v dodaném stavu (as-received AR) jsou shrnuty v tab. 2. Dlouhodobé zkoušky tečení do lomu při konstantním tahovém zatížení byly provedeny na vzduchu při teplotách 650 a 700 °C. Závislost napětí na době do lomu byla popsána pomocí Seifertovy parametrické rovnice (1) [12]:

$$\log(\sigma) = A_1 + A_2 \cdot P + A_3 \cdot P^2; P = T \cdot (\log(t_r) + A_4) \cdot 10^{-4} \quad (1)$$

kde σ je počáteční aplikované napětí, T je zkušební teplota, t_r je čas do lomu, A_1 až A_4 jsou konstanty a P je teplotně-časový parametr. Rov. (1) byla použita pro výpočet hodnot creepové pevnosti $R_{m/650^\circ\text{C}/10^5 \text{ h}}$ a $R_{m/700^\circ\text{C}/10^5 \text{ h}}$.

Tab. 2 Mechanické vlastnosti trubek z oceli HR3C v dodaném stavu

Tab. 2 Mechanical properties of HR3C tubes in as-received state

$R_{p0,2}$	R_{p1}	R_m	A
(MPa)			(%)
186	362	748	46

Cílem experimentálních prací bylo studium vlivu parametrů creepové expozice na lomové chování a mechanismy porušování „cross-weld“ vzorků ve stavech PW a PWHT. Mikrostrukturní rozborby byly provedeny pomocí světelné mikroskopie a rastrovací elektronové mikroskopie (SEM) na podélných řezech přetržených creepových vzorků. Podélné řezy byly připraveny elektrojiskrovým dělením. Mikrostruktura byla vyvolána leptáním v leptadle V2A. V rámci studia mikrostruktury v TOZ byla rovněž využita metoda difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD) v SEM. Vzorky pro EBSD studium byly připraveny metodou elektrolytického leštění. U vybraných přetržených creepových vzorků byla provedena fraktografická analýza lomových ploch. V rámci metalografického rozboru byla stanovena velikost a distribuce austenitických zrn v základních oblastech svarů. Na podélných řezech „cross-weld“ vzorků byly rovněž vyhodnoceny profily mikrotvrdosti HV0,5.

Experimentální výsledky

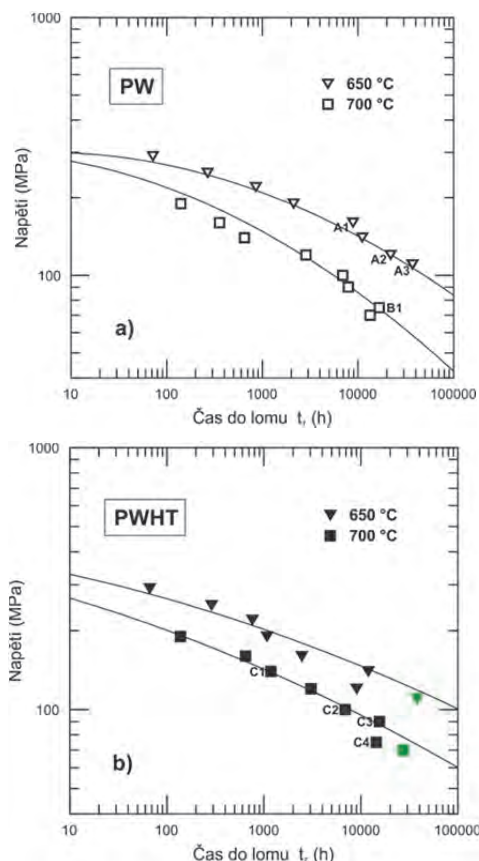
Data z dlouhodobých zkoušek tečení na teplotách 650 a 700 °C, včetně místa porušení tyčí (polohy lomu) jsou shrnuta v tab. 3.

Tab. 3 Parametry creepových zkoušek na „cross-weld“ vzorcích a polohy lomu

Tab. 3 Parameters of creep tests on cross-weld specimens and failure locations

Vzorek	Stav svaru	Teplota	Napětí	Čas do lomu	Creepová tažnost RA	Poloha lomu
		(°C)	(MPa)	(h)	(%)	
A1	PW	650	160	8968	51,1	ZM
A2	PW	650	120	22 256	5,6	TOZ
A3	PW	650	110	37 672	1,6	TOZ
B1	PW	700	75	16 883	-	TOZ
C1	PWHT	700	140	1188	14,7	SK
C2	PWHT	700	100	6958	-	TOZ
C3	PWHT	700	90	15 712	-	TOZ
C4	PWHT	700	75	14 531	13,4	ZM

Dosažené výsledky creepových zkoušek pro oba studované stavy (obr. 1) jsou korelovány se standardizovanými creepovými křivkami oceli HR3C [2]. Vzorky, na kterých bylo provedeno mikrostrukturní studium, jsou na obrázcích označeny A1 až A3, B1 a C1 až C4. Zelené symboly odpovídají doposud probíhajícím dlouhodobým creepovým zkouškám.



Obr. 1 Závislost aplikovaného napětí na čase do lomu: a) stav po svaření (PW), b) stav po tepelném zpracování po svaření (PWHT)

Fig. 1 Dependence of applied stress on time to rupture: a) as-welded state (PW), b) state after post weld heat treatment (PWHT)

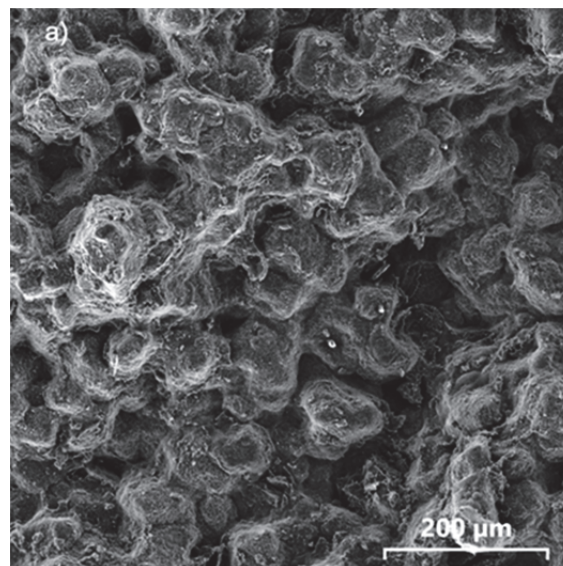
Výsledky creepové pevnosti vypočtené pro 10⁵ hodin při teplotě 650 a 700 °C jsou uvedeny v tab. 4. Standardizovaná pevnost při tečení pro ocel HR3C při teplotě 650 a 700 °C pro 10⁵ hodin dosahují hodnoty 114 a 66 MPa [2], což znamená, že dlouhodobá pevnost v tečení testovaných homogenních svarových spojů leží v povoleném tolerančním pásmu ±20 % kolem standardizovaných hodnot. Je zajímavé, že jak základní materiál, tak homogenní svarový spoj testovaný ve stavu po PWHT, mají pro obě aplikované teploty prakticky stejné výpočtové hodnoty pevnosti $R_{m/T/10^5 h}$ (tab. 4).

Tab. 4 Vypočtené hodnoty dlouhodobé creepové pevnosti pro 10⁵ hodin při teplotě 650 a 700 °C u základního materiálu (ZM) a homogenních svarových spojů studovaných pomocí „cross-weld“ vzorků (CW)

Tab. 4 Calculated values of long-term creep strength for 10⁵ hours at the temperature of 650 and 700 °C for base material (ZM) and homogeneous weld joints studied using cross-weld specimens (CW)

Vzorek	PW		PWHT	
	650 °C	700 °C	650 °C	700 °C
	$R_{m/T/10^5 h}$ (MPa)			
ZM	102	58	102	60
CW	84	43	101	60

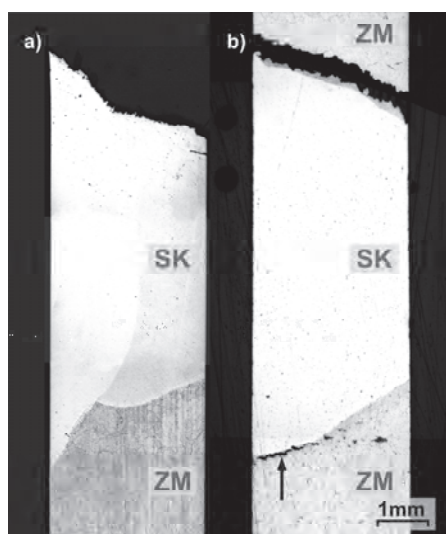
Hodnoty creepové tažnosti RA vykazovaly pro oba studované stavy, jak je patrné z tab. 3, výrazný pokles s prodlužující se dobou do lomu při obou studovaných teplotách. Pokles creepové tažnosti při delších dobách do lomu úzce souvisí s vývojem mikrostruktury, především s probíhajícími precipitačními procesy a s postupným rozvojem creepového poškození. V oceli HR3C lze v průběhu dlouhodobé expozice na teplotách 650 a 700 °C předpokládat intenzivní precipitaci následujících minoritních fází: NbX, M₂₃C₆, σ-fáze a Z-fáze. Negativní účinek na plastické vlastnosti oceli lze předpokládat především u hrubých částic σ-fáze.



Obr. 2 Interkrystalický creepový lom, vzorek A2

Fig. 2 Intergranular creep fracture, specimen A2

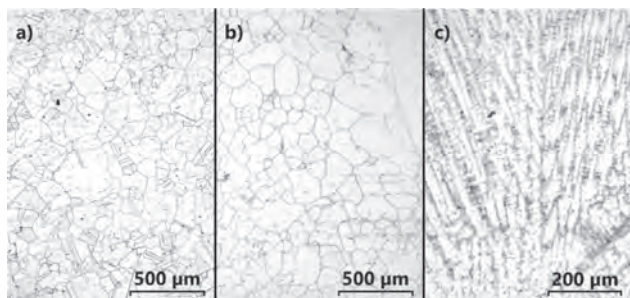
Na obr. 2 je dokumentována lomová plocha vzorku A2. Mikromechanismus porušení odpovídá interkrystalickému creepovému lomu a lomová plocha je zoxidována. Obr. 3 dokumentuje místa porušení „cross-weld“ vzorků C2 a A3. V obou případech došlo k lomu v TOZ. Creepové poškození se však simultánně rozvíjelo v několika oblastech „cross-weld“ vzorků. U vzorku A3 probíhaly kavitáční procesy v TOZ na obou stranách svarového kovu, což je v případě homogenních svarových spojů poměrně běžné. Šipka na obr. 3b) označuje trhlinu, která vznikla v protilehlé TOZ. V některých případech došlo v průběhu creepu ke vzniku trhlin i ve svarovém kovu. Získané výsledky svědčí o tom, že v průběhu creepové expozice se creepové poškození mohlo současně realizovat v několika oblastech „cross-weld“ vzorků a k finálnímu porušení pak došlo v nejslabším místě svarového spoje.



Obr. 3 Podélné řezy přetrženými „cross-weld“ vzorky: a) vzorek C2, b) vzorek A3, šipka označuje trhlinu v protilehlé TOZ

Fig. 3 Longitudinal sections through ruptured cross-weld specimen: a) specimen C2, b) specimen A3, arrow shows a crack in an opposite TOZ

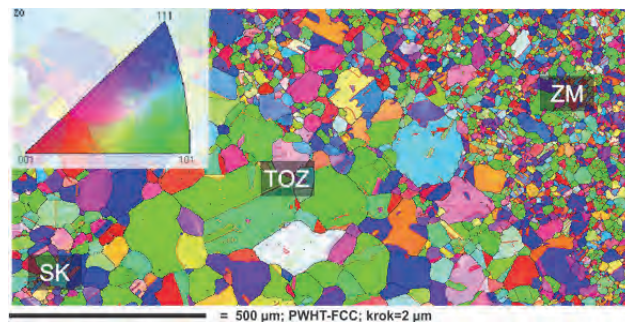
Mikrostruktura základních oblastí svarového spoje vzorku A1 je dokumentována na obr. 4. Základní materiál neovlivněný svařováním je tvořen austenitickými zrnky o střední velikosti cca 90 μm (obr. 4a). Zhrubnutí austenitického zrna v TOZ je zřejmé z obr. 4b. Šířka TOZ na obou stranách svarového kovu dosahovala přibližně 1,5 mm. Licí austenitická mikrostruktura svarového kovu je uvedena na obr. 4c.



Obr. 4 Mikrostruktura základních oblastí homogenního svarového spoje, vzorek A1, stav PW: a) ZM, b) TOZ, c) SK

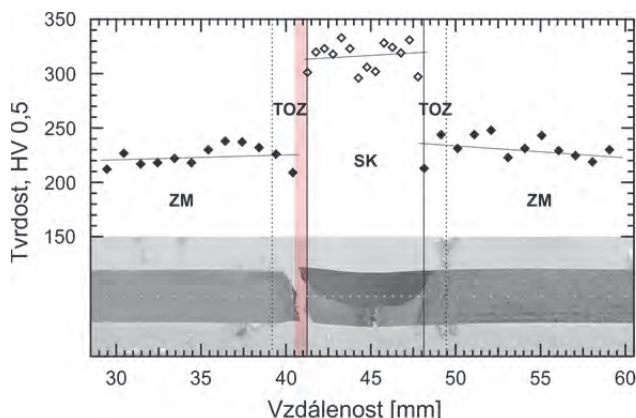
Fig. 4 Microstructure of basic areas of the homogeneous weld joint, specimen A1, PW state: a) ZM, b) TOZ, c) SK

Z údajů uvedených v tab. 3 je zřejmé, že k porušení většiny „cross-weld“ vzorků v průběhu creepové expozice došlo v TOZ. To platí jak pro stav po svaření, tak i pro stav po tepelném zpracování po svaření při teplotě 1230 $^{\circ}\text{C}$. Na obr. 5 je dokumentována orientační mapa inverzního pólového obrazce (IPF) v oblasti TOZ a navazujícího ZM a SK ve vzorku A1. Průměrná velikost austenitického zrna ZM byla za použití techniky EBSD stanovena na cca 85 μm .



Obr. 5 IPF orientační mapa pro směr ND znázorňující zhrubnutí austenitických zrn v TOZ svaru, podélný řez, vzorek A1

Fig. 5 IPF orientation map for ND, coarsening of austenite grains in TOZ, longitudinal section, specimen A1



Obr. 6 Profil mikrotvrlosti HV 0,5 podélný řez vzorkem A2

Fig. 6 HV 0.5 microhardness profile, longitudinal section through specimen A2

Lokální změny mikrostruktury v kritických oblastech svarových spojů je možné efektivně studovat pomocí hodnocení mikrotvrlosti. Mikrotvrdst na podélných řezech porušenými creepovými zkouškami byla měřena v souladu se standardem ASTM E384. Výsledky měření profilu mikrotvrlosti HV 0,5 na vzorku A2 ve stavu po svaření jsou dokumentovány na obr. 6. Hodnoty mikrotvrlosti v TOZ se významněji nelišily od okolního ZM. Lokality lomu je na obr. 6 znázorněna červenou linií. Mikrotvrdst svarového kovu byla významně vyšší než mikrotvrdst svařováním neovlivněného základního materiálu a TOZ. V žádné oblasti svarového spoje mikrotvrdst nepřekročila hodnotu 350 HV.

Tepelné zpracování homogenního svarového spoje na teplotě 1230 $^{\circ}\text{C}$ nemělo za následek významnější změny úrovně mikrotvrlosti základního materiálu a TOZ, ale bylo doprovázeno výrazným poklesem mikrotvrlosti svarového kovu.

Diskuse

Výsledky creepových zkoušek do lomu na „cross-weld“ vzorcích prokazují, že creepové vlastnosti homogenních svarových spojů z oceli HR3C po PWHT při teplotě 1230 °C jsou pro teploty zkoušení 650 a 700 °C lepší než vlastnosti těchto svarů ve stavu po svaření. Provedené creepové zkoušky jednak na „cross-weld“ vzorcích a jednak na základním materiálu ukázaly, že extrapolovaná dlouhodobá creepová pevnost homogenního svarového spoje je velmi blízká dlouhodobé creepové pevnosti základního materiálu. Obdobné chování svarů austenitických žárovevých ocelí bylo dříve pozorováno v těch případech, kdy byl použit předimenzovaný (overmatching) svarový kov, který vykazoval vyšší creepovou pevnost než ostatní části svarového spoje. Kritická poloha oblasti porušení se při vyšších teplotách a delších časech creepové expozice posouvala z TOZ do ZM a svarový spoj již nepředstavoval nejslabší část konstrukce [13].

Ve stavu po svaření (PW) prokázal metalografický rozbor porušených creepových zkoušek přítomnost úzké TOZ, ve které se vyskytovala zhrublá zrna austenitu. Žíhání svarů při teplotě 1230 °C (PWHT) mělo za následek další významné zhrubnutí austenitických zrn v TOZ. Hrubozrnná struktura je obvykle náchylnější k mezikrystalové korozi.

Závěr

Creepové zkoušky do lomu na „cross-weld“ vzorcích z homogenních svarů oceli HR3C ukázaly, že dlouhodobá creepová pevnost svarových spojů byla v povoleném rozmezí ± 20 % kolem standardizované křivky creepové pevnosti pro ocel HR3C. Výsledky creepových zkoušek do lomu na „cross-weld“ vzorcích homogenního svarového spoje ve stavu po žíhání po svaření na teplotě 1230 °C po dobu 15 minut byly lepší než výsledky získané na vzorcích ve stavu po svaření. Výsledky extrapolace experimentálních dat ukazují, že se zvyšující se teplotou a časem do lomu základní materiál a homogenní svarové spoje ve stavu po tepelném zpracování po svaření mají prakticky stejnou úroveň creepové pevnosti. Metalografický rozbor prokázal zhrubnutí austenitických zrn v TOZ hodnocených svarových spojů ve stavu po svaření, které bylo způsobeno teplotním cyklem během svařování. Tepelné zpracování po svaření na teplotě 1230 °C vedlo k dalšímu významnému zhrubnutí austenitických zrn v TOZ. Interkrystalický creepový lom

u většiny studovaných „cross-weld“ vzorků nastal v TOZ. Creepové poškození se obvykle současně rozvíjelo v několika oblastech „cross-weld“ vzorků, přičemž k finálnímu porušení došlo v oblasti, která byla pro dané podmínky zkoušení nejslabší.

Poděkování

Tento článek vznikl v rámci Projektu č. LO1203 „Regionální materiálové technologické centrum – Program udržitelnosti“ financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.

Literatura

- [1] EPRI RESEARCH INSTITUTE. *Boiler Materials for USC Plant* [online]. Created on 2003. 28 p. [cit. 2018-02-26]. Available from: <https://netl.doe.gov/File%20Library/Events/2003/materials/Viswanathan.pdf>
- [2] VdTÜV MATERIAL SHEET. *Heat Resistant Rolled and Forged Steel X6CrNiNbN25-20 (1.4952)*. Issued 2009, 5 p.
- [3] YOSHIKAWA, K., TERANISHI, H., TOKIMASA, K. Fabrication and Properties of Corrosion Resistant TP347H Stainless Steel. *Journal of Materials Engineering*, 10 (1988) 1, 69–83.
- [4] LO, K. H., SHEK, C. H., LAI, J. K. L. Recent Developments in Stainless Steels. *Materials Science and Engineering*, 65 (2009) 4, 39–104.
- [5] ZOHU, Y., LIU, Y., ZOHU, X. Precipitation and Hot Deformation Behavior of Austenitic Heat-Resistant Steels. *Journal of Materials Science & Technology*, 33 (2017) 12, 1448–1456.
- [6] ROSSER, J. C., BASS, M. I., COOPER C. Steam Oxidation of Super 304H and Shot-peened Super 304H. *Materials at High Temperatures*, 29 (2014) 2, 95–106.
- [7] SKLENIČKA, V., KUCHAROVÁ, K., KVAPILOVÁ, M. Creep Properties of Simulated Heat-affected Zone of HR3C Austenitic Steel. *Materials Characterization*, 128 (2017) 238–247.
- [8] ZHANG Z., HU, Z., TU, H. Microstructure Evolution in HR3C Austenitic Steel during Long-term Creep at 650 °C. *Materials Science and Engineering*, 681 (2016) 74–84.
- [9] VODÁREK, V. Stability of Z-phase and M6X in Creep-resistant Steels. *Scripta Materialia*, 66 (2012) 9, 678–681.
- [10] NARULA R. G., KOZA, D., WEN, H. Impacts of Steam Conditions on Plant Materials and Operation in Ultra-supercritical Coal Power Plants. *Ultra-Supercritical Coal Power Plants*, (2013) 23–56.
- [11] WANG, B., LIU, Z., CHENG, S. Microstructure Evolution and Mechanical Properties of HR3C Steel during Long Term Aging at High Temperature. *Journal of Iron and Steel Research*, 21 (2014) 8, 765–773.
- [12] SEIFERT, W. *Heat-resistant Metallic Materials*. Zittau: Technical Institute, 1977.
- [13] ASME MATERIAL STANDARD. *Boiler and Pressure Vessel Code, Code Case N-47-32: Class 1 Components in Elevated Temperature Service*, 1998.

Vliv lokality odběru na hodnocení lomového chování velkých výkovků používaných v energetickém strojírenství

Influence of Place of Sampling on Evaluation of Fracture Behaviour of Large Forgings Used in Power Engineering

Ing. Ladislav Kander; Ph.D.; Ing. Petr Čížek, Ph.D.; Ing. Šárka Stejskalová

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

V článku je uvedeno porovnání základních mechanických a křehkolomových vlastností a struktury velkého výkovku pláště nádoby pro JE aplikaci se zohledněním závislosti těchto vlastností na lokalitě odběru zkušebních vzorků. Lokality odběru zkušebních vzorků vycházejí z použitých technologií výroby velkého výkovku. Článek se zaměřuje zejména na využití miniaturizovaných zkušebních těles pro hodnocení křehkolomových vlastností na základě koncepce „Master Curve“. Experimentální výsledky ukazují, že i když se neprokázal rozdíl ani v chemickém složení, ani v úrovni základních mechanických vlastností, lze pozorovat výrazné odlišnosti v úrovni křehkolomových vlastností charakterizované hodnotou referenční teploty T_0 , která byla stanovena pomocí $1/2$ CT těles pro každou hodnocenou lokalitu. Podobné rozdíly také ukazují přechodové teploty stanovené Vidalovou křivkou ze zkoušek rázem v ohybu.

Klíčová slova: velký výkovek; křehkolomové chování; křehkolomové vlastnosti, instrumentované zkoušky; Master křivka

The paper deals with comparison of chemical composition, mechanical properties, as well as fracture behaviour of steel 15Cr2NiMoVA of class 1, which is usually used for application in nuclear power engineering. Heavy forging most often became inhomogeneous due to segregation processes during solidification. These processes can affect significantly targeted properties, especially from the point of view of brittle fracture. Mechanical properties evaluated by standard tensile tests cannot show any significant changes in yield stress and tensile strength. A significant change in brittle to ductile behaviour can be on the other hand observed on the results obtained by standard Charpy test focused on FATT transition temperature evaluation, and fracture toughness tests based on Master curve concept covered at these days by ASTM 1971 standard. Obtained results show that in the case of chemical analysis, mechanical properties, as well as metallography examination, significant differences, have been found; in the case of fracture behaviour evaluated both by Charpy (even instrumented) tests and fracture toughness tests using miniaturized $1/2$ CT specimens, changes in fracture resistance have been found. Quantification can be done either as a difference of transition temperature (approx. 30°C) or reference temperature shift that was indicated in high of 63°C for upper parts of examined forging.

Key words: heavy forging; fracture behaviour; brittle fracture properties; instrumented tests, Master Curve

Hodnocení mechanických a zejména křehkolomových vlastností velkých výkovků je ve své podstatě vždy závislé na konkrétní lokalitě odběru a její poloze ve vztahu k předchozí technologii výroby. Hlavní vliv na výsledné užité vlastnosti mají zejména technologie kování a následného tepelného zpracování. V poslední době se v Evropě objevilo několik případů, zejména u aplikací pro JE v zemích západní Evropy, kdy byly shledány problémy na provozovaných celcích. V řadě případů totiž vznikaly v důsledku nepřítli dokonalé technické přípravy výroby v těchto velkých komponentech segregace prvků, které by při dlouhodobém provozu mohly mít za následek akcelerovanou degradaci užitečných vlastností. V průběhu výroby je nutné eliminovat kritická místa, v nichž by mohly v důsledku přirozených termodynamických podmínek spojených s chladnutím velkých ingotů takové segregace nastat. Zmíněné segregace (zejména segregace C) mají nepříznivý vliv z pohledu

dlouhodobé životnosti. Díky inovativnímu přístupu technologie kování jak částí PG a KO ve společnosti Vítkovice, a.s., tak dalších JE komponent reaktorových nádob ve společnosti Škoda Plzeň v době výstavby našich jaderných elektráren byly v důsledku dodatečných tvářecích operací eliminovány škodlivé vlivy takových nebezpečných míst. Tomu napomohla technologie (tváření s převrácenou osou výkovku), kdy kritická místa byla soustředěna do oblastí, jež byly z těla výkovku následně vyděrovány, a tedy nemohly mít negativní vliv na provoz komponent a degradaci jejich vlastností.

Tyto znalosti a dovednosti však nejsou přijímány v praxi všeobecně. Tento článek proto prezentuje výsledky zkoušek křehkolomových vlastností v závislosti na lokalitě odběru zkušebního vzorku ve vztahu k orientaci ingotu tak, jak jej dnes vyrábí zahraniční výrobci.

Experimentální materiál a metody

Jako experimentální materiál byl zvolen velký výkovek určený pro JE aplikaci vyrobený na východě Evropy. Na základě velikosti dodaného polotovaru byla pro ověření vlivu lokality odběru zkušební vzorku na materiálové charakteristiky předmětného velkého výkovku použita horní (označení P) a spodní část (označení D) výkovku, jehož prostorová orientace odpovídala poloze ingotu z materiálu 15Cr2NiMoVA class 1 při jeho odlévání. Z obou vybraných lokalit (P a D) byly identicky odebrány vzorky pro kontrolní chemický rozbor, zkušební tělesa pro zkoušky základních mechanických vlastností včetně metalografického rozboru optickou metalografií a rovněž miniaturizovaná $\frac{1}{2}$ CT tělesa pro stanovení křehkolomových vlastností, jmenovitě polohy tranzitní teploty na základě určení referenční teploty T_0 . Na řešitelském pracovišti bylo rovněž provedeno hodnocení instrumentované tvrdosti.

Hodnocení pevnostních a plastických vlastností, jakož i křehkolomových vlastností zkouškami lomové houževnatosti bylo provedeno na servohydraulickém zkušebním zařízení MTS 100 kN, které bylo pro účely zkoušek lomové houževnatosti vybaveno klimatizovanou komorou umožňující provádění zkoušek při teplotách pod bodem mrazu.

Hodnocení odolnosti vůči náhlému nestabilnímu porušení bylo rovněž provedeno pomocí instrumentované zkoušky rázem v ohybu na kyvadlovém kladivu s maximální hodnotou energie rázu 400 J.

Metalografické hodnocení bylo provedeno pouze optickou metodou na mikroskopu Olympus se zaměřením na nalezení rozdílů struktury mezi oběma lokalitami.

Hodnocení mechanických vlastností bylo doplněno využitím měření instrumentované tvrdosti na zařízení Zwick-Roel.

Výsledky experimentů a jejich diskuse

Výsledky jednotlivých kontrolních chemických rozborů v obou odběrových lokalitách jsou uvedeny v tab. 1.

Tab. 1 Chemické složení jednotlivých lokalit výkovku z materiálu 15Cr2NiMoVA (hm. %)

Tab. 1 Chemical composition of the two parts of forging made of die steel 15Cr2NiMoVA (wt. %)

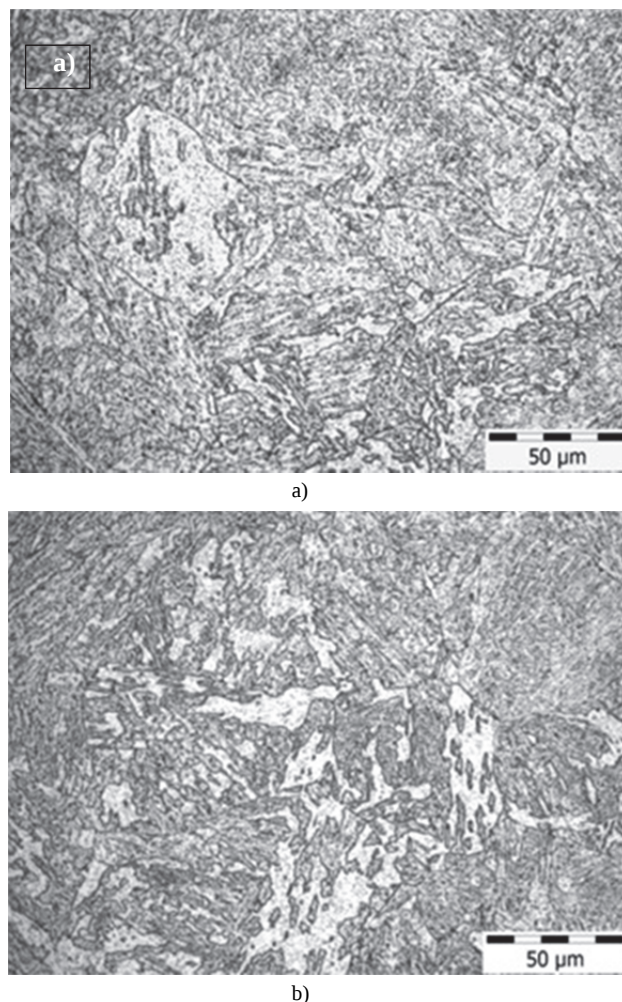
Lokalita	C	Mn	Si	Ni	Cr
Spodní část (D)	0,15	0,37	0,24	1,18	2,03
Horní část (P)	0,15	0,36	0,25	1,16	2,02
Lokalita	Mo	V	Cu	P	S
Spodní část (D)	0,60	0,11	0,019	0,008	0,002
Horní část (P)	0,59	0,10	0,020	0,008	0,002

Výsledky kontrolního rozboru chemického složení obou hodnocených lokalit ukázaly pouze marginální rozdíly

v obsazích jednotlivých prvků. Celý výkovek je tedy možno považovat za chemicky homogenní, a to i navzdory velkým rozměrům odlitého ingotu, kdy by se daly očekávat problémy s tuhnutím a s tím související segregací.

V dalším kroku bylo v obou částech provedeno hodnocení mikrostruktury, mechanických vlastností tahovými zkouškami, instrumentované měření tvrdosti, křehkolomových vlastností s využitím stanovení Vidalovy křivky zkouškou rázem v ohybu a tranzitních teplot. Ke komplexnímu hodnocení se rovněž vycházelo z lomové mechaniky a koncepce referenční teploty s využitím miniaturizovaných $\frac{1}{2}$ C(T) těles za účelem sestavení teplotní závislosti lomové houževnatosti založené na koncepci Master křivky

Metalografická analýza zjistila bainitickou strukturu na obou částech výkovku (obr. 1). Z obrázků mikrostruktur je však patrná jemnější struktura v horní části ingotu oproti dolní části.



Obr. 1 Mikrostrukturní rozbor ve spodní části (a) a horní části (b) ingotu

Fig. 1 Microstructure of lower (a) and upper part (b) of forging

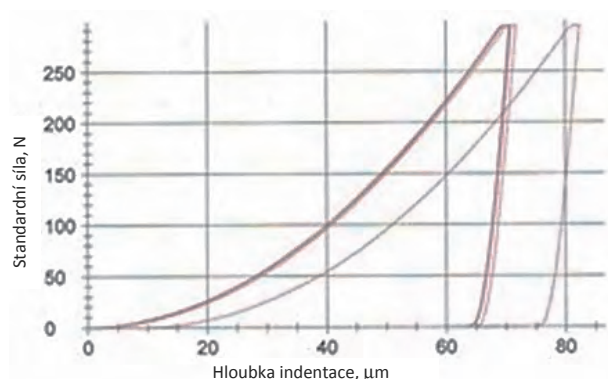
Pro dosažení informací o základních mechanických vlastnostech byly posuzovány také základní mechanické vlastnosti stanovené zkouškou tahem. Zkušební tělesa pro

zkoušku tahem byla odebrána z obou hodnocených lokalit a vlastní zkoušky tahem byly provedeny při pokojové teplotě na válcových zkušebních tělesech o průměru 6 mm. Výsledky zkoušek jsou shrnuty v tab. 2. V ní lze pozorovat, že pevnostní i plastické vlastnosti v obou odběrových místech jsou prakticky shodné.

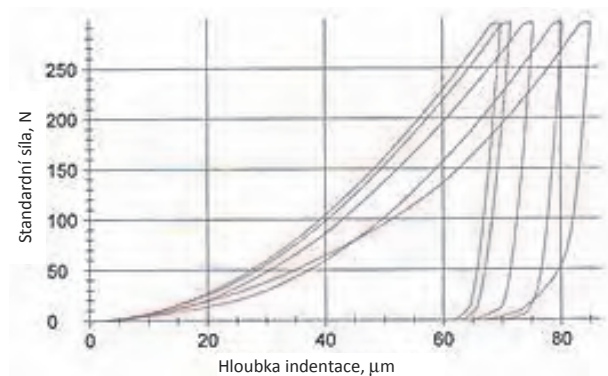
Pro instrumentované měření tvrdosti byl použit tvrdoměr Zwick/Roell a jako vnikající těleso – jehlan s vrcholovým úhlem 136°. Ze závislosti síla vs. posunutí indentoru byla stanovena tvrdost podle Martense HM jako podíl zatěžovací síly a plochy vtisku vnikajícího tělesa pronikajícího za nulový bod dotyku [1]. K měření tvrdosti byla připravena sada 5 vzorků z každé lokality. Porovnání zatěžovacích křivek je uvedeno na obr. 2. Výsledky měření tvrdosti shrnuje tab. 3. Z ní je patrné, že maximální naměřené hodnoty tvrdosti výkovku dle Martense v obou lokalitách jsou obdobné. Rozptýl hodnot tvrdosti HM byl pozorován u obou lokalit v závislosti na místě vpichu.

Tab. 2 Mechanické vlastnosti ve spodní a horní části výkovku
Tab. 2 Mechanical properties of upper and lower part of forging

Lokalita	$R_{p0,2}$	R_m	A	Z
	(MPa)		(%)	
Spodní část (D)	649	550	24	78
Horní část (P)	657	558	24	78



a)



b)

Obr. 2 Porovnání křivek instrumentované tvrdosti v lokalitě D (a) a P (b)

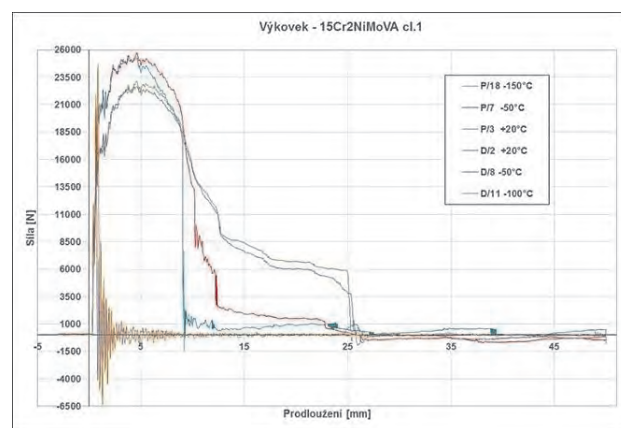
Fig. 2 Comparison of curves of instrumented hardness at locations D (a) and P (b)

Tab. 3 Mechanické vlastnosti ve spodní a horní části výkovku
Tab. 3 Mechanical properties of upper and lower part of forging

Lokalita	Střední hodnota HM	Směrodatná odchylka
	(MPa)	
Spodní část (D)	2208	29
Horní část (P)	1932	307

Zkouška rázem v ohybu byla provedena na instrumentovaném kyvadlovém Charpyho kladivu o nominální energii 450 J na dvou sadách zkušebních těles typu Charpy s V-vrubem odebraných z každé lokality [2]. Zkušební teploty byly voleny od -150 °C do 20 °C tak, aby bylo možné sestavit celou Vidalovu křivku pokrývající oblasti horních a dolních prahových hodnot i přechodovou oblast. Na každém tělese byly stanoveny hodnoty absorbované energie, podílu houževnatého lomu i příčného rozšíření.

Na obr. 3 je dokumentován záznam síla vs. průhyb zkušebního tělesa z instrumentované zkoušky rázem v ohybu pro vybrané teploty a místa odběru vzorku. Plocha pod křivkou určuje práci spotřebovanou při lomu zkušebního tělesa. Z obrázku je patrné, že přibližně stejné průběhy grafu byly získány pro jednotlivé lokality při významně odlišných teplotách zkoušení. Naopak zcela odlišný průběh záznamu pro obě lokality lze pozorovat při stejné teplotě -50 °C. Křehkolomové vlastnosti, na rozdíl od vlastností mechanických a chemických, tak vykazují významně jiné chování v závislosti na konkrétní hodnotě lokalitě.



Obr. 3 Záznam instrumentované zkoušky tvrdosti a lokality odběru
Fig. 3 Record of instrumented hardness test and sample location

Výše uvedené závěry z hodnocení instrumentovanou zkouškou rázem v ohybu rovněž podporují Vidalovy křivky sestavené pro podíl houževnatého lomu (obr. 4). Z křivek je patrné, že existuje výrazný posun tranzitní teploty, v tomto konkrétním případě tranzitní teploty odpovídající polovičnímu podílu houževnatého lomu na ploše standardního zkušebního tělesa pro zkoušku rázem v ohybu. Jak je patrné z obr. 4, Vidalova křivka sestavená pro spodní část výkovku je posunuta významně doprava směrem k vyšším hodnotám teploty. Pro stejnou zkušební

teplotu tedy bylo dosahováno nižšího podílu houževnatého lomu na lomové ploše zkušební tělesa.



Obr. 4 Vidalovy křivky ze spodní (D) a horní (P) části výkovku [8]

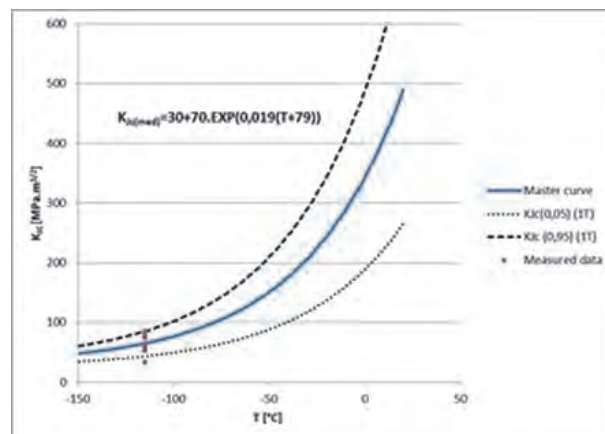
Fig. 4 Vidal curves for lower (D) and upper (P) part of forging

Jednou z veličin kvantifikujících křehkolomové chování materiálu je tranzitní teplota T_b , která je stanovena z Vidalovy křivky pro 50 % houževnatého lomu. Zatímco tranzitní teplota v horní části výkovku je -85°C , v jeho dolní části je o 30°C vyšší (dosahuje hodnoty -55°C). Přestože jsou obě hodnoty tranzitních teplot dostatečně nízké, aby byl prakticky vyloučen výskyt náhlého křehkého lomu v intervalu provozních teplot, jejich rozdíl poukazuje na nehomogenitu ve velkém výkovku, mající vliv na křehkolomové vlastnosti.

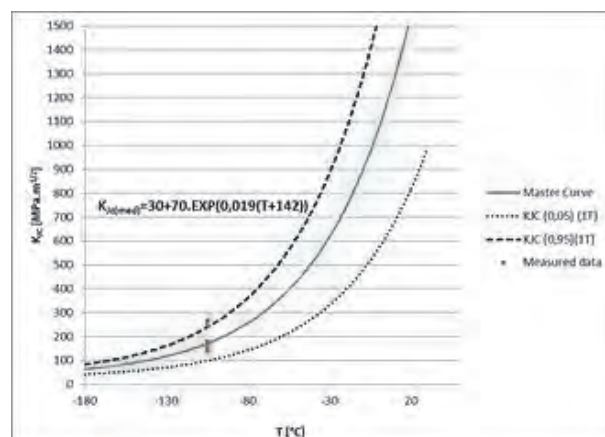
V poslední fázi experimentů bylo přistoupeno k provedení zkoušek lomové houževnatosti s cílem stanovit referenční teplotu T_0 , a popsat tak tranzitní chování předmětného výkovku v obou hodnocených lokalitách pomocí zkoušek založených na principech lomové mechaniky.

Pro měření lomové houževnatosti na daném výkovku ve dvou lokalitách byla použita sada těles typu $\frac{1}{2}\text{C(T)}$ s nacyklovanou počáteční únavovou trhlinou. Jednotlivá zkušební tělesa byla zatěžována při jedné teplotě, při níž je hodnota faktoru intenzity napětí K_{JC} blízká hodnotě $100\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, a to tak, aby bylo možné z výsledků sestavit tzv. Master křivku a vypočítat referenční teplotu [3]. Master křivka, navržená Wallinem [4], popisuje teplotní závislost elasto-plastického ekvivalentu lomové houževnatosti (K_{JC}) stanoveného na tělesech s tloušťkou o standardní velikosti $1T$ ($25,4\text{ mm}$). Vzorky byly opatřeny s počáteční únavovou trhlinou. Charakteristickým znakem lomového chování byl náhlý nestabilní lom za vzniku relativně malé plastické zóny před čelem trhliny v oblasti platnosti elasto-plastické lomové mechaniky. Její poloha na ose teplot je dána referenční teplotou T_0 , při níž je medián hodnot lomové houževnatosti $K_{JC} = 100\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

Ze získaných záznamů síla vs. rozevření vrubu na čele zkušební tělesa byly vypočítány hodnoty K_{JC} a přepočteny na proporcionální zkušební těleso tloušťky $1T$. Ze vztahů dle ASTM E1921 [3] byl dále stanoven jejich medián a následně vypočítána referenční teplota pro obě oblasti odběru vzorků a sestrojeny Master křivky. Master křivky pro obě lokality jsou včetně tolerančních mezí pro pravděpodobnost porušení 5 a 95 % znázorněny na obr. 5 a jejich porovnání na obr. 6.



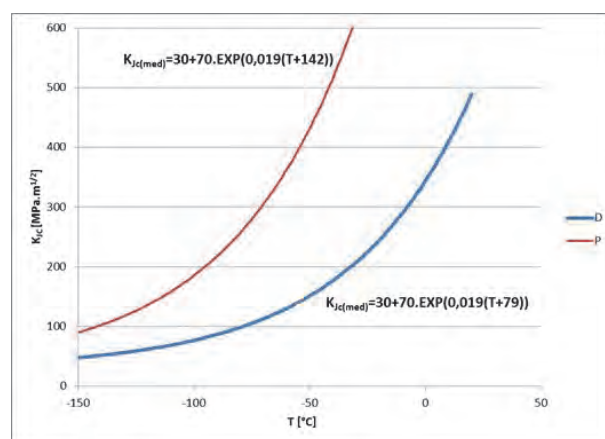
a)



b)

Obr. 5 Master křivka v lokalitě D (a) a P (b)

Fig. 5 Master curve in location D (a) and P (b)



Obr. 6 Porovnání Master křivek v lokalitě D a P

Fig. 6 Comparison of Master curve for sample P and D

Z obr. 6 lze pozorovat významný rozdíl v poloze křivek na teplotní ose, dokumentující značně horší křehkolomové vlastnosti, resp. odolnost vůči náhlému nestabilnímu lomu v lokalitě D (spodní část výkovku). Referenční teplota T_0 v oblasti P byla stanovena na -142°C , v oblasti D na -79°C . Tyto výsledky jsou v naprostém souladu s výsledky zkoušek rázem v ohybu a polohou Vidalových křivek pro jednotlivé hodnocené lokality.

Odolnost vůči náhlému nestabilnímu lomu je ve spodní oblasti ingotu významně horší než v oblasti horní, aniž by tato skutečnost byla detekována odchylkami v chemickém složení, základních mechanických vlastnostech či hodnotách tvrdosti. Křehkolomové vlastnosti, hodnocené jak zkouškou rázem v ohybu, tak zkouškami lomové houževnatosti prokázaly velmi významné odchylky pro jednotlivé hodnocené lokality a velkou citlivost na submikrostrukturu.

Závěr

Článek se zabývá vlivem lokality odběru zkušebních těles na hodnocení lomového chování velkých výkovků. Jako experimentální materiál byl zvolen velký výkovek z materiálu 15Cr2NiMoVA class 1. Z jeho dvou lokalit, a to horní a spodní části, byla vyrobena zkušební tělesa pro hodnocení mechanických vlastností a křehkolomového chování, a to stanovení tranzitní teploty zkouškou rázem v ohybu a teplotní závislosti lomové houževnatosti. Pro měření tvrdosti i zkoušku rázem v ohybu byla využita instrumentovaná zařízení.

Aniž by výkovek vykazoval odlišnosti z pohledu strukturního, chemického a z pohledu základních mechanických vlastností, velmi významný rozdíl v jednotlivých hodnocených lokalitách se projevil zejména při hodnocení

křehkolomových vlastností, a to jak standardní zkouškou rázem v ohybu, kdy byla vyhodnocena změna tranzitní teploty FATT o cca 30 °C, tak zejména zkouškami lomové houževnatosti s využitím koncepce referenční teploty T_0 , kdy byla indikována změna této teploty pro hodnocené lokality ve výši $\Delta T_0 = 63$ °C.

Poděkování

Autor příspěvku děkuje za institucionální podporu poskytnutou v rámci projektu č. LO 1203 „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum - program udržitelnosti“ (RMTVC-PU) financovaného MŠMT České republiky.

Literatura

- [1] ČSN EN ISO 14577-1: *Kovové materiály – Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů – Část 1: Zkušební metoda*. ÚNMZ, Praha, 2016.
- [2] ČSN EN ISO 148-1: *Kovové materiály – Zkouška rázem v ohybu metodou Charpy – Část 1: Zkušební metoda*. ÚNMZ, Praha, 2017.
- [3] ASTM E1921-18: *Standard Test Method for Determination of Reference Temperature, T_0 , for Ferritic Steels in the Transition Range*. Annual Book of ASTM Standards, Section 3, Vol. 03.01, 2018, p. 1231.
- [4] WALLIN, K. A Simple Theoretical Charpy-V-KIC Correlation for Irradiation Embrittlement. I: *ASME Pressure Vessel Pipes Conference*, Honolulu, 1989, pp. 99–100.

Nový vynález šetří peníze, snižuje spotřebu až o 20 %

Vědci z VŠB – Technické univerzity Ostrava otestovali zařízení, které je schopné regulovat elektrický příkon v okruhu. Jedná se o další konkrétní výsledek spolupráce univerzity s průmyslem.

„V podstatě se jedná o specializovaný regulátor napětí silových obvodů s proudy do 630 A, jehož zásadním přínosem je změna napětí v elektrickém okruhu bez výpadku protékajícího proudu,“ vysvětluje docent Robert Frischer z Fakulty materiálově-technologické a doktor Miroslav Mahdal z Fakulty strojní, kteří jsou zodpovědní za elektrické schéma a celkový koncept řešení. Jedná se o robustní zařízení, které udrží výstupní napětí v okruhu bez nutnosti instalovat složité a drahé měniče napětí. Doplnuje, že *„je tedy možné např. zajistit stálé napětí elektrického okruhu obytného domu v případě připojení nedaleké solární elektrárny resp. zajištění také úrovně napětí, které je doporučeno z pohledu životnosti spotřebičů (230 V ± 10 V).“*

Požadavek na zařízení tohoto typu vzešel z praxe, kdy bylo třeba regulovat napětí v elektrickém okruhu bez přerušení toku proudu. Jednalo se o místa s kolísajícím napětím sítě, místa v blízkosti fotovoltaických elektráren, blízko transformátorových stanic apod. Jedním z požadavků bylo také snížení spotřeby v elektrickém okruhu prostým snížením napětí. Jednalo se o například okruhy veřejného osvětlení, kdy bylo možné programově snížit spotřebu okruhu až o 20 %.

Na vývoji zařízení se podíleli odborníci z Fakulty materiálově-technologické a Fakulty strojní. Prvotní testy probíhaly v univerzitních laboratořích, poté se testovalo na okruzích veřejného osvětlení, kdy bylo možné ovlivňovat spotřebu osvětlení v závislosti na noční době. V testech se ověřovala spolehlivost zařízení, životnost a elektrické charakteristiky připojených spotřebičů.

- z tiskové zprávy -

Struktura a korozní vlastnosti vybraných magnetů typu NdRE-Fe-B s povlaky niklu a zinku

Structure and Corrosion Properties of Selected NdRE-Fe-B Type with Ni and Zn Coatings

doc. Ing. Stanislav Lasek, Ph.D.; Ing. Kateřina Konečná, Ph.D.; Ing. Josef Hlinka, Ph.D.; doc. Ing. Kateřina Skotnicová, Ph.D.

VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 15/2172, 708 00 Ostrava-Poruba, Česká republika

Na vybraných komerčních magnetech typu Nd-Fe-B s ochrannými kovovými povlaky (Ni, Zn) bylo analyzováno ložení a posuzována struktura na základě rastrovacího elektronového mikroskopu a rentgenové mikroanalýzy po demagnetizaci. V magnetických materiálech byly zjištěny prvky zastupující zčásti neodym (RE = Dy, Pr, Gd) a prvky zahrazující železo v magneticky tvrdé fázi (Co, Cu, Al). S ohledem na reaktivitu mezikrystalových fází, obsahujících uvedené lanthanoidy, byly ve struktuře detekovány také fáze, resp. korozní produkty obsahující kyslík (oxidy, hydroxidy). Na vzorcích byly také provedeny standardní korozní zkoušky v solné mlze a elektrochemická polarizační měření. V porovnání se zinkovým povlakem vykazovaly niklové povlaky s mědí (Ni/Cu/Ni) vyšší korozní odolnost nejen pro svou větší tloušťku a kvalitu provedení, ale také pro lepší termodynamické předpoklady pro korozní odolnost Ni a Cu ve zvoleném prostředí korozních zkoušek.

Klíčová slova: Nd-Fe-B magnet; struktura; mikroanalýza; povlaky niklu a zinku; korozní zkouška

The corrosion protection of Nd-Fe-B type magnets in service means a significant increase in service life- and their application possibilities, especially under wet, corrosive atmospheres. This paper deals with the structure of permanent magnets based primarily on Nd-Fe-B and their resistance to corrosion using nickel and zinc coatings. Chemical composition and structure of three selected magnetic materials of NdRE-Fe-B (RE - Dy, Pr, Gd, rare earth metals) type with protective Ni (Ni/Cu/Ni) or Zn electroplating coatings were investigated by light metallography and scanning electron microscopy after demagnetization (400°C/0,5h). Structure before thermal influence was also studied by metallography for comparison. In the magnetic materials of NdRE-Fe-B type (NdPr-Fe-B, NdPrGd-Fe-B, NdPrDy-Fe-B) the phases with different concentration of Pr, Dy or Gd were detected, and small amounts of Al, Co, and Cu (partially replacing Fe) were also found. Corrosion sensitive phases rich in Nd (Pr, Dy) were distributed along grains or/and at triple points of sintered powder particles of (NdRE)₂Fe₁₄B type as a base ferromagnetic phase. Corrosion properties of protective coatings and base materials were studied by potentiodynamic polarization method, salt spray test, gravimetric method and microscopy observations, including thickness measurement of coatings. Higher resistance of combined Ni/Cu/Ni coating was confirmed in comparison with Zn one. Various defects (pores, micro-cracks) were observed in the structure of tested magnetic materials. Intergranular damage (corrosion and fracture) of base magnetic materials was also observed in close proximity under coatings.

Key words: Nd-Fe-B magnets; structure; microanalysis, nickel and zinc coatings; corrosion test

Novodobé, silné a účinné magnety na bázi Nd-Fe-B, vyrobené technologií práškové metalurgie, dosahují nejvyšších hodnot magnetických parametrů [1, 8], avšak bývají náchylné na korozi v mnohých prostředích. Citlivost materiálů Nd-Fe-B ke korozi má svou příčinu ve struktuře, která se skládá z magneticky tvrdých zrn Nd₂Fe₁₄B (fáze Φ, Nd₁₂Fe₈₂B₆ ≈95% obj.) a z mezikrystalové reaktivní fáze s vysokým obsahem neodymu, potřebné pro zajištění vysoké koercivity. V oxidační atmosféře v autoklávu (zkouška HAST: teplota 130°C, tlak 3 bar, nasycená vodní pára) byl ve srovnání s materiálem SmCo zjištěn 100 až 1000násobný úbytek hmotnosti magnetů typu Nd-Fe-B [3].

Pro dosažení nejlepších magnetických vlastností bylo zjištěno, že pro slinované materiály je optimální složení 6–8 at. % B a min. 14 % Nd. Výzkumy koroze prokázaly, že korozivní je diamagnetická neodymová fáze (p ~ Nd₄Fe, 4 obj. %) a naopak relativně nejodolnější je fáze borová (η~NdFe₄B₄). Přímý kontakt uvedených fází s dobrou elektrickou vodivostí při jejich rozdílném chemickém složení má negativní vliv na jejich korozní odolnost z důvodu působení mikrogalvanických článků [2]. Při snížení obsahu Nd pod 11,8 % magnety obsahují v rovnovážném stavu magneticky měkké fáze α-Fe, Fe₂B i Nd₂Fe₁₇.

Později byly vyvinuty nové modifikované magnetické materiály, v nichž je většina reaktivního neodymu v interkrystalické oblasti nahrazena stabilními a více odolnými intermetalickými sloučeninami, resp. fázemi. Perspektivní jsou také nanokrystalické materiály RE-Fe-B s obsahem kolem 10 at. % RE anebo magnety typu $\text{RE}_5(\text{Fe},\text{M})_{75}\text{B}_{20}$ [7].

V testovaném materiálu byla většina reaktivního neodymu v mezikrystalové oblasti nahrazena stabilními intermetalickými sloučeninami, které se vytvářejí během tepelného zpracování ze základních prvků (Fe, Nd, B) a vhodných přísad (Co, Al). Průběh korozivní křivky je po počáteční minimální povrchové korozi konstantní. Materiál se pasivuje a vykazuje dlouhodobě podobné chování jako $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$, který je uváděn jako materiál odolný korozi. Vysoká odolnost nových kvalitních trvalých magnetů na bázi NdFeB se dosahuje přísadami (Pr, Dy), které působí proti poklesu magnetických vlastností s teplotou. Tyto přísady však zmenšují objemový podíl magnetické fáze $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, a snižují tedy magnetický tok [3].

Ochranné vrstvy nebo povlaky je nutno navrhovat a vytvářet podle účelu a podmínek použití a s ohledem na ekonomické požadavky. Pro suché atmosféry za pokojové teploty není nutné provádět povrchovou úpravu. V prostředí čisté vody (kondenzované vlhkosti) a slabě vodivých roztoků je vhodné legování, které modifikuje fáze bohaté na Nd(RE) podél hranic zrn na více odolnější fáze, např. intermetalické sloučeniny s obsahem kobaltu [4]. V atmosféře se zvýšenou teplotou a vlhkostí mohou poskytovat ochranu pasivní vrstvy [5], např. zinkofosfáty. Pro agresivnější prostředí jsou nutné kvalitní, zpravidla vícevrstvé a dražší povlaky, zajišťující požadovanou protikorozi ochranu. Při zvyšování celkové tloušťky a tedy ochranné účinnosti povlaku dochází však ke snížení interaktivní anebo přídržné síly magnetu. Redukce magnetického toku nastává také v souvislosti s magnetickým stíněním při aplikaci ochranného feromagnetického povlaku (Ni). Většina komerčních povlaků obsahuje defekty nebo může být poškozena mechanicky. Pak je korozní odolnost podmíněna chemickým a fázovým složením magnetu, které ovlivňuje ztrátu adheze při korozi substrátu s možností podkorodování anebo odlupování povlaku [11]. Při požadavku na vyšší odolnost proti opotřebení (adhezí abrazí) lze použít také povlaky PVD [6].

Cílem práce bylo zjištění složení a hodnocení struktury vybraných magnetických materiálů s ochrannými galvanickými povlaky, včetně porovnání jejich korozní odolnosti na základě standardních zkoušek.

Experimenty

Pro laboratorní testy byly vybrány komerčně vyrobené magnetické materiály na bázi Nd-Fe-B:

1. pozinkované kotouče o průměru 7,5 mm a výšce 4,0 mm, sada vzorků č. 1 (5 ks)
2. poniklované hranolky o rozměrech $10,0 \times 5,0 \times 2,0$ mm, sada vzorků č. 2 (5 ks)

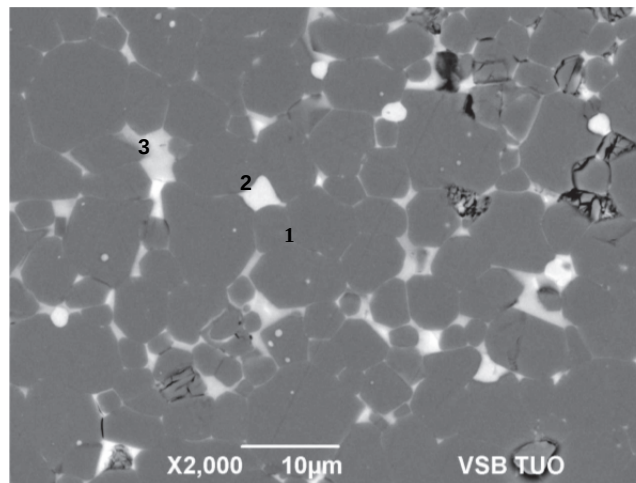
3. poniklovaný hranol $40 \times 15 \times 10$ mm (2 ks, část, vzorek č. 3).

Na vzorcích bylo provedeno metalografické šetření, zaměřené na hodnocení struktury základního materiálu a zjištění vlastnosti ochranných vrstev, zejména jejich tloušťky a korozní odolnosti. Na vybraných vzorcích po demagnetizaci při teplotě 400 °C s výdrží 30 minut byly na vyleštěných metalografických řezech pomocí rentgenové mikroanalýzy na rastrovacím elektronovém mikroskopu (JSM-6490LV EDS) zjištěny tvary, velikosti a složení jednotlivých fází. Obsah bóru nebylo možno pomocí mikroanalýzy stanovit. Na jeho výskyt v některých fázích lze usuzovat podle stechiometrického složení, hlavně poměrů prvků Fe : Nd.

Část z uvedených vzorků byla použita pro expoziční standardní zkoušku v solné mlze [9] a v omezeném rozsahu byla také použita gravimetrická metoda. Na dalších vzorcích byly provedeny korozně elektrochemické testy, hlavně potenciodynamická polarizační měření [10]. Přitom jako referenční materiál byl zvolen čistý neodym a železo (nizkougliková ocel).

Výsledky a jejich diskuse

Na obr. 1 – 3 jsou šedé oblasti magnetickou fází typu RE-Fe-B, světlé šedé a bílé fáze po hranicích zrn a ve trojných bodech jsou bohaté na Nd, případně další RE (Dy, Pr, Gd).



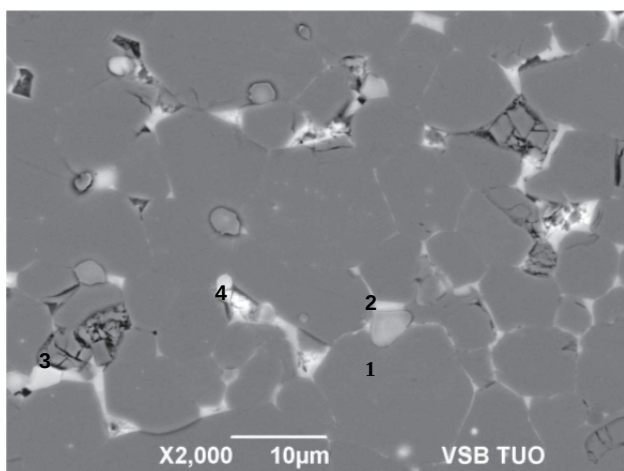
Obr. 1 Označení analyzovaných fází ve vzorku č. 1, kde bylo stanoveno chemické složení (tab. 1). SEM

Fig. 1 Designation of analyzed phases in sample No. 1, where the chemical composition was determined (tab. 1)

Tab. 1 Chemické složení fází ve vzorku č. 1 (at. %, průměrné hodnoty)
Tab. 1 Chemical composition of phases in the sample No. 1 (at. %, average values)

Fáze	O	Al	Fe	Co	Cu	Ga	Pr	Nd	Dy	Σ RE
1	-	4,01	80,26	2,91			2,28	9,00	1,55	12,83
2	55,6		4,97				7,69	28,62	3,16	39,46
3	11,3	5,95	43,94	3,66	1,67	1,79	8,00	22,84	0,87	31,71

Z mikroanalýzy prvkového složení je zřejmé, že část neodymu byla substituována jinými kovy vzácných zemin – praseodymem, dysprosiem a méně obvyklým gadoliniem (tab. 1 – 3). Část železa byla zaměněna vhodnými kovy, jako kobaltem, mědí, hliníkem. Tyto substituenty mají za úkol zlepšit magnetické vlastnosti a pokud možno snížit náchylnost ke korozi. Dále v tabulkách je uveden součet obsahů prvků vzácných zemin (RE) v at. % ve feromagnetické fázi, který poměrně dobře odpovídá stechiometrickému teoretickému obsahu 11,8 at. %. Ve fázích podél hranic zrn a v trojných bodech byl potvrzen vyšší obsah Nd (40 – 60 hm. %, tj. 15 – 30 at. %) a kyslíku. Substituční prvky lantanoidů (Dy, Pr, Gd) mají podobné korozní vlastnosti jako neodym. Bylo zjištěno, že dysprosium může mírně snižovat korozní odolnost při obsahu nad 16 at. %. [7].



Obr. 2 Na snímku jsou označeny fáze ve vzorku č. 2, kde bylo stanoveno prvkové složení. SEM

Fig. 2 The phases in picture are marked in the sample No. 2, the chemical composition of which was determined

Tab. 2 Chemické složení fází ve vzorku č. 2 (at. %, průměrné hodnoty)
Tab. 2 Chemical composition of phases in sample No. 2 (at. %, average values)

Fáze	O	Al	Fe	Pr	Nd	Gd	Σ RE
1		2,21	85,15	2,73	8,81	1,12	12,66
2	72,3		3,72	5,87	16,72	1,39	23,97
3	64,2		3,02	8,07	22,76	1,95	32,76
4	42,0		7,90	17,94	31,14		26,58

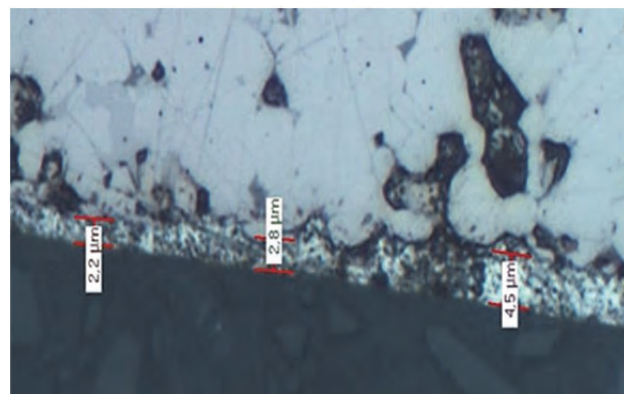
Tab. 3 Chemické složení fází ve vzorku č. 3 (at. %, průměrné hodnoty)
Tab. 3 Chemical composition of phases in sample No. 3 (at. %, average values)

Fáze	O	Al	Si	Fe	Pr	Nd	Σ RE
1		2,47		84,68	3,00	9,85	12,85
2	79,0			0,99	5,16	14,83	39,99
3		13,7	2,94	53,36	9,29	20,71	30,00
4	47,3			3,21	17,03	30,92	47,95

Naměřené střední velikosti zrn feromagnetické fáze ve vzorcích č. 1, 2 a 3 jsou 4,5; 6,4; a 9,1 μm.

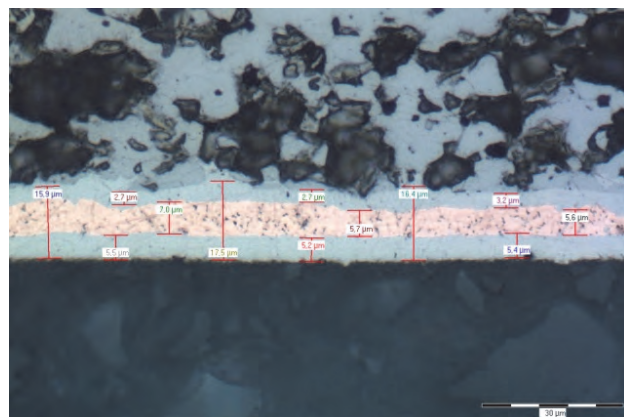
Hodnocení vrstev a povlaků

Metalografické pozorování a hodnocení bylo provedeno před i po korozní expozici na vybraných vzorcích skupiny vzorků č. 1 až 3. Příklady povlaku zinku a niklu (Ni/Cu/Ni) na metalografickém výbrusu s vyznačením míst měření tloušťky povlaku (jako měřky) je dokumentován na obr. 4 a 5, kde je patrná část struktury. Pro detaily struktury bylo vhodnější použití REM v zobrazení zpětných elektronů (BEI). Na REM byly také detailněji sledovány vrstvy (obr. 6 a 7) a byla provedena jejich mikroanalýza (tab. 4).



Obr. 4 Ochranný povlak zinku na magnetu, místa měření tloušťky (leštěný vzorek č. 1)

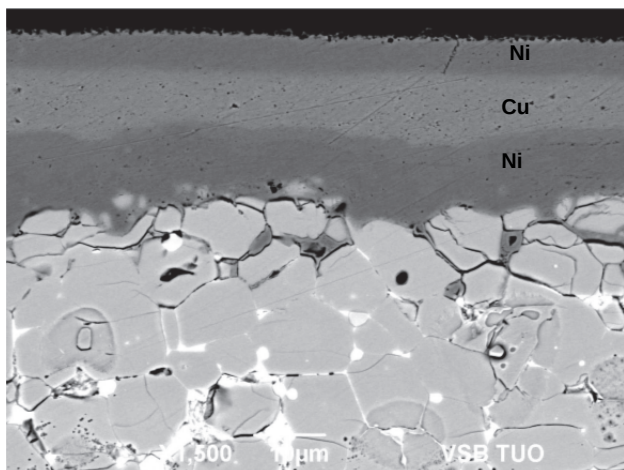
Fig. 4 Protective coating of zinc on magnet, places of thickness measurements (polished sample No. 1)



Obr. 5 Kombinovaný povlak Ni/Cu/N, místa měření tloušťky vrstev, lesštěný povrch

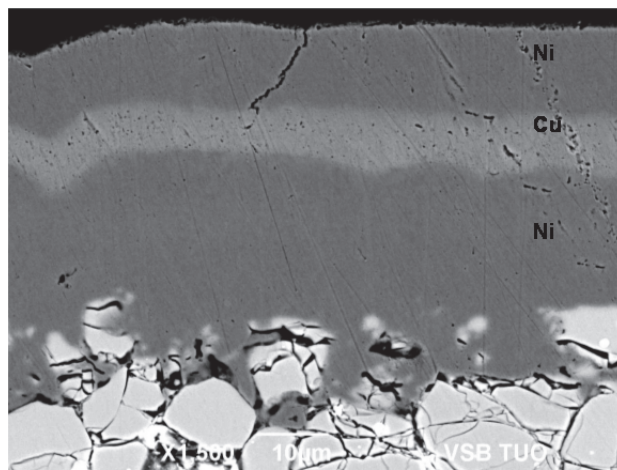
Fig. 5 Combined coating Ni/Cu/N, places of thickness measurements of layer thickness, polished surface

Pod povlaky na rozhraní se základním materiálem byly zpravidla nalezeny necelistvosti typu mikrotrhin nebo mikroskopických pórů (obr. 6 a 7), které pravděpodobně souvisejí s předúpravou povrchu anebo počátkem elektrolytického nanášení povlaku, kdy vodík může pronikat do materiálu a způsobit praskání fází bohatých na neodym. Tyto necelistvosti také snižují přilnavost povlaků.



Obr. 6 Vrstvy Ni-Cu-Ni na magnetickém materiálu; mikrotrhliny u povrchu magnetu RE-Fe-B (vzorek č. 2)

Fig. 6 Ni-Cu-Ni layers on magnetic material; micro-cracks near RE-Fe-B magnet surface (sample No. 2)



Obr. 7 Vrstvy Ni-Cu-Ni na magnetickém materiálu; výskyt nečistostí u povrchu magnetu (vzorek č. 3)

Fig. 7 Ni-Cu-Ni layers on magnetic material; defects on the surface of the RE-Fe-B magnet (sample No. 3)

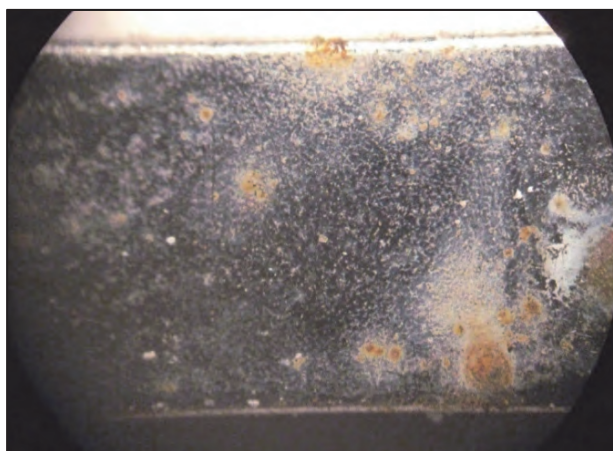
Tab. 4 Střední hodnoty naměřených tloušťek povlaků. Předepsané hodnoty tloušťky Zn povlaků 5 – 10 μm , u Ni povlaků 10 – 30 μm . Počet měření jednotlivých povlaků a vrstev $n = 9$.

Tab. 4 Measured mean thicknesses of coating. Requisite thickness values of Zn coatings 5 – 10 μm , 10 – 30 μm for Ni coatings. The number of measurements of individual coatings and layers $n = 9$.

Tloušťka povlaku Zn (μm)	Prvek	Obsah (hm. %)	Kombinovaný povlak Ni/Cu/Ni Vzorek č. 3	Tloušťka kombinovaného povlaku (μm)	Složení kombinovaného povlaku (hm. %)			
$3,2 \pm 0,7$	Zn	69,56	69,56	$5,4 \pm 1,7$	92,6	-	6,55	0,86
$11,1 \pm 2,3$	O	25,92	25,92	$7,6 \pm 2,1$	2,07	95,8	0,89	1,23
$10,7 \pm 0,6$	Al	1,60	1,60	$4,3 \pm 1,3$	96,8	2,51	0,64	-
	Fe	2,53	2,53	$14,5 \pm 1,7$				

Příklady koroze vzorků jsou dokumentovány na obr. 8 a 9, ze kterých je patrné vyšší korozní napadení vzorku s povlakem zinku.

Hmotnostní úbytky u všech vzorků jsou zapříčiněny korozí povlaků i základního materiálu. Z obr. 10 je zřejmé, že hmotnostní změny vzorků s galvanicky nanesenou vrstvou zinku téměř lineárně klesají s dobou expozice v solné mlze. Podobné závislosti byly zjištěny na magnetech s niklovými povlaky, kde maximální úbytek dosahoval $2,5 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2}$ za 100 hodin.



Obr. 8 Magnet s povlakem Ni/Cu/Ni po expozici v solné mlze 56 hodin; výskyt bodové koroze

Fig. 8 Magnet with Ni/Cu/Ni coating after exposure in salt spray for 56 hours; incidence of pitting corrosion

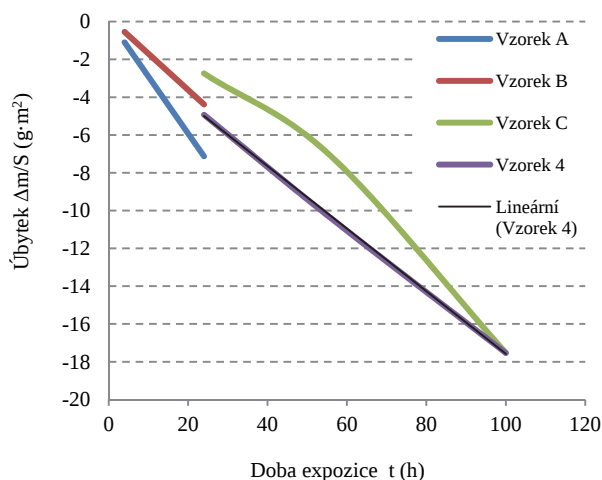


Obr. 9 Vzorek s povlakem Zn (zbytky) po expozici v solné mlze 56 hodin; rezavění magnetu NdRE-Fe-B

Fig. 9 Zn (rest) on specimen after exposure to salt spray test for 56 hours; rusting of the NdRE-Fe-B magnet

Výsledky polarizačních měření jsou porovnány v tab. 5, kde postupně jsou uvedeny hodnoty korozního potenciálu (E_{cor}), depasivačního (E_{d}) a repasivačního potenciálu (E_{r}), polarizačního odporu (R_{p}), odpovídající korozní proudové hustoty (i_{cor}) a odhady rychlosti koroze (r_{c}). Podle hodnot naměřených parametrů je zde potvrzena nízká odolnost Nd a magnetu typu NdRE-Fe-B a dále nižší odolnost

povlaku zinku ve srovnání s niklem ve vodných prostředích obsahujících chloridy nebo obdobné aktivní ionty.



Obr. 10 Hmotnostní úbytky vzorků s ochranným povlakem zinku
Fig. 10 Mass loss of specimens with protective zinc coating

Tab. 5 Výsledky polarizačních měření, 0,1 M NaCl, při teplotě 23 °C (1. cykly)

Tab. 5 Results of polarization measurements, 0.1 M NaCl, at the temperature 23°C (the first cycles)

Kov Povlak	E_{cor}	E_d	E_r	R_p	i_{cor}	r_c	Poznámka
	(mV)			(kΩ cm²)	(μA·cm⁻²)	(mm² r⁻²)	
Nd	-1635	-1522	-1530	0,12	137	1,6	referenční vzorek
Fe	-473	-412	-523	1,4	17,8	0,209	referenční vzorek
Nd-Fe-B	-1030	-907	-978	0,35	3,50	0,380	magnetický materiál
Ni/mag	-470	-355	-749	3,13	4,05	0,046	Ni - povlak VŠB
Zn/mag	-981	-933	-1047	1,41	4,20	0,062	Zn - povlak C

Pozn. Hodnoty potenciálu E jsou měřeny vzhledem k nasycené kalomelové elektrodě SCE.

Závěr

Z rozboru složení a struktury magnetů je patrné, že neodym obsažený v Nd-Fe-B magnetech je zčásti substituován vhodnými lanthanoidy (Dy, Pr, Gd) a železo částečně Co (Cu, Al). Důvodem je především snížit náklady na výrobu magnetů a získat magnety s lepšími vlastnostmi (zvýšení koercivity, anizotropie, teplotní stability apod.) a s vyšší odolností proti korozi. Je však

nutné najít vhodnou kombinaci substitučních prvků a jejich koncentrací. Stejný prvek může být rozdělen do více fází, a odlišným způsobem tak může přispívat k ovlivnění vlastností magnetů. Z rozboru ochranných vrstev po korozních testech je zřejmé, že za stejných podmínek působení okolního prostředí působícího na vzorky je účinnější ochrana nanesením kombinované vrstvy Ni-Cu-Ni ve srovnání s levnějším povlakem Zn. Přitom záleží na celkové tloušťce a defektnosti povlaků. Pod povlaky byly zjištěny mikrotrhliny, převážně interkrytalické podél fází s vyšším obsahem neodymu s přísadou Dy, Pr nebo Gd.

Poděkování

Tato práce vznikla při řešení projektu č. LO1203 „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum – program udržitelnosti“ financovaného z Ministerstva školství, mládeže a tělovýchovy a projektu IRP 197/2018 (Institucionální rozvojový projekt).

Literatura

- [1] LESŇÁK, M., PIŠTORA, J. Měření magnetických vlastností tvrdých magnetických materiálů. *Hutnické listy*, 69 (2016) 6, 51–54. ISSN 0018-8069.
- [2] TIANYU, J., MI. Y. Improvement of Corrosion Resistance in Nd-Fe-B Magnets through Grain Boundaries Restructuring. [online]. (2012) 75 [cit. 2014-05-04]
- [3] <<http://eshop.magnetyeu.cz/magnety-neodym-ndfeb>> [cit. 2015-02-14]
- [4] ISOTAHDON, E. *Corrosion Losses, Mechanisms and Protection Strategies for Sintered Nd-Fe-B Magnets*. Tampere: Tampere University of Technology, 2017, 91 p.
- [5] BALA, H. et al. Corrosion Protection of Nd-Fe-B Type Permanent Magnets by Zinc Phosphate Surface Conversion Coatings. *Intermetallics*, 9 (2016) Issue 6, 515–519.
- [6] ALI, A., AHMAD, A. Corrosion Protection of Sintered NdFeB Magnets by CAPVD Ti₂N Coating. *Materials and Corrosion*, 60 (2009) 5, 372.
- [7] PAWLOWSKA, G. *Procesy korozyjne materialow magnetycznych typu RE-Fe-B otrzymanych roznymi metodami*. Czestochowa: Politechnika Czestochowska, Wyd. TEKST Sp., 2011, 157 p. ISBN 978-83-87745-93-6.
- [8] GUTFLEISCH, O., WILLARD M.A. et al. Magnetic Materials and Devices for the 21st Century: Stronger, Lighter and More Energy Efficient. *Advanced Materials*, 20 (2010) 1–22.
- [9] ČSN EN ISO 9227. Corrosion tests in artificial atmospheres – Salt spray tests. UNMZ, Prague, 2012, 23 p.
- [10] ČSN EN ISO 17475, Corrosion of Metals and Alloys. Electrochemical Test Methods. Guidelines for Conducting Potentiostatic and Potentiodynamic Polarization Measurements. Prague, UNMZ 2009, 16 p.
- [11] TROUT, S. R. Optimum Corrosion Protection of Nd-Fe-B Magnets. www.spontaneousmaterials.com/Papers/Corrosion.pdf

Hodnocení vlivu povlakování hydroxyapatitem na smáčivost a korozní vlastnosti oceli 1.4404

Evaluation of Influence of Hydroxyapatite Coating on Wettability and Corrosion Properties of 1.4404 steel

Ing. Hlinka Josef, Ph.D.; Ing. Mgr. Kateřina Dědková, Ph.D.

VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Česká republika

Tento článek je zaměřen na hodnocení charakteru biologicky aktivních povlakových vrstev na bázi čistého, příp. bioaktivními prvky syčeného hydroxyapatitu, elektrolytickou syntézou vyloučeného na korozivzdorné oceli 1.4404 (AISI 316L) s austenitickou maticí. Touto metodou je možné dosáhnout adheze částic hydroxyapatitu na substrát a zároveň částečně řídit velikost a tvarový charakter částic. Dalším tepelným zpracováním může být adheze povlaku k substrátu dále ovlivněna. U biologicky aktivních povlaků hrají důležitou roli především povrchové vlastnosti těchto vrstev, které také mohou být ovlivněny tepelným zpracováním, kdy pro čistý hydroxyapatit dochází ke změně úhlu smáčení z $\sim 40^\circ$ pro nežíhaný na $\sim 80^\circ$ pro žíhaný vzorek. Dále byl hodnocen vliv povlakování a tepelného zpracování na korozní vlastnosti základového kovu, kdy bylo zjištěno, že povlakované vzorky vykazují nižší polarizační odpor a vyšší hodnoty korozní rychlosti. Naopak tepelné zpracování vede ke snížení korozní rychlosti a nárůstu polarizačního odporu materiálu.

Klíčová slova: Hydroxyapatit; kontaktní úhel; povrchové úpravy; korozní vlastnosti

The presented paper deals with preparation and characterization of a layer of fine electrochemically deposited particles of pure or modified hydroxyapatite on a metallic substrate. These types of coatings are well known as biocompatible, and they are commonly used in different medicinal fields, especially implantology. For this purpose, the austenitic steel 1.4404 (AISI 316L) with low interstitial elements content was used as a substrate for the deposition itself. The mixture of $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ and $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ in the aqueous solution was used for deposition of pure hydroxyapatite particles, or the original mixture was modified by the addition of chemicals containing Zn^{2+} or F^- ions to allow deposition of more biocompatible types of hydroxyapatite. There is an assumption that heat treatment of the final sample will increase the adhesion of the deposited layer on the substrate and can also change other surface properties. For this purpose, two batches of samples were tested - the first batch contained only samples with a deposited layer, the second batch contained deposited and heat treated ($350^\circ\text{C}/15\text{ min}/50\text{ Pa/air}$) samples. Post-implantation behaviour of the material may be partially predicted by wettability or by the contact angle of the surface of the implants. For this purpose, the contact angle of samples from each batch was measured by "sessile drop method". It was found that the surface with pure hydroxyapatite showed lower contact angle ($\sim 40^\circ$) before heat treatment than after it ($\sim 80^\circ$). Influence of particles deposition and heat treatment on resulting corrosion properties of samples was also studied using potentiodynamic polarization method in artificial physiological solution (0,9% $\text{NaCl}/\text{H}_2\text{O}$). It was found that non-heat treated samples with different hydroxyapatite particles deposited on their surfaces showed lower polarization resistance and higher corrosion rate in comparison to the reference sample (pure substrate without deposition). On the other hand heat treatment of assessed samples resulted in a reduction of corrosion speed and increase of polarization resistance.

Key words: Hydroxyapatite; contact angle; surface treatment; corrosion properties

Korozivzdorná ocel je používána pro výrobu implantátů a jiných tělních náhrad již déle než 70 let. Své uplatnění si bezesporu v oblasti medicíny nachází i v dnešní době. Na rozdíl od titanových náhrad, u kterých v důsledku charakteru povrchových vrstev dochází k rychlému a především trvalému spojení mezi samotnou aplikací a okolní tkání, jsou korozivzdorné oceli používány především ke konstrukci kotvicích součástí (hřebky, vruty) a jiných dočasných aplikací, které mají být po jisté době z těla vyjmuty (dlahy, fixátory aj.) [1]. V případě korozivzdorných ocelí totiž dochází ke vzniku vazby mezi

implantátem a okolní tkání jen velmi pomalu a charakter vazby je spíše mechanický než chemický. Okolo samotné aplikace se tedy primárně tvoří měkká pojivová tkáň snadněji než tvrdá kostní hmota. V důsledku toho lze pak například vrut z korozivzdorné oceli z kosti vyjmout bez jejího sekundárního poškození. U aplikací tzv. střednědobých implantátů, které jsou však také určeny k extrakci, je vhodné upravit jejich povrch tak, aby došlo alespoň částečně k integraci jejich povrchu do struktur kostní hmoty. Za tímto účelem může být povrch oceli povlakován částicemi hydroxyapatitu, které svým chemickým i fázovým

složením velmi blízce připomínají anorganickou kostní složku. Při samotné extrakci implantované součásti pak dojde k žádanému narušení vazby mezi povrchem oceli a povlakovou vrstvou a opět nedojde k sekundárnímu mechanickému narušení kostních struktur [2]. Samotný proces povlakování však může ovlivnit korozní vlastnosti nosného substrátu. Proto je ověření výsledných korozních vlastností takto upravených povrchů prvořadou úlohou. Dle normy ASTM F 2129 je vhodné ověřit hodnotu korozní rychlosti a potenciálů průrazu, které charakterizují elektrochemickou stabilitu povrchové pasivní vrstvy implantátu [3]. O samotné reakci mezi implantátem a živým organismem také částečně rozhoduje hodnota úhlu smáčení jeho povrchu. Za tímto účelem je vhodné pro jeho ověření volit metodu „ležící kapky“ na volném povrchu [4].

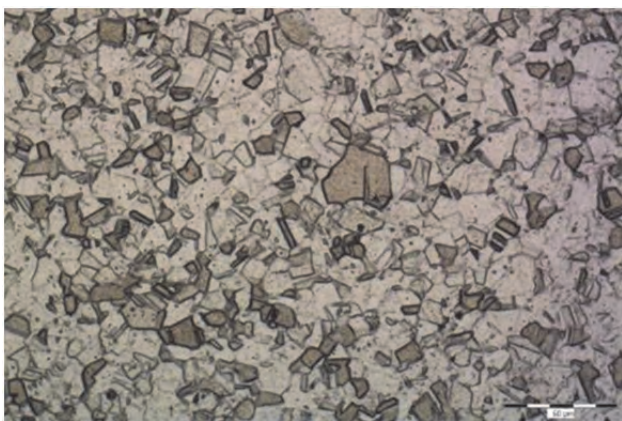
1. Použitý materiál a experimentální metody

Jako substrát pro nanášení povlaků z bioaktivních částic byla použita ocel 1.4404 po normalizačním žití, jejíž chemické složení odpovídá normě ASTM F55, která je patrná z tab. 1.

Tab. 1 Chemické složení oceli 1.4404 dle ASTM F 55 (hm. %)

Tab. 1 Chemical composition of 1.4404 steel according to ASTM F 55 (wt. %)

1.4404 steel	C	Mn	Si	Ni	S
	0,03 max	2,0 max	0,75 max	12,0 – 14,0	0,03 max
P	Mo	N	Cr	Cu	Fe
0,03 max	2,0 – 4,0	0,10 max	17,0 – 19,0	0,5 max	Zbytek



Obr. 1 Mikrostruktura oceli 1.4404 použité pro povlakování

Fig. 1 Microstructure of steel grade 1.4404 used for further treatment

Z této oceli bylo vyrobeno 7 vzorků ve tvaru hranolů o rozměrech $50 \times 200 \times 4$ mm. Šest z nich bylo určeno k povlakování a poslední vzorek sloužil jako referenční k ověření původních vlastností. Ke zhodnocení mikrostruktury byl z této oceli vyroben metalografický vzorek, jehož mikrostrukturu ukazuje obr. 1, který zachycuje podélný řez strukturou blízko povlakovaného povrchu. V austenitické matici jsou patrná jemná rovnosá zrna s častým výskytem dvojčat. Kromě toho se zde také vyskytují malé množství delta feritu a malé množství

sekundárních částic. Na povrchu zmíněných 6 vzorků byla metodou sol-gel vytvořena anorganická vrstva na bázi základního stavebního prvku kostní hmoty – hydroxyapatitu. Vzorky byly nejdříve broušeny na metalografické brusce od drsnosti 60 až po drsnost 800. Následovně na těchto vzorcích bylo při napětí 10V po dobu expozice 5 minut provedeno elektrochemické zdrsňování povrchu v roztoku 94 % E-glykolu, 5,5 % H_2O a 0,5 % NH_4F . Vzorky byly jednotlivě zapojeny do roztoku jako anoda na kladný pól stejnosměrného elektrického zdroje oproti titanové katodě [5]. Po elektrochemickém zdrsňování následovalo opláchnutí všech vzorků destilovanou vodou, lihem a vysušení. Následně byly za použití níže uvedených chemických sloučenin (prekurzorů) připraveny tři roztoky pro tvorbu elektrochemických povlaků [6]:

- čistý hydroxyapatit (HA)
 - 0,02M $Ca(NO_3)_2$
 - 0,025M $(NH_4)HPO_4$
 - v poměru Ca : P = 1,67 : 1
- fluorhydroxyapatit (FHA)
 - 0,042M $Ca(NO_3)_2$
 - 0,025M $(NH_4)HPO_4$
 - 0,001M NaF
 - v poměru Ca : P : F = 1,67 : 1 : 0,04
- zinkem dopovaný fluorhydroxyapatit (ZnFHA)
 - 0,042M $Ca(NO_3)_2$
 - 0,025M $(NH_4)HPO_4$
 - 0,001M NaF
 - 0,002M $ZnNO_3 \cdot 6H_2O$
 - v poměru Ca : P : F : Zn = 1,67 : 1 : 0,04 : 0,08

V těchto roztocích byly vzorky za použití stejnosměrného napětí, tj. -5 V po dobu 300 s povlakovány charakteristickými částicemi, které na jejich povrchu vznikaly v důsledku probíhající interakcí. Po ukončení povlakování, oplachu demineralizovanou vodou a osušení horkým vzduchem byla sada obsahující vzorky 4, 5 a 6 podrobena tepelnému zpracování ($350^\circ C/15$ min/ 50 Pa/vzduch) za účelem zvýšení adheze povlaku. Způsob úpravy vzorků je patrný v tab. 2.

Tab. 2 Parametry dalšího zpracování vzorků

Tab. 2 Parameters of further treatment of samples

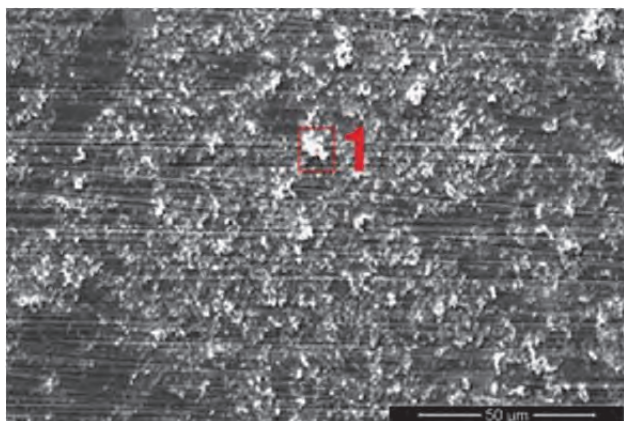
	Bez tepelného zpracování			S tepelným zpracováním		
Vzorek	1	2	3	4	5	6
Roztok	HA	FHA	ZnFHA	HA	FHA	ZnFHA

Následně byly vzorky podrobeny obrazové analýze, kdy byl za pomoci skenovacího elektronového mikroskopu SEM JEOL JSM-6490 LV hodnocen především charakter a distribuce částic povlaku na povrchu. Posléze pak bylo EDX semikvantitativní analýzou vyhodnoceno chemické složení pozorovaných částic. Korozní vlastnosti byly hodnoceny metodou potenciodynamické voltametrie za

použití potenciostatu Voltalab PGZ 100 vybaveného softwarem Voltamaster 10 pro vyhodnocení základních vlastností zkoušených vzorků. K hodnocení smáčivosti, resp. kontaktního úhlu byl použit přístroj SEE od firmy Advex, využívající metodu volně ležící kapky destilované vody na studovaném povrchu dle ASTM D7334.

2. Výsledky experimentu

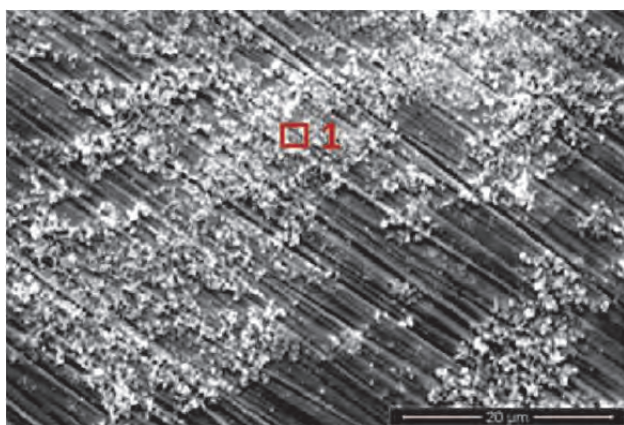
Obr. 2 – 4 zachycují charakter a rozložení částic na povrchu povlakovaných vzorků, resp. místa analýzy. Tab. 3 – 5 ilustrují průměrné zastoupení charakteristických biogenních prvků (Ca, P, F, Zn) v testovaných částicích hodnocených semikvantitativní EDX analýzou.



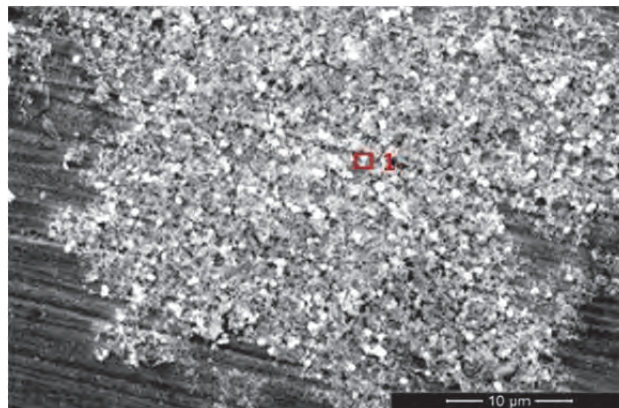
Obr. 2 Rozložení částic čistého hydroxyapatitu (HA) a místo analýzy
Fig. 2 Distribution of hydroxyapatite (HA) particles and place of EDX analysis

Tab. 3 Poměrové zastoupení prvků v částicích hydroxyapatitu (HA)
Tab. 3 Elements content ratio of hydroxyapatite (HA) particles

	Poměrové zastoupení prvků			
	Ca	P	F	Zn
Poloha 1	1,52	1	0,65	0
Roztok HA	1,67	1	0	0



Obr. 3 Rozložení částic fluorhydroxyapatitu (FHA) a místo analýzy
Fig. 3 Distribution of fluorhydroxyapatite (FHA) particles and place of EDX analysis



Obr. 4 Rozložení částic zinkofluorhydroxyapatitu (ZnFHA) a místo analýzy
Fig. 4 Distribution of zincfluorhydroxyapatite (ZnFHA) particles and place of EDX analysis

Tab. 4 Poměrové zastoupení prvků v částicích fluorhydroxyapatitu (FHA)
Tab. 4 Elements content ratio of fluorhydroxyapatite (FHA) particles

	Poměrové zastoupení prvků			
	Ca	P	F	Zn
Poloha 1	1,51	1	1,33	0
Roztok FHA	1,67	1	0,04	0

Tab. 5 Poměrové zastoupení prvků v částicích zinkofluorhydroxyapatitu (ZnFHA)
Tab. 5 Elements content ratio of zincfluorhydroxyapatite (ZnFHA) particles

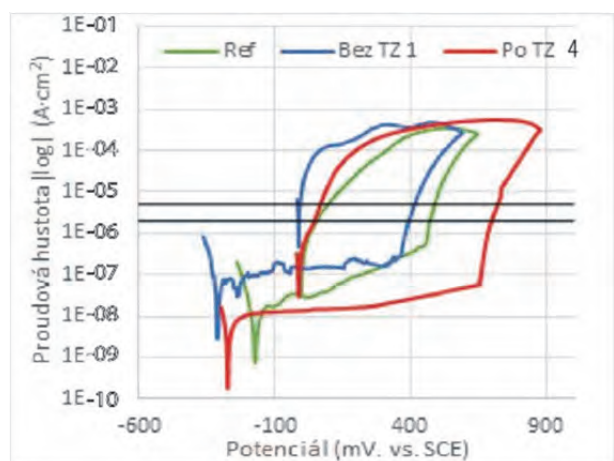
	Poměrové zastoupení prvků			
	Ca	P	F	Zn
Poloha 1	1,24	1	1,69	0,38
Roztok ZnFHA	1,67	1	0,04	0,08

Vliv povlakování na korozní odolnost substrátu byl zkoušen v 0,9 % roztoku NaCl v demineralizované vodě. Tento postup je totožný s postupem uvedeným v normě ASTM F 2129. Vzorky byly umístěny do korozních cel a ponechány hodinu při teplotě 37 °C za účelem ustavení rovnovážného korozního potenciálu. Byly zapojeny v tříelektrodovém systému jako pracovní elektroda. Referenční elektrodou byla nasycená kalomelová elektroda a pomocnou elektrodou byla uhlíková tyč. Následně byl proveden test potenciodynamické polarizace, jehož výstupem byl graf závislosti proudu na přiváděném napětí, tzv. polarizační křivka. Tímto testem byly pomocí Tafelovy a Sternovy metody zjištěny korozní potenciály, polarizační odpor a korozní rychlost. Hodnoty jednotlivých veličin jsou uvedeny v tab. 6.

Tab. 6 Hodnoty charakteristických korozních veličin
Tab. 6 Values of characteristic corrosion values

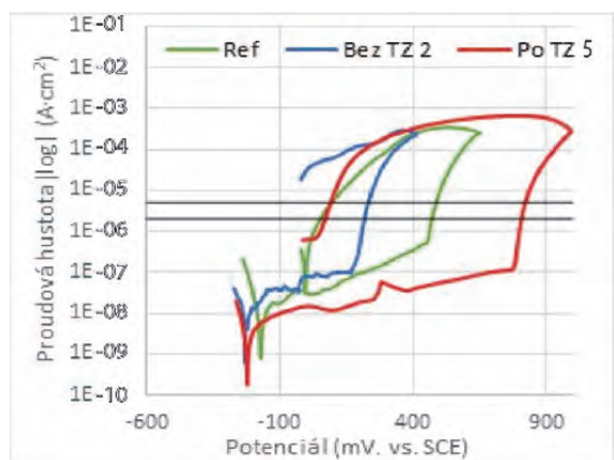
Vzorek	Korozní potenciál Taffel (mV)	Polarizační odpor Taffel (kohm·cm ²)	Korozní rychlost Taffel (μm·rok)	Korozní potenciál Stern (mV)	Polarizační odpor Stern (kohm·cm ²)
Před tepelným zpracováním					
1	- 330,8	6,23	3,897	- 303,8	6,24
2	- 230,1	17,28	7,086	- 225,0	21,44
3	- 69,3	138,10	0,771	- 72,2	117,99
Ref.	- 167,1	209,81	0,369	- 166,8	202,18
Po tepelném zpracování					
4	- 265,6	420,79	0,319	- 276,0	271,49
5	- 222,3	857,86	0,079	- 222,8	557,80
6	- 240,1	70,12	1,41	- 240,1	67,43

Polarizační křivky jsou pro jednotlivé sady vzorků znázorněny na obr. 5 – 7, které ukazují závislost hustoty korozního proudu na potenciálu přiváděném na vzorek.



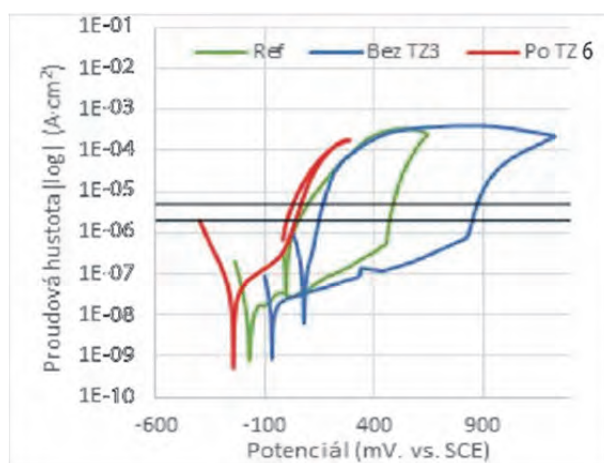
Obr. 5 Polarizační křivky pro povlak tvořený čistým hydroxyapatitem (HA)

Fig. 5 Polarization curves of samples covered by hydroxyapatite (HA)



Obr. 6 Polarizační křivky pro povlak tvořený fluorhydroxyapatitem (FHA)

Fig. 6 Polarization curves of samples covered by fluorhydroxyapatite (FHA)



Obr. 7 Polarizační křivky pro povlak tvořený zinkofluorhydroxyapatitem (ZnFHA)

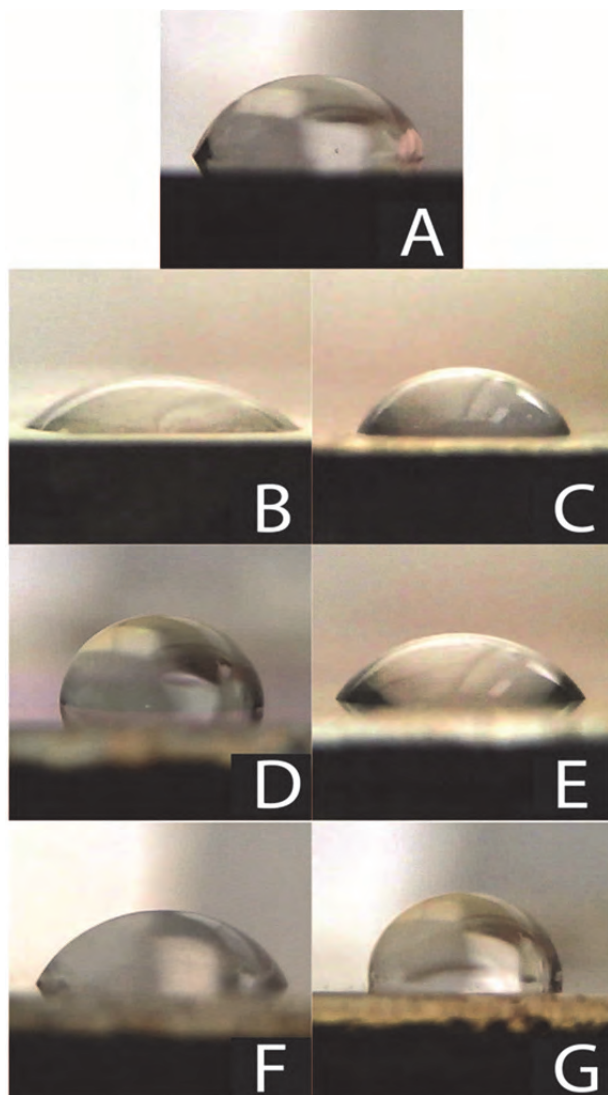
Fig. 7 Polarization curves of samples covered by zincfluorhydroxyapatite (ZnFHA)

Pro hodnocení úhlu smáčení bylo vždy na každý vzorek naneseno 10 kapek destilované vody o objemu 2 μl. Hodnoty naměřených úhlů smáčení byly zprůměrovány a pro každý typ vzorků jsou tyto hodnoty patrné z tab. 7. Vybrané kapky z jednotlivých měření jsou zobrazeny na obr. 8.

Tab. 7 Úhel smáčení jednotlivých vzorků

Tab. 7 Contact angle for samples with different treatment

Vzorek	Průměrný úhel smáčení (°)	Směrodatná odchylka (°)
Před tepelným zpracováním		
1	40	4
2	69	2
3	56	2
Ref.	71	5
Po tepelném zpracování		
4	84	6
5	70	3
6	87	5



Obr. 8 Vybrané kapky na površích zkoumaných vzorků: (A) referenční, (B) 1 – čistý HA bez TZ, (C) 2 – FHA bez TZ, (D) 3 – ZnFHA bez TZ, (E) 4 – čistý HA s TZ, (F) 5 – FHA s TZ, (G) 6 – ZnFHA s TZ

Fig. 8 Selected droplets on surfaces of tested samples (A) reference, (B) 1 – HA without heat-treatment, (C) 2 – FHA without heat-treatment, (D) 3 – ZnFHA without heat-treatment, (E) 4 – HA with heat-treatment, (F) 5 – FHA with heat-treatment, (G) 6 – ZnFHA with heat-treatment

3. Diskuse a závěry

Dle obr. 2 – 4 lze usuzovat na rovnoměrné rozprostření částic na povrchu vzorků. Tyto částice vykazují rovnoosé tvary s ostrými hranami. Velikost částic je pro všechny druhy hydroxyapatitového povlaku velmi podobná a většina pozorovaných částic má alespoň jeden charakteristický rozměr v intervalu a to okolo 1 – 5 μm [7]. Částice tohoto charakteru jsou typické pro elektrochemické způsoby výroby keramických dílů – implantátů s biologickou aktivitou. Na základě výsledků EDX analýzy sledovaných částic bylo zjištěno, že biogenní prvky (F a Zn) se do struktury hydroxyapatitu dobře integrují, a vytvářejí tak

vrstvu s ještě vyšší biologickou aktivitou [8]. Zvýšený obsah fluoru v místech analýzy je pravděpodobně zapříčiněn kontaminací povrchu v průběhu elektrochemického leptání, kdy mohlo dojít k zachycení fluorem bohatých korozních produktů vznikajících při leptání v povrchových vrstvách vzorku. Analyzovaná vrstva částic pak byla natolik tenká, že mohlo dojít k průniku elektronového svazku do struktury substrátu a ovlivnění výsledků EDX analýzy. Nejvíce záporných hodnot při těchto testech dosáhl vzorek 1, což svědčí o jeho vysoké náchylnosti ke vzniku galvanického článku při spojení s více ušlechtilým kovem. Naopak vzorek 3 vykazuje nejvyšší kladné hodnoty korozních potenciálů [9]. Nejvyšší korozní odpor vykazoval vzorek referenční. Naopak elektrochemické úpravy povrchu vedly k snížení této hodnoty, což pravděpodobně souvisí s odstraněním oxidů, které se na povrchu vytvořily v průběhu termomechanického zpracování substrátu, resp. při další manipulaci. Nejnižší korozní rychlost vykazoval vzorek s vrstvou bohatou zinkem, který se pravděpodobně přednostně rozpouštěl, a docházelo tak ke katodické ochraně podkladního substrátu. Naopak nejvyšší korozní rychlost byla pozorována u vzorku 2 bez tepelného zpracování, který byl dopován výrazným množstvím fluoru [10]. Jeho nedostatečná vazba na hydroxyapatit měla pravděpodobně za následek jeho uvolňování, kdy zároveň docházelo k napadání povrchu substrátu. Metodou ležící kapky byl zjištěn výsledný úhel smáčení mezi kapalinou a zkoušeným vzorkem. Podle tohoto úhlu lze hodnotit interakci mezi anorganickým povrchem a prostředím lidského těla. Lze takto posoudit, zda bude povrch podporovat růst tvrdé tkáně, nebo bude naopak determinovat růst vazivové tkáně. Pokud je povrch hydrofilní a tím i jeho smáčivost na povrchu velká, vzniká povlak, který podporuje růst tvrdé kostní tkáně. Jestliže se úhel mezi povrchem a zkoušenou kapalinou bude blížit hodnotě 70° , bude povrch podporovat růst fibrózní měkké tkáně [11]. Referenční nepovlakovaný materiál vykazoval smáčivost 71° , což při implantaci do lidského těla vede k podpoře růstu měkké vazivové tkáně. Podobných hodnot, jako u referenčního vzorku, vykazoval vzorek modifikovaný fluorhydroxyapatitem, a to jak před, tak i po tepelném zpracování. Hydroxyapatit bez tepelného zpracování vykazoval úhel smáčivosti 40° , což ukazuje na povrch, který by při implantaci do kosti podporoval růst tvrdých tkání a tímto mechanismem by urychloval léčbu po implantaci. Jeho tepelným zpracováním se však hodnota smáčivosti změnila na 84° , čím vlastnost povrchu pro adaptaci v lidském těle zhoršuje. Tento typ povrchu by podporoval růst měkkých vazivových tkání. Anorganický povlak fluorhydroxyapatitu dopovaný zinkem měl bez tepelného zpracování úhel smáčivosti 56° , který je na pomezí podpory měkkých nebo tvrdých tkání. Jeho tepelným zpracováním však dosáhl nejmenší smáčivosti ze všech testovaných povrchů s úhlem 87° . Proto by v lidském těle podporoval růst měkkých tkání, ale ne natolik dobře jako FHA, ať už tepelně zpracovaný či bez tepelného zpracování [12].

Poděkování

Tento článek byl vytvořen za finanční podpory projektu LO1203 Regionální materiálově technologické centrum – projekt udržitelnosti.

Literatura

- [1] GARCÍA, A. J. Surface Modification of Biomaterials. In *Principles of Regenerative Medicine*, 1st edition (2011) 663–673. ISBN 9780123814227.
- [2] KIM, K. H., NARAYANAN, R., RAUTRAY, T. R. *Surface modification of titanium for biomaterial applications* [online], (2013) 352 s. ISBN 9781608765393 (ISBN).
- [3] ASTM F2129 - 15 Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements to Determine the Corrosion Susceptibility of Small Implant Devices. (2015) May, p. 2129.
- [4] DAYAN, J., MIRELES, L., MASSICOTTE, R., DAGHER, F., YAHIA, L. H. Effect of Disinfectants on Wettability and Surface Tension of Metallic and Polymeric Surfaces Found in Hospitals. *Clin. Med. Investment*, 1 (2016) 48-53. DOI: 10.15761/CMI.1000110
- [5] HLINKA, J., LASEK, S., SIOSTRZONEK, R., FAISAL, N. Characterization of Hydroxyapatite layer on AISI 316L Stainless Steel. In: *METAL 2017 - 26th International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings*, Brno, 2017, pp. 1292–1297
- [6] LIU, D. M., TROCZYNSKI, T., TSENG, W. J. Water-based Solgel Synthesis of Hydroxyapatite: Process Development. *Biomaterials*, 22 (2001) 13, 1721–1730
- [7] JAVIDI, M., JAVADPOUR, S., BAHROLOLOOM, M. E., MA, J. Electrophoretic Deposition of Natural Hydroxyapatite on Medical Grade 316L Stainless Steel. *Materials Science and Engineering C* [online], 29 (2008) 8, 1509-1515. Dostupné z: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msec.2008.04.003>>.
- [8] MONTAZERI, N., JAHANDIDEH, R., BIAZAR, E. Synthesis of Fluorapatite-hydroxyapatite Nanoparticles and Toxicity Investigations. In: *International journal of nanomedicine*, 6 (2011) 197–201.
- [9] MENDES FILHO, A. A., ROVERE, C. A., KURI, S. E., SORDI, V. L., FERRANTE, M. A. General Study of Commercially Pure Ti Subjected to Severe Plastic Deformation: Microstructure, Strength and Corrosion Resistance. *Revista Materia*, 15 (2010) 2, 286–292 s.
- [10] LI, L., BREEDVELD, V., HESS, D. W. Creation of Superhydrophobic Stainless Steel Surfaces by Acid treatments and Hydrophobic Film Deposition. In: *ACS Applied Materials and Interfaces*, 4 (2012) 9, 4549-4556.
- [11] WEI, J., IGARASHI, T., OKUMORI, N., IGARASHI, T., MAETANI, T. et al. Influence of Surface Wettability on Competitive Protein Adsorption and Initial Attachment of Osteoblasts. In *Biomedical Materials*, 4 (2009) 4, 120–127.
- [12] GNEDENKOV, S. V., SINEBRYUKHOV, S. L., EGORKIN, V. S., VYALIY, I. E.: Wettability and Electrochemical Properties of the Highly Hydrophobic Coatings on PEO-pretreated Aluminum Alloy. In *Surface and Coatings Technology* [online], 307 (2016) 1241-1248. Dostupné z: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.07.074>>.

Nové meze technologie kontilit: Vertikální kontilit č.6 v Dillingeru

A New Dimension of Continuous Casting: Dillinger's Vertical Caster No.6 I&S Technology, October 2018, p. 112-118

Technické parametry nového kontilit jsou následující: Je dvouproudé vertikálního typu s metalurgickou délkou 17,5 m. Každý proud má 6 segmentů s technologií „soft reduction“. Tloušťka bramy je 300 až 600 mm, šířka bramy dosahuje 2 200 mm, lící rychlost je 0,1-0,6 m/min. Nominální hmotnost v mezipánvi je 50 t. Sekundární chlazení uplatňuje technologii „spray water“, nedochází k žádným operacím ohyb-rovnání. Celková výška vertikálního kontilit č.6 je asi 55 m.

Dillinger Hüttenwerke AG v německé spolkové zemi Sársko uvedl tento plně vertikální lící stroj do provozu 3. září 2015. Od té doby výroba postupně roste a nedošlo k žádným incidentům, které by způsobily významnější přerušení provozu.

Pouze 2 měsíce po uvedení do provozu bylo dosaženo nového světového rekordu, když byla odlita brama s maximální tloušťkou 500 mm. Tento rekord byl překonán 25.7.2017, když byla odlita brama nominální tloušťky 600 mm. 25.10.2017 překonal Dillinger hodnotu 1 mil. t oceli odlité na vertikálním kontilit č.6.

Vertikální kontilit č.6 vylepšuje již tak vysoké jakostní standardy dosahované na všech kontilitách v Dillingeru. Protože kontilit eliminuje potřebu ohybu a rovnání lícího proudu, je na něm možné odlévat značky se sofistikovanějším chemickým složením a vyrábět bramy větších tloušťek. Tyto bramy mohou být nyní vyráběny s nízkým rizikem tvorby trhlin, a tudíž bez potřeby post-processingu před válcováním.

Modulation of Magnetic Field by Steel Rope Defects

Modulace magnetického pole vadami ocelových lan

doc. Dr. Ing. Michal Lesňák¹; prof. Ing. Jaromír Pištora, CSc.¹; Ing. Vladimír Vrabko²; Ing. Jan Kroupa²

¹ VŠB – Technical University of Ostrava, Nanotechnology Centre, Regional Material Technology Research Centre, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Czech Republic

² VŠB – Technical University of Ostrava, Institute of Mining Engineering and Security, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Czech Republic

The paper is devoted to the modeling of the magnetic field around magnetized steel ropes using the ANSYS software package. The influence of wire cracks on the amplitude distribution of the generated field is specified for two kinds of steel rope assuming surface and inner defects. The first rope is characterized by six rope strands where each strand is completed by 27 wires (two different diameters, 12 thick wires, and 15 thin ones), while the second one has a Z-geometry with a special cross section of wires located on rope surface. The results show a significant influence of surface defects (more than 10 mT) and measurable magnetic flux responses (in the frame of some mT) by cracks in the inner wires with 1 mm gaps. The limits for nondestructive testing of demonstrated ropes are described in detail. Theoretical results support the application of magnetic measurements for nondestructive testing of steel ropes in practice.

Key words: Magnetic field; steel ropes; magnetic diagnostics; flaw detection

Práce je zaměřena na modelování magnetického pole kolem zmagnetovaných ocelových lan pomocí softwarového balíčku ANSYS. Zaměřuje se na modifikaci rozptylových magnetických polí vlivem povrchových, podpovrchových a vnitřních vad ocelových lan, především na roli trhlin jednotlivých drátů v laně a kumulaci prasklinových defektů. Vliv drátových prasklin na rozložení amplitudy generovaného pole je studován pro dva typy ocelových lan, kde se předpokládají povrchové a vnitřní vady. První lano je charakterizováno šesti lanovými prameny, kde každý z nich je tvořen 27 dráty (dva různé průměry, 12 tlustých a 15 tenkých drátů), zatímco druhý má Z-geometrii se zvláštním průřezem drátů umístěných na povrchu lana. Výsledky vykazují významný vliv povrchových defektů, kdy při trhlíně povrchového drátu s mezerou velikosti 1 mm pozorujeme amplitudovou modulaci magnetické indukce v okolí lana s úrovní výrazně vyšší než 10 mT. Pro podpovrchové defekty shodné geometrie, které nelze diagnostikovat optickými metodami, se amplituda modulačního pole pohybuje na úrovni několika mT pro hodnoty magnetické indukce. Z hlediska budoucího vývoje jsou zajímavé výsledky, které popisují vliv trhlin drátů, které se vyskytují v hlubokých vrstvách ocelového lana. I v tomto případě byl pozorován efekt trhliny na distribuci vnějšího magnetického pole. Tyto výsledky podporují šanci pro aplikaci nedestruktivních diagnostických metod ocelových lan pro komplexní analýzu technického stavu těchto důležitých prvků transportních a nosných systémů. U ocelových lan s uzavřeným povrchem (Z-geometrie) u vnitřních defektů (trhliny drátů) se blížíme k mezním hodnotám snímání poruch, kdy daná konstrukce lana výrazně ovlivňuje modulaci rozptylových magnetických polí interními poruchami. Z popsáných jevů vyplývá, že bude zapotřebí věnovat se také popisu úbytku kovového průřezu (koroze) jednotlivých drátů lana na rozložení výsledného magnetického pole v okolí zmagnetovaného lana.

Klíčová slova: Magnetické pole; ocelová lana; magnetická diagnostika; defektoskopie

Steel wire ropes are complex structures. Most wire ropes operate in demanding conditions and must resist crushing, bending fatigue, and abrasion. Consequences of their failures can often be catastrophic [1]. A steel wire rope consists of wires laid into several strands, which are, in turn, laid around a center core. They belong to the most critical items in the transport industry. Traffic safety is very important, so ropes are routinely controlled by a suitable type of flaw detector. It is well known that magnetic analysis appeared to offer the greatest promise as a nondestructive method for testing wire ropes. This method can naturally be applied only to ferromagnetic materials.

At the VŠB-TU Ostrava, we have developed a flaw detector for the inspection of steel ropes and tubes up to a diameter of 60 mm. Permanent magnets are used as a source of magnetic field. Hall detectors have been used to measure the magnetic field. Permanent magnets as a magnetic source are very stable and do not need electrical power. Hall probes for measuring magnetic fields have the advantage that they enable measuring the rope in a static state (without the motion between the rope and flaw detector). The advantage of this method is the ability to identify individual defects over the total length of the rope, which normally reaches 1000 m (up to 10,000 m). The method is very sensitive to external

defects, while internal defects are more difficult to identify.

For this reason, we try to model the responses of individual types of defects for a specific design of steel rope [2]. This method allows us to detect not only the surface breakages (broken wires, imperfections, cracks) but also the internal defects. The physical principle of magnetic testing is based on the generation of a secondary magnetic field, which is created by a magnetized body [3, 4]. Not all flux lines of the magnetized object cross the defect area directly [5]. It means generally that the longitudinal and radial components of the magnetic field are specified. The solution of the field problem of the magnetized bodies is of great importance in several areas of science especially because of the increasing use of permanent magnets and magnetic circuits [6, 7].

1. Modeling

The model of the setup can be formulated using a scalar magnetic potential. Two types of the sub-regions can be distinguished: the source-free medium (air) and the magnetic material (steel rope wires). Both types of the mentioned sub-regions are considered without free currents, and the result is that the tangential components of the magnetic field intensity along their mutual boundaries are continuous. The applied mathematical approach is described in [8] in detail.

The numerical modeling of the experimental array by FEM was carried out using the ANSYS software package. To secure stable results of the computation, the size and the number of the elements in the model was tested. It was found that in order to achieve stable results, models had to contain approximately 2 500 000 elements. Further increasing the number of elements does not substantially improve the stability increase, and moreover, it leads to superfluous growth of computational time.

2. Theoretical Results

The numerical computations of magnetic fields generated by cracks of magnetized steel ropes have been realized on two geometrical constructions of steel ropes. The first one is depicted in Fig. 1, and it is characterized by six rope strands where each of them is completed by 27 wires (two different diameters, 12 thick wires, and 15 thin ones). The second rope has the so-called Z-geometry (Fig. 2), with a special cross section of wires located on the rope surface.

The fundamental question related to magnetic diagnostics (in general) is the limit responsibility for steel rope testing. This question is connected with the secondary magnetic field magnitude generated by defects of the magnetized rope. In the following text we try to describe the magnetic field distribution around magnetized steel ropes with different positions of defects.

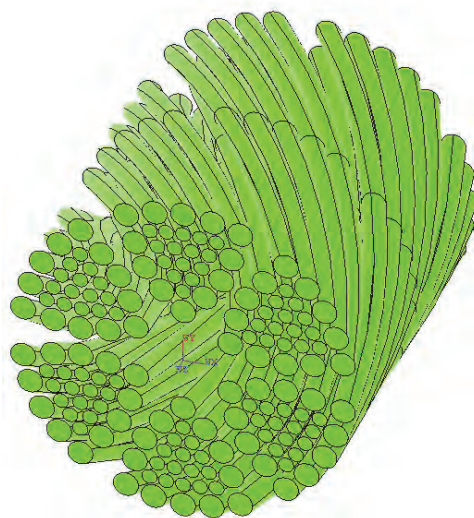


Fig. 1 Cross-section of six strands rope combining thick and thin wires
Obr. 1 Šestipramenné ocelové lano s tenkými a tlustými dráty

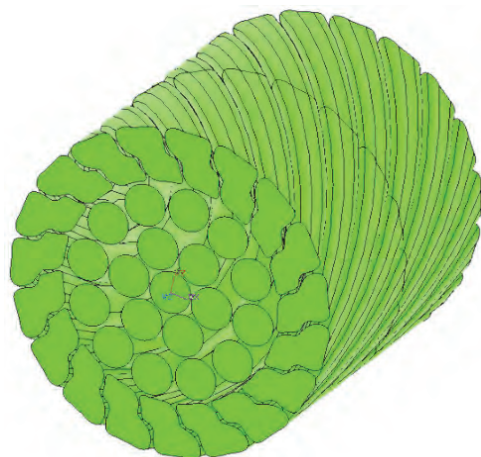


Fig. 2 Z-geometry of steel rope
Obr. 2 Ocelové lano s Z-dráty

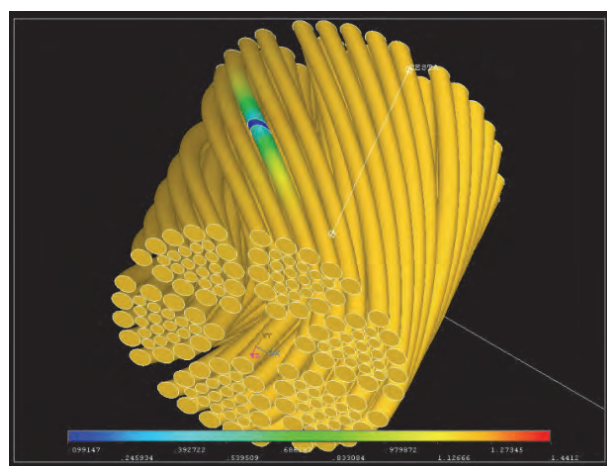


Fig. 3 The rope with a surface defect; the positions of the defect is specified by colored fronts of wire
Obr. 3 Lano s povrchovou vadou; pozice defektu jsou určeny barvami drátů

The first situation is a wire crack (1 mm gap on the thick wire) on the rope periphery (see Fig. 3). The corresponding 3D distribution of the secondary magnetic field is demonstrated in Fig. 4. The magnetic flux density peak for this case reaches up to 70 mT. For this case, the discussed crack means approximately 1% of the change of the rope cross-section.

For nondestructive testing, the main attention is focused on the possibility to determine inner steel ropes defects, which cannot be disclosed by visual techniques. Figure 5 describes the magnetic field distribution around rope where the underground thin wire is interrupted by a 1 mm gap. The corresponding magnetic flux distribution at the rope rope surface is modulated in the frame of 10 mT (Fig. 6).

For the case when the inner thin wire is broken (1 mm gap, Fig. 7), magnetic field changes in comparison with the perfect rope are approx. 1 mT (Fig. 8).

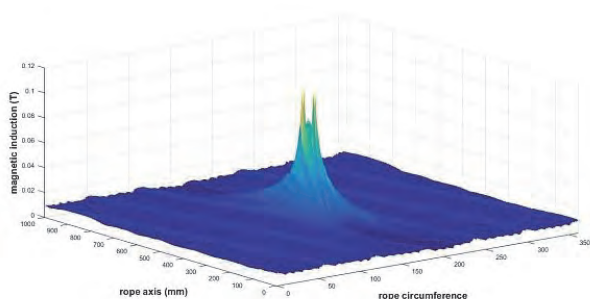


Fig. 4 3D distribution of secondary magnetic field for wire crack (1 mm) on the rope periphery (six strands rope) according to Fig. 3

Obr. 4 3D rozložení sekundárního magnetického pole pro přetržený drát (1 mm) na obvodu lana (šest pramenné lano) podle obr. 3

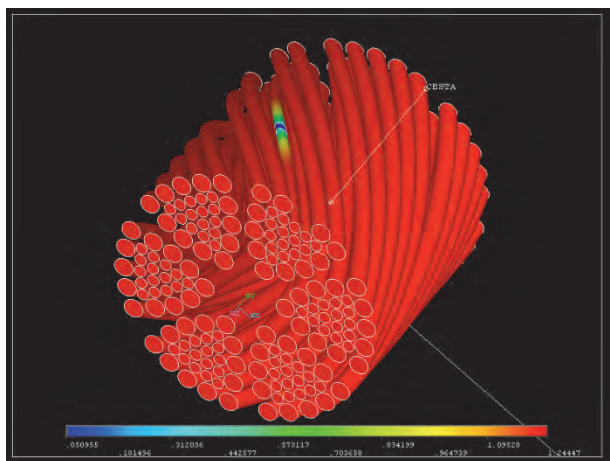


Fig. 5 The underground wire defect (gap of 1 mm on thin underground wire)

Obr. 5 Defekt uvnitř lana (mezera 1 mm na tenkém podzemním vodiči)

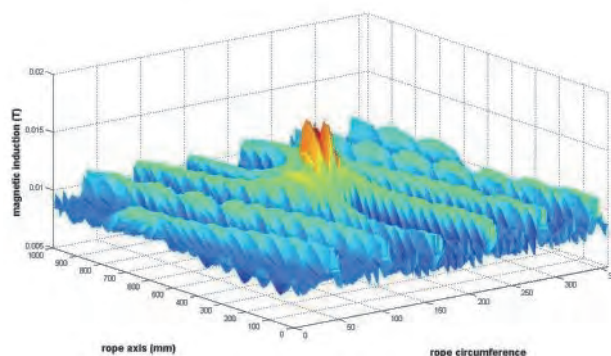


Fig. 6 3D distribution of secondary magnetic field for thin wire crack (1 mm) according to Fig. 5

Obr. 6 3D rozložení sekundárního magnetického pole pro tenké drát (1 mm) podle obr. 5

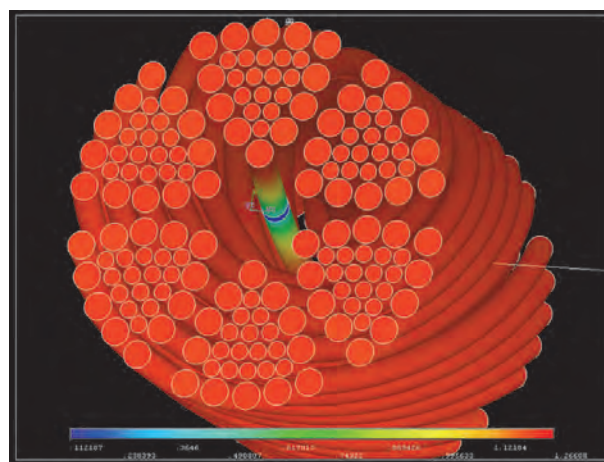


Fig. 7 The geometry of inner wire crack (1 mm gap)

Obr. 7 Geometrie vnitřního defektu (1 mm mezera)

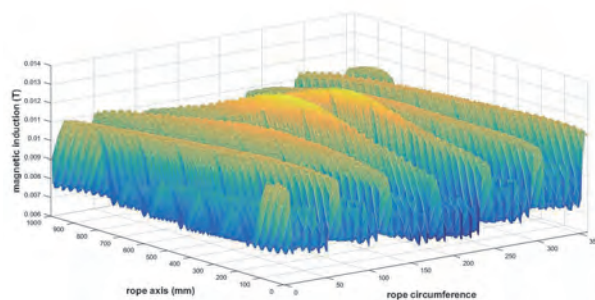


Fig. 8 The distribution of modulated magnetic field by inner wire crack according to Fig. 7

Obr. 8 Rozložení magnetického pole kolem vnitřního defektu drátu podle obr. 7

In order to enable unambiguous decisions related to defects geometry and their positions in the rope the modulation of the magnetic field around magnetized steel rope with cracks, which are repeated (Fig. 9) has been studied. For these cases we can observe importantly different output signal of-flaw detector (magnetic field modulation) in comparison with early discussed situations (Fig. 10).

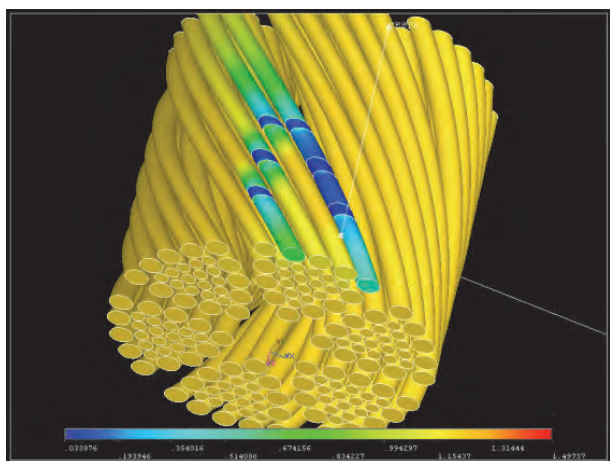


Fig. 9 Steel rope with multiple wire cracks
Obr. 9 Ocelové lano s několika prasklými dráty

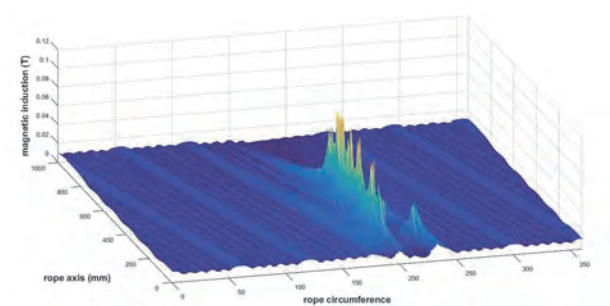


Fig. 10 Magnetic field distribution around steel rope with multiple wire cracks according to Fig. 9
Obr. 10 Rozložení magnetického pole kolem ocelových lan s několika trhlinami podle obr. 9

For the magnetized Z-geometry rope with surface breakage (Fig. 11) the surroundings of the defect are characterized by important magnetic flux changes (Fig. 12). Close to the defect area, we can observe more than 50 mT shifts in the magnetic field amplitude.

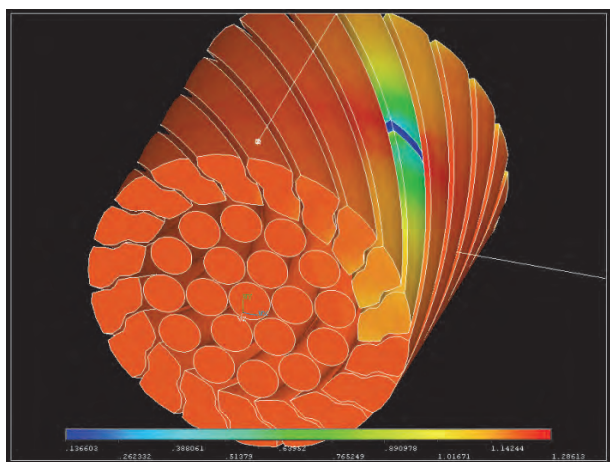


Fig. 11 Z-geometry rope with surface breakage
Obr. 11 Lano Z- geometrie s povrchovými defekty

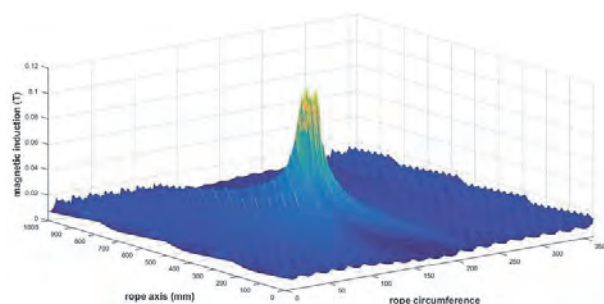


Fig. 12 Magnetic field modulation for Z-geometry rope with surface breakage according to Fig. 11
Obr. 12 Rozložení magnetického pole pro lano typu Z s defektem povrchu podle obr. 11

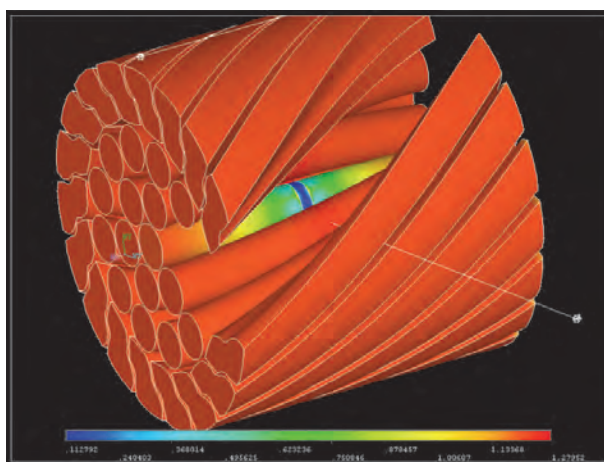


Fig. 13 Steel ropes with a Z-geometry with internal crack
Obr. 13 Ocelové lana se Z-geometrií s vnitřním defektem

It is more attractive for diagnostics to solve the contribution of internal cracks – defects (Fig. 13) to the magnetic field surrounding the tested rope. This question is especially important for ropes with a Z-geometry, because in this case the top wires practically enclose the rope surface. The theoretical results declare the possibility of using nondestructive magnetic diagnostics to inspect Z-ropes with internal defects. For this case, we observed magnetic flux changes of more than 5 mT (Fig. 14).

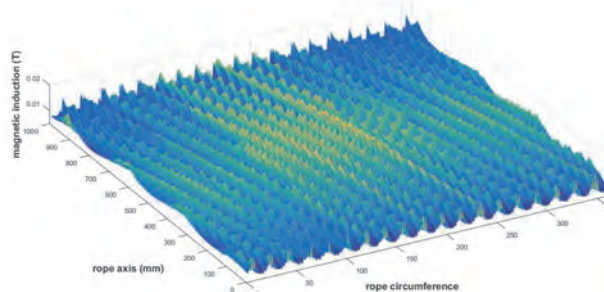


Fig. 14 Modulation of the magnetic field around Z-shape rope by internal crack according to Fig. 13
Obr. 14 Rozložení magnetického pole kolem lana tvaru Z vnitřním defektem podle obr. 13

Conclusions

The numerical modeling of the experimental array by FEM was carried out using the ANSYS software package. It was found that in order to achieve stable results, models had to contain approximately 2 500 000 elements. Further increasing the number of elements does not substantially improve the increase in stability.

The achieved results have confirmed the possibility to apply yoke magnetic flaw detector [1] for diagnostics of surface and internal wire cracks of ropes characterized by six strands geometry and Z-geometry. The magnetic flux density generated by the magnetized rope with different cracks (surface and inner thick and thin wires) exceeds the response limit of flaw detector.

For wire crack (1 mm gap on the thick wire) on the rope periphery, the corresponding 3D distribution of the secondary magnetic field reaches up to 70 mT. For the case where the underground thin wire is interrupted by a 1 mm gap, the corresponding magnetic flux distribution at the rope surface is modulated in the frame of 10 mT.

For the magnetized Z-geometry rope with surface breakage, the surroundings of the defect are characterized by important magnetic flux changes. Close to the defect area, we can observe shifts exceeding 50 mT in the magnetic field amplitude. The theoretical results declare the possibility of using nondestructive magnetic diagnostics to inspect Z-ropes with internal defects. For this case, we observed magnetic flux changes of more than 5 mT.

Acknowledgments

This work was partially supported by the Ministry of Education, Youth and Sports: by the National Program of Sustainability (NPU II) project „IT4Innovations excellence in science - LQ1602“, and "Regional Materials Science and Technology Centre - Feasibility Program" (LO1203).

References

- [1] PIŠTORA, J., LESŇÁK, M., VLČEK J., FOUKAL, J. Magnetic defectoscope with Permanent Magnets. *J. Mag. Mag. Mat.*, 196-197 (1999), 283–285.
- [2] COLLINI, L., DEGASPERI, F.: MRT Detection of Fretting Fatigue Cracks in a Cableway Locked Coil Rope. *Case Studies in Nondestructive Testing and Evaluation*, 2 (2014), 64–70.
- [3] XIAO-YONG, Z., XIAO-HONG, Z. Feature Extraction and Analysis of Magnetic Non-destructive Testing for Wire Rope. In *The 3rd International Conference on Digital Manufacturing & Automation*, Proceedings of Conference, IEEE, 2012, pp.418–421.
- [4] RADOVANOVIČ, I. D., RAJOVIČ, N. M., RAJOVIČ, V. M., JOVIČIČ, J. S. Signal Acquisition and Processing in the Magnetic Defectoscopy of Steel Wire Ropes. *Telfor Journal*, 4 (2012) 2, 144–148.
- [5] VARGA, E., BEYER, A. Magnetic Field of a Uniformly Magnetized Hollow Cylinder. *IEEE Trans. Mag.*, 34 (1998), 613–618.
- [6] ŽEŽULKA, V., PIŠTORA, J., LESŇÁK, M., STRAKA, P., CIPRIAN, D., FOUKAL, J. Intensity Distribution of Strong Magnetic Fields Created by Opposing Linear Halbach Assemblies of Permanent Magnets. *J. Mag. Mag. Mat.*, 345 (2013), 7–12.
- [7] LIU, J., JIN, J. M., YUNG, E. K., CHEN, R. S. A Fast, Higher Order Three-dimensional Finite-element Analysis of Microwave Waveguide Devices. *Micr. and Opti. Tech. Lett.*, 32 (2002) 5, 344–352.
- [8] PIŠTORA, J., LESŇÁK, V., VALÍČEK, J., HARNIČÁROVÁ, M., VRABKO, V. Magnetic Field Distribution Around Magnetized Steel Ropes and its Modulation by Rope Defects. *Engineering Design Applications*, 92 (2018), 211–219.

Pozinkovací linka č. 3 rekordně

Ocel' VÝCHODU, 24. 9. 2018

V srpnu 2018 bylo na pozinkovací lince č. 3 divizního závodu Zušlecht'ovny a Obalová větev USSK na Slovensku dosaženo skvělého výkonu, kterým byl překonán poslední rekord ze srpna 2015.

Nový měsíční rekord ve výrobě na pozinkovací lince č. 3 má hodnotu 42 705 t. materiálu a je o 160 t vyšší než ten předchozí.

Dobrou práci odvedli i údržbáři, když 13 neplánovaných prostojů nepřesáhlo 243 minut, což je extrémně krátká doba. Znamená to, že časové využití linky bylo 99,45%.

Processes of Waste Recycling and Utilization in the Shaft Furnaces

Procesy recyklace a využívání odpadů v šachtových pecích

doc. Ing. Silvie Brožová, Ph.D.¹; doc. Ing. Pavlína Pustějovská, Ph.D.²; Ing. Monika Zbránková³; Ing. Jaroslav Havránek³

¹ VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Materials Science and Technology, Regional Materials and Science and Technology Centre, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Czech Republic

² VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Materials Science and Technology, Metallurgy and Foundry Department, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Czech Republic

³ VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Materials Science and Technology, Non-ferrous Metals, Refining and Recycling Department, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Czech Republic

The production of iron and non-ferrous metals represents industries that are among the largest polluters of the environment. The production of metals is characterized by the fact that it is accompanied by large movements of raw materials and products and enormous energy consumption. This in itself poses a heavy burden on the surrounding environment, but it does not always take sufficient account of it. The inland position of our state, lacking its own raw materials and a large share of export of products adds to it. The environment is influenced by the production of metals by the widespread formation of waste products, which may be in a solid, liquid and gaseous state. In addition to direct and indirect air pollution, water and surrounding soils, the metallurgical activity affects the surrounding environment as well as noise, heat and light radiation and, last but not least, the radiation effects of some slags and other materials.

Establishing clear rules on waste management is currently determined by the relevant EU directives. In these rules, the legislation encourages the use of waste before its mere removal, particularly with regard to landfilling. These tendencies must, therefore, be part of the training of experts not only in the field of environmental protection but also in all technical fields.

Key words: recycling; metallic waste; shaft furnaces

Výroba železa a neželezných kovů představuje průmyslové odvětví, které patří mezi největší znečišťovatele životního prostředí. Pro výrobu kovů je charakteristické, že je doprovázena velkými přesuny surovin a produktů a enormní spotřebou energie. To samo o sobě představuje velké zatížení pro okolní životní prostředí, ale ne vždy se dostatečně bere do úvahy. Vnitřní území našeho státu, chybějící vlastní suroviny i značný export produktů to ještě umocňuje. Životní prostředí je výrobou kovů ovlivňováno rozsáhlým vznikem odpadních produktů, které se mohou nacházet v pevném, tekutém i plynném stavu. Kromě přímého a nepřímého znečišťování ovzduší, vod a půdy ovlivňuje metalurgická činnost okolní prostředí i hlukem, tepelným a světelným zářením a v neposlední řadě i radiačními účinky některých strusek a dalších materiálů.

Stanovení jasných pravidel pro nakládání s odpady je v současnosti určeno příslušnými směrnici EU. V těchto pravidlech se legislativně podporuje využívání odpadů před jejich pouhým odstraněním, zejména pokud jde o ukládání na skládky. Tyto tendence musí být proto součástí i edukace odborníků nejen v oblasti ochrany životního prostředí, ale i ve všech technických oborech.

Článek předkládá kritickou analýzu a zhodnocení dosavadních výzkumných přístupů uplatňovaných při recyklaci odpadů, především z metalurgického průmyslu. I když je recyklaci odpadů v ČR i v zahraničí věnována velká pozornost, úsilí je roztržštěné a zaměřené většinou na aktuální problematiku daných regionů. Základy teorie zpracování a recyklace odpadů byly v nedávné minulosti již položeny, ale výsledky nejsou až dosud propracovány s přihlédnutím k vysokým energetickým, ekonomickým a ekologickým požadavkům na moderní alternativní technologie současnosti.

Klíčová slova: recyklace; kovonosný odpad; šachtové pece

The modern method of the production of metals is distinguished by the rank of options with several differently successive, first of all, pyrometallurgical production stages where mainly carbon in various forms plays a significant role:

- such as processed black and brown coal as well as coke
- gaseous and liquid hydrocarbons occur in a large extent in waste products suitable for recycling.

Innovations in the technologies of metal productions were mainly as follows: pre-treatment of semi-products, including desulphurization, limiting of production in the aggregates with the open hearth (production only in the oxygen converters and electric arc furnaces), separation of metal finishing from the basic smelting aggregate due to the equipment of the ladle (secondary) metallurgy, use of alternative energies (coal, oxygen, oxy-fuel burners, use of plasma technologies), as well as recyclable wastes (scrap, sludge, dusts, sinter, etc.), hydride (flexible) technological enabling operative change of composition of both charging stock and energetic inputs and this according to various criterions. Among these innovations also techniques of continuous steel production can be ranked (using EOF principle or converter). Great innovations can be represented in new products (properties orientated on using) by structural design of aggregates, in measuring sensors as well as in process models.

Metallurgical aggregates offer a unique possibility of thermal decomposition and treatment of diverse substances, which can also be applied on – currently topical – municipal waste.

A significant characteristic of high-temperature treatment processes is eliminating resources of generation of extra-hazardous furans and dioxins accompanying traditional combustion of municipal wastes in incineration plants [1 – 3].

Recycling and Waste Recycling Processes in Shaft Furnaces

Shaft metallurgical furnaces are one of the oldest technical equipment. Furnaces of this type are filled with a charge in the upper part; the charge is then falling down and has contact with hot gasses in the counter-flow. Due to charge heating through gasses, physical-chemical and chemical reactions occur. Generally, recycling of waste materials has a significant position mainly in blast-furnace technology.

Independently of using blast furnaces for recycling and exploitation of wastes also other installations based on the principle of shaft furnaces are built up, for example, processes inspired by OxyCup technology, with which the charge can consist wholly from wastes [6].

Recycling and Waste Treatment in Blast Furnaces

A great variety of technical conditions obtained in the blast furnace together with a reduction potential of the process offer a possibility of the treatment of most diverse substrates, including fly ashes. Knowledge of complex thermodynamic equilibria of reactions being in progress gives a possibility to predict quality, as well as the amount of generated products under different particular conditions of furnace work. We can also assume that in near future selected blast furnace units will be able to serve for the production of pig iron less and less and they

will serve more and more as aggregates for exploitation of selected waste materials [4 – 5].

Using ferriferous waste materials as the part of blast-furnace charge offers a great spectrum of wastes, such as dust, sludge, sinter and sometimes also metallic iron in different forms. During the evaluation of the influence of these materials on the blast-furnace process as such, it is necessary to pay attention to the content of compounds and elements showing ill-effects on the process run as well as on the iron quality. It concerns first of all zinc, alkali oxides, copper, lead, tin, phosphorus, sulfur [6].

In practice, it is known that some elements and compounds occur in dangerous forms only in certain waste materials. In case of dust and sludge, it is necessary to take into account a great content of zinc, alkali compounds and lead [7 – 8].

Usual recycling procedure of these materials is realized through their batching into sinter charge. The other possible technologies of waste batching are connected with unnecessary lumping, which can be realized by various procedures.

OxyCup Process

ThyssenKrupp company together with Mannesmann Demag, Küttner companies and others have elaborated this process in the laboratory, as well as in pilot scale. Cupola with the shaft height of 5 m and hearth diameter of 2.4 m (Fig. 1) is a fundamental unit of the installation. The charge consists of briquettes in hexagon shape reaching to the height of 110 mm that are prepared from the mixture of fine-grained waste materials with addition of milled coke and cement that is used as a binding agent. An intensive reduction starts in briquette lump after heating up to 1000°C using deoxidizing agent contained in briquettes. The charge remains in blast furnace shaft for approximately 20 minutes and reduction of metal oxides occurs, as well as the beginning of charge smelting. Iron cementation takes place in blast furnace hearth.

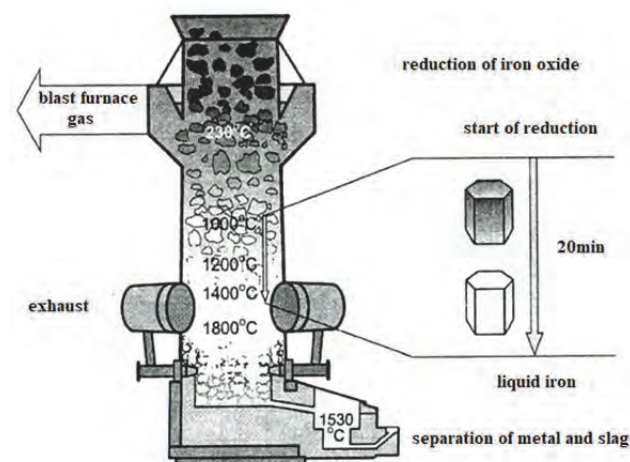


Fig. 1 OxyCup equipment scheme [6, 7]

Obr. 1 Schéma zařízení OxyCup [6, 7]

Prospective Designs of Other Blast Furnace Treatment Technologies

Requirements on properties of raw materials, especially on their grain size distribution, depend on the structural design. Beside the requirements on grain size distribution, some other requirements exist in individual cases for proper metallurgical properties of raw materials, or vice versa, these specific metallurgical properties can modify a structural solution, especially the equipment geometry. General requirement during hydrogen reduction is complying with hydrogen explosibility.

Smelting and superheating processes and the process of metal and sinter separation can be suitably connected with regard to great differences in specific gravity of iron. Connected processes require the provision of sufficient heat delivery. This can be reached provided that carbon is eliminated from the procedure either by electric current heating (inductively, by microwave radiation, by resistance, plasma or arc created among non-carbon electrodes) or by heating of reduced mixture and metal by gas, which has the necessary temperature. Nevertheless, the gas used must not have oxidizing character. The most accessible gasses in this respect seems to be nitrogen and argon, but we can also think of hydrogen [9].

The above-mentioned heating by electric current offers also various options. Heating by microwave radiation is as per nowadays knowledge accompanied by favourable secondary factors – by influencing diffusion and reduction speeding, which can markedly intensify reduction work in the zone of oxide reduction (metal generation decelerates favourable influences). This field itself, therefore, can represent one of the interesting research concentrations.

Use of carbon electrodes for heating is possible to permit in those processes where insignificant CO₂ emissions are allowed. Heating to the required temperature by gas has also some options, from using another secondary heat resource, through using electric heating up to possible use of nuclear energy [10 – 14].

During the real solution of heating for these processes, it is also necessary to solve “breathability” of smelted and separated semi-product and consequently also geometry of reaction space and heat input. For example, during blast-furnace process metallurgical coke creates frame providing breathability in the zone of softening and melting, in processes of smelting reduction it concerns usually splitting into two reaction spaces at temperatures corresponding to softening (cohesion zone) and using another type of convection to provide heat transfer (fluid, circular) in high-temperature reactor. For a new process, we can also imagine the option where breathability in lower layers (and at the same time at the highest temperatures) is provided by highly refractory ceramic balls or by another filler shape with a proper porosity [6].

Application of nitrogen, especially in combination with plasma or arc is accompanied with a risk of generation of

nitrogen oxides (NO_x), therefore also their restriction, elimination, and removal have to be a part of modifications of metal (steel) production.

Alternatively, it would be possible to eliminate melting by application of chemical refining of reduced iron by the procedure of carbonyl production of powder iron, which would provide the process of metal and sinter separation. This presumes an input of metalized powdered raw material, the most optimally from the process of direct fluid reduction. Even if during production carbon monoxide is applied, it can be optimally recycled without air pollution by carbon monoxide and with limited carbonization of the final product.

Chemical refining can be also considered to be tailing extraction from ferriferous ore in the alkaline melt (for example NaOH, KOH), during which separation of particular mineralogical components occur under temperatures amounting to 350 – 450°C. These components melt to the soluble stage in the form of silicates, complex aluminates, zincates, and iron oxides. The mentioned production is based on the reversible reaction



In registered form reaction under the high pressure (approx. 20 MPa) and moderate temperatures (approx. 200°C) occurs. Decomposition of liquid iron pentacarbonyl occurs under atmospheric pressure, slightly increased temperatures (70 – 80°C) and permanent removal of carbon monoxide from the reaction space. Carbonization is prevented by the slight addition of ammonia and subsequent annealing of the product in a hydrogen atmosphere.

Fe hydroxides (and/or Al and other accompanying metals) can be separated from the aqueous solution and treated further on. Leach can be recycled.

A similar procedure, such as tailings extraction from iron ore in the alkaline melt is applied during production of sorbents from coal – Gravimelt Process technology (desulphurization and ash extraction). Industrial realization depends on NaOH price. The mentioned method was protected by the patent “Method of Processing Raw Materials on the basis of Oxides.” Nowadays this procedure is called MLC process (molten-caustic leaching coal) [4 – 7].

For completeness’ sake, it is necessary to mention also a limited possibility of magnetic or gravity separation. With these procedures, it is possible to expect the downsizing process for achieving optimum granulometry.

The carbon-free procedure ensures production of molten pig-iron. Hydrogen and nitrogen as far as they are absorbed in steel have unfavourable effects on its properties with only minor exceptions. Therefore it is necessary to provide reaching the final steel quality by the appropriate equipment of the secondary metallurgy. From the point of view of the present state of technology development, an integral system of secondary metallurgy (ISSM) seems to be an optimum supplement enabling a majority of ladle metallurgy options.

The company VÍTKOVICE, a.s. is the licence owner and equipment producer. The principle of ISSM technology consists in secondary complex treatment of produced steel in one-reactor space where a ladle with liquid metal is placed. Generally, it includes processes of electric and chemical heating-up, alloying, carbonization, homogenization by vacuuming, degassing and sulphur removal [1].

Consequential questions are the achievement of the optimum composition of liquid metal (alloying, micro-alloying) which can be carried out either by known technologies in the equipment for secondary metallurgy or by adding an appropriate raw material into ferri-ferrous charge under concurrent reduction of the proper element and iron.

Modification of Existing Procedures of Direct Steel Production with Plasma Burner Application

Based on previous consideration there are analyzed basic modifications of the procedures, which presume competitive steel production in comparison with existing procedures. At the same time solution of the individual critical processes should provide also minimization and/or total elimination of greenhouse gasses [4 – 7].

High consumption of energy can be justified especially in cases of processing otherwise unusable ferri-ferrous raw materials (wastes), which require relevant refining and which cannot be processed in any other way. Efficiency can be increased by evaporated captured nonferrous metals (for example Zn, Cu, Pb). Fig. 2 shows a generalized model of plasma treatment [8 – 9].

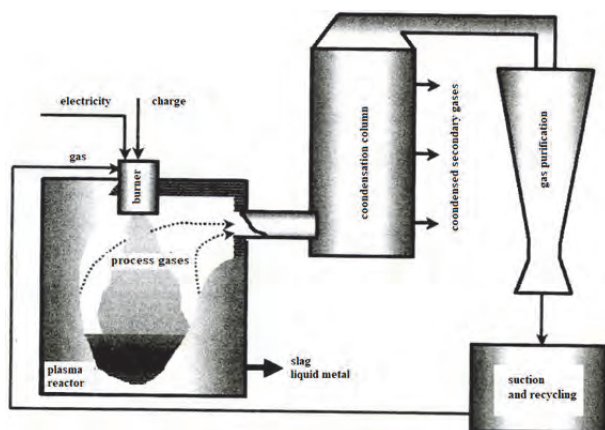


Fig. 2 Concept of plasma procedure [8]
Obr. 2 Koncept plazmového pochodu [8]

The charge would be formed by ferri-ferrous raw material (ore, wastes) with addition agents for reaching an optimum composition of the charge mixture. Plasma is formed from any gas (Ar) enriched by a deoxidizing agent (we can think over hydrogen). Integrated processes of reduction, separation and melting are lead to the space of exhausted (vacuum treated) plasma reactor. It contains ferri-ferrous or carbon counter-electrode where a liquid

metal and sinter is collected and subsequently discharge process gasses bearing gasifying refined metals with lower melting points. Gasses leave for condensation column where they gradually condensate. Metals and/or oxides or other compounds are taken from condensation places and then transferred to another treatment. Last part of the process diagram represents the cleaning of waste gasses with the possible recycling [10 – 14].

Conclusions

In the presented study, there were carried out critical analysis and evaluation of existing research approaches applied for the recycling of waste, especially from the metallurgical industry. In conclusion it can be stated that even though great attention is paid to recycling of wastes at national, as well as foreign scope, this effort is disintegrated and usually concentrated on the topical problem of the specific region. Principles of the theory of waste treatment and recycling have been already laid in the recent past, but results have not been elaborated till now with regard to high energetic, economic and environmental requirements for modern alternative technologies of the present.

Acknowledgement

The article has been prepared within the frame of the Project No. LO1203 "Regional Materials Science and Technology Centre - Feasibility Program" funded by the Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic and SP2018/100.

References

- [1] BROŽOVÁ, S. *Technologické, ekologické a ekonomické využití plazmy při výrobě železa a oceli*. (Dizertační práce) Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2000. 88 s.
- [2] HIRSCH, A., KLOCK, R., SENK, D. Vorgänge in der Blassebene von Schachtofen. In 21. *Aachener Stahlkolloquium*, 14-15.9.2006, Aachen, Germany, pp. 35–45. ISBN 3-86130-906-8.
- [3] SENK, D., GUDENAU, H. W., GEIMER, S., GORBUNOVA, E. Dust injection in Iron and Steel Metallurgy, *ISIJ International*, 46 (2006) 12, 1745–1751.
- [4] CENGEL, P., PIVOVARČI, M. Niektoré poznatky o kontaminácii oceliarských úletov zinkom. *Hutnické listy*, 63 (2000) 9, 3–4. ISSN 0018-8069.
- [5] BILÍK, J. Matematický model degradace koksu ve vysoké peci. *Hutnické listy*, 45 (1990) 4, 225–230. ISSN 0018-8069.
- [6] LEIMALM, U., ÖKVIST, L. S., BJÖRKMAN, B. Effect of Different PCI Practice on the Texture Obtained during Reduction of Iron Oxide Pellets. *ISIJ International*, 48 (2008) 12, pp 1686–1695. ISSN 0915-1559.
- [7] Ke-jiang LI, Jian-liang ZHANG, Zheng-jian LIU, Rui MAO, Tian-jun YANG. Comprehensive Evaluation of OxyCup Process for Steelmaking Dust Treatment Based on Calculation of Mass Balance and Heat Balance. *Journal of Iron and Steel Research International*. 21 (2014) 6, 575-582. ISSN 1006-706X
- [8] KNEPPER, M., BABICH, A., SENK, D. Reaktionskinetik von Reduktionsträgern im Hochofen und Schmelzvergaser. In 27. *Aachener Stahlkolloquium*, Eurogress Aachen, Sept. 2012, pp 85–96. ISBN 978-3-941704-24-4.

- [9] BARICOVÁ, D. Recycling of Oxygen Converter Flue Dust into Oxygen Converter Charge. *Metalurgija*, 41 (2002) 3, 242. ISSN 0543-5846.
- [10] BROŽOVÁ, S., PUSTĚJOVSKÁ, P. Jiné možnosti zpracování kovonosných oxidických odpadů s využitím plazmového ohřevu. In *Odpadové fórum 2009*. Praha: PCHE - PetroChemEng, 2009, s. 3292–3253.
- [11] PUSTĚJOVSKÁ, P., KARDAS, E., JURSOVÁ, S., INGALDI, M., BROŽOVÁ, S., KONSTANCIÁK, A. Nové metody zpracování a recyklace jemnozrnných kovonosných odpadů. *Hutnické listy*, 67 (2014) 1, 24–28. ISSN 0018-8069.
- [12] FINDORAK, R. et al. The Effect of Charcoal Addition on Iron-ore Sintering Emission. In. *International Multidisciplinary Scientific GeoConference Surveying Geology and Mining Ecology Management*, SGEM, 2, Bulgaria, 2013, pp 629–636.
- [13] DŽUPKOVÁ, M., et al. Evaluation of Selected technological and Ecological Parameters of Sinter Production. *Acta Metallurgica Slovaca*, 17 (2011), 269–275.
- [14] BERNASOWSKI, M. Theoretical Study of the Hydrogen Influence on Iron Oxides Reduction at the Blast Furnace Process. *Steel Research International*, Germany, 85 (2014) 4, 670–678.

Technologie HYBRIT

OENERGETICE.cz 26.září 2018, solarthermalmagazine.com/2018/06/29

Výroba oceli je energeticky velmi náročná. V současné době jsou uhlí a zemní plyn nejčastější fosilní paliva pro vytvoření vysokých teplot v tavicích pecích. Švédsko zahájilo spolupráci s průmyslem na vývoji alternativy k uhlí a zemnímu plynu pro výrobu oceli. K tomuto účelu by měl sloužit vodík.

Využití vodíku může výrobu oceli zcela změnit. Základem procesu je využití energie z obnovitelných zdrojů pro výrobu vodíku a kyslíku z vody. Využitím obnovitelných energií se celý proces výroby oceli stává téměř bezemisním. Celá technologie má název HYBRIT (Hydrogen Breakthrough Ironmaking Technology).

V červnu 2018 byl položen základní kámen pilotní ocelárny s technologií HYBRIT ve městě Luleå, které je jedním z hlavních center švédského ocelářského průmyslu. Slavnostního ceremoniálu se zúčastnil i švédský předseda vlády Stefan Löfven. Hlavními investory jsou společnosti SSAB, LKAB a Vattenfall. Dalším investorem se stala Švédská energetická agentura. Celková investice činí téměř 1,4 mld. SEK (3,46 mld. CZK). Švédska energetická agentura investuje celkem 528 mil. SEK a tři výše zmíněné soukromé společnosti celkem 830 mil. SEK. Tím se technologie HYBRIT dostává z úrovně teoretické do praxe.

Projekt získal zelenou na začátku tohoto roku a zahájení provozu se očekává na konci roku 2020. *Nová ocelárna má sloužit pouze k rozsáhlému testování a k rozvoji technologie HYBRIT, která má zahájit ostrý provoz okolo roku 2035.*

HYBRIT má potenciál snížit celkové emise oxidu uhličitého ve Švédsku o 10 % a ve Finsku o 7 %. Technologie má navíc globální potenciál snížit emise oxidu uhličitého v ocelářském průmyslu.

Mårten Görnerup, generální ředitel společnosti HYBRIT k tomu řekl:

„Zkoušení v průmyslovém měřítku je přínosnější než zkoušení v laboratorním prostředí,“ řekl Mårten Görnerup, generální ředitel společnosti HYBRIT.

„Umožňuje nám to přiblížit se budoucímu provozu a výrobu od začátku zefektivnit. Jsme velmi rádi, že jsme schopni přistoupit k další fázi a dostat se tak o krok blíž k našemu cíli výroby bezemisní oceli se všemi jejími přínosy pro životní prostředí.“

Za své firmy se rovněž vyjádřili přítomní hlavní investoři ze soukromého sektoru.

„Bezemisní produkce oceli začíná v dolech a LKAB intenzivně pracuje na tom, jak by měla vypadat budoucí peletizační zařízení, aby se jednalo o energeticky účinný výrobní proces,“ říká Jan Moström, prezident a generální ředitel společnosti LKAB. „Výzvou pro společnost LKAB v projektu HYBRIT a naším příspěvkem je vyvinout pelety s přímým snížením obsahu oxidu uhličitého. Ocelárna s technologií HYBRIT je to správné místo, kde si můžeme naše nové technologie vyzkoušet v průmyslovém měřítku.“

Martin Lindqvist, prezident a generální ředitel společnosti SSAB řekl: „Začneme-li budovat pilotní ocelárnu, kde budeme vyvíjet a rozšiřovat technologii výroby bezemisní oceli, děláme důležitý krok kupředu směrem k cíli společnosti SSAB, kterým je bezemisní výroba do roku 2045. Jsme hrdí na to, že jsme součástí důležitého a náročného technologického posunu, který může vyústit v řešení našeho klimatického problému.“

A Magnus Hall, prezident a generální ředitel společnosti Vattenfall dodává: „Vattenfall chce docílit toho, aby společnost fungovala bez fosilních paliv během jedné generace. Podpora změny výroby oceli je jedním z nejdůležitějších příspěvků, které můžeme dát. Využití elektrické energie z obnovitelných zdrojů k rozsáhlé výrobě vodíku může umožnit technické změny, které budou mít velký dopad na vznik emisí.“

Recenzované výzkumné články

Vliv výšky licího kůlu na porozitu a segregace odlitého ingotu

The Effect of the Height of Casting Pole on Porosity and Segregations of the Cast Ingot

Ing. Vladislav Kurka, Ph.D.; doc. Ing. Petr Jonšta, Ph.D.; Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D.

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

Předkládaná práce obsahuje návrh a také ověření vlivu výšky licího kůlu na průběh tuhnutí velkého 5 t ingotu. K ověření bylo využito numerické simulace odlévání a tuhnutí v software Magma 5. Práce byly provedeny pro reálné podmínky velké hutní společnosti. Studium obsahuje vliv tří parametrů na vnitřní homogenitu ingotu, zde reprezentovanou pouze mikroporovitostí, a to změny výšky licího kůlu, rychlosti odlévání a teploty odlévání. Mikroporovitost je totiž při výrobě velkých ingotů zásadní. Bylo zjištěno, že jakýkoli zásah do již vypracované technologie, a to i sebemenšího charakteru, má vliv na vnitřní jakost ingotu. Z tohoto důvodu se doporučuje, aby při změnách parametrů výroby byly pomocí numerického software odlévání a tuhnutí znovu ověřeny a přezkoušeny všechny požadované výstupy.

Klíčová slova: ocel; ingot; odlévání; tuhnutí; porozita

Nowadays, there is a great deal of pressure to increase the quality of cast ingots, as a result of efforts to increase the yield and to minimize the energy intensity of production. For this reason, the metallurgical company has decided new process of casting ingots and by this change to increase the yield and quality of cast ingots. The influence of the change of the height of the casting poles on the internal quality parameters of the cast ingot was determined in MATERIAL AND METALLURGICAL RESEARCH Ltd. (MMV) with the use of Magma 5 software, which used the Finite Differential Method (FDM) principle. The work focused mainly on the change of porosity of the cast ingot and also on finding the most suitable metallurgical parameters for casting. The cast grade of steel is marked as CrC steel. The work was divided into two phases, where in the first phase we compared approx. of ingots 5 t poured through a standard high casting pole (we will refer to it as "lower" pole) with ingots also cast by bottom casting but using a casting pole higher by 285 mm (we will refer to it as "higher" pole). The number of ingots on the casting plate was 8, and due to the speed of the calculation, we numerically simulated the casting and solidification of a symmetric $\frac{1}{4}$ mold assembly. The liquidus temperature of the cast melt was 1453°C, the solidus temperature was 1326°C, and the melt temperature at the ingress of the mold was 1485°C. Based on the numerical casting and solidification simulations performed with the use of the Magma 5 software, from the point of view of micro-porosity, the lowest porosity content was reached by a numerical simulation with a lower casting inlet of Lower pole_2.5 / 0.5_1485 and, on the other hand, the worst porosity was achieved with a higher casting inlet, Higher pole_05_1485 at the same casting speed and temperature. Thus, when changing one parameter (height of casting inlet), other parameters (casting speed and/or casting temperature) need to be changed. We have to remind again that changing the height of the casting poles has less influence on the internal quality of the ingot than the casting speed or temperature, but with a strict view only on the micro-porosity in the casting process, this parameter also plays its role. If we evaluate the numerical simulations performed only for the higher casting pole, only from the point of view of micro-porosity, we assume that the smallest micro-porosity was shown by a numerical simulation called Higher pole.

Keywords: steel; ingot; casting; solidification; porosity

V dnešní době je velký tlak na zvyšování jakostních parametrů odlitých ingotů s cílem zvýšení výtěžnosti a minimalizace energetické náročnosti výroby. Z tohoto důvodu se hutní společnost rozhodla zvýšit licí kůl u odlévaných ingotů a touto změnou zvýšit výtěžnost a kvalitu odlévaných ingotů. Vliv změny výšky licího kůlu na vnitřní jakostní parametry odlévaného ingotu byly zjišťovány ve společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ

VÝZKUM s.r.o. (dále jen MMV) na numerickém software Magma 5, který využívá princip metody konečných diferencí (FDM). Práce se zaměřila především na změnu porozity odlitého ingotu a také na vyhledání nejvhodnějších metalurgických parametrů pro odlévání. Odlévaná jakost nese označení CrC ocel, jejíž chemické složení je uvedeno v tab. 1.

Tab. 1 Chemické složení uhlíkové CrC oceli (hm. %)

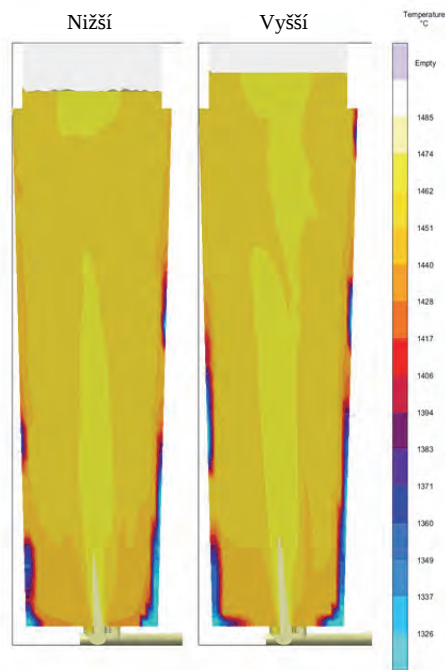
Tab. 1 The chemical composition of the CrC steel (wt. %)

C	Si	Mn	Cr	Ni
1,00	0,25	0,35	1,50	0,05

1. Numerické simulace odlévání a tuhnutí

Práce byla rozdělena do dvou fází, kdy v první fázi byly porovnávány cca 5tunové ingoty spodem odlévané přes standardně vysoký licí kůl (označen jako „nižší“) s ingoty taktéž spodem odlévanými, ale přes licí kůl vyšší o 285 mm (označen jako „vyšší“). Na licí desce bylo umístěno osm kokil. Z důvodu urychlení výpočtu byla provedena numerická simulace lití a tuhnutí symetrické čtvrtiny kokilové sestavy. Teplota likvidu odlévané taveniny činila 1453 °C, teplota solidu byla 1326 °C a teplota taveniny při vstupu do kokilové sestavy činila 1485 °C. Obě kokilové sestavy byly plněny rychlostí 3,4 t·min⁻¹ pro tělo ingotu a 0,73 t·min⁻¹ pro hlavový nástavec.

Po provedení numerických simulací bylo provedeno hodnocení změny vnitřních jakostí u ingotů odlévaných přes vyšší licí kůl oproti ingotům odlévaným přes nižší licí kůl. Porovnání bylo zaměřeno především na mikroporovitost, ale i na další jakostní parametry. V software Magma 5 je mikroporovitost vlastností Niyamova kritéria, které se hodnotilo podle autora [1]. Vliv teploty odlévané taveniny či chemického složení autoři článku již dříve prezentovali v [2, 3].

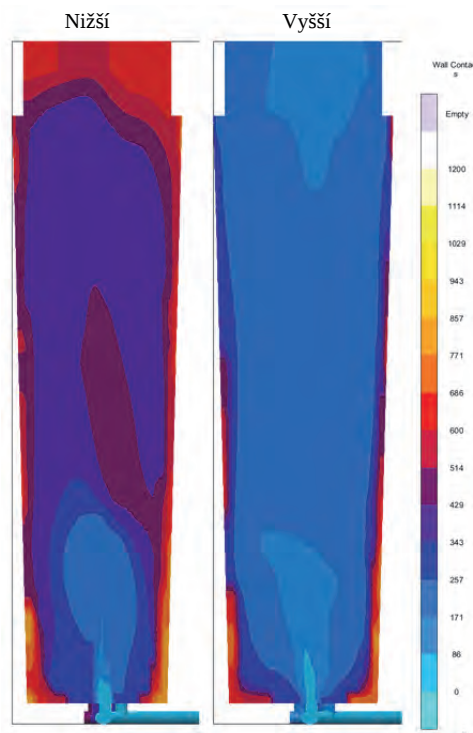


Obr. 1 Teplota taveniny během odlévání, v čase 734 s od začátku odlévání, tj. na začátku odlévání hlavy, teplota 1326 – 1485 °C

Fig. 1 Melt temperature during casting at the time 734 s from the beginning of casting, on the start of casting of the head, temperature of 1,326 – 1,485 °C)

Při porovnání teploty taveniny v ingotu odlévaného přes nižší a vyšší licí kůl (obr. 1) je patrné, že u vyššího licího kůlu dochází k proudění teplejší taveniny až k hlavovému

nástavci. Vyšší licí kůl způsobuje také intenzivnější míchání v kokile, a tedy i kratší dobu kontaktu taveniny se stěnou kokily, než je tomu v případě použití nižšího licího kůlu (obr. 2).



Obr. 2 Doba kontaktu taveniny se stěnou kokily, časové rozmezí 0 – 1200 s

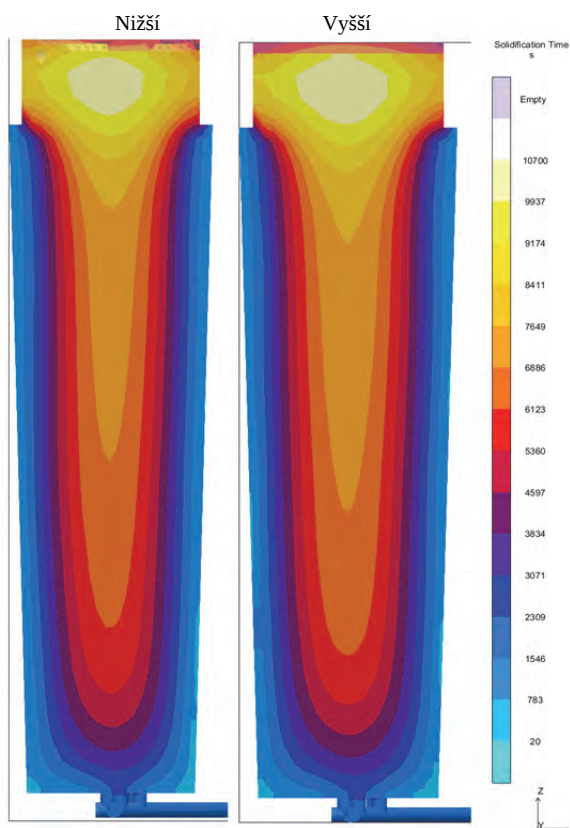
Fig. 2 Time of the melt contact with the mold wall, time range of 0 – 1,200 s

Doby tuhnutí u porovnávaných taveb se dvěma typy licích kůlů byly zhruba shodné. Ingoty odlévané přes nižší licí kůl tuhly 2:55:07 h:min:s a přes vyšší licí kůl 2:57:30 h:min:s. Při hodnocení tuhnutí byly využívány zdroje autora [4, 5].

Mírně delší doba tuhnutí z teploty likvidu na teplotu solidu u vyššího licího kůlu oproti nižšímu licímu kůlu, projevující se hlouběji směrem do těla ingotu (obr. 3), má za následek taktéž protažení oblasti s výskytem mikroporovitosti hlouběji do těla ingotu a snížení mikroporovitosti v horní části ingotu (obr. 4). Zvýšení licího kůlu má také za následek velmi malou změnu odmíšení prvků. Odmíšení uhlíku (obr. 5) a chromu 0 je větší u licí sestavy s vyšším licím kůlem.

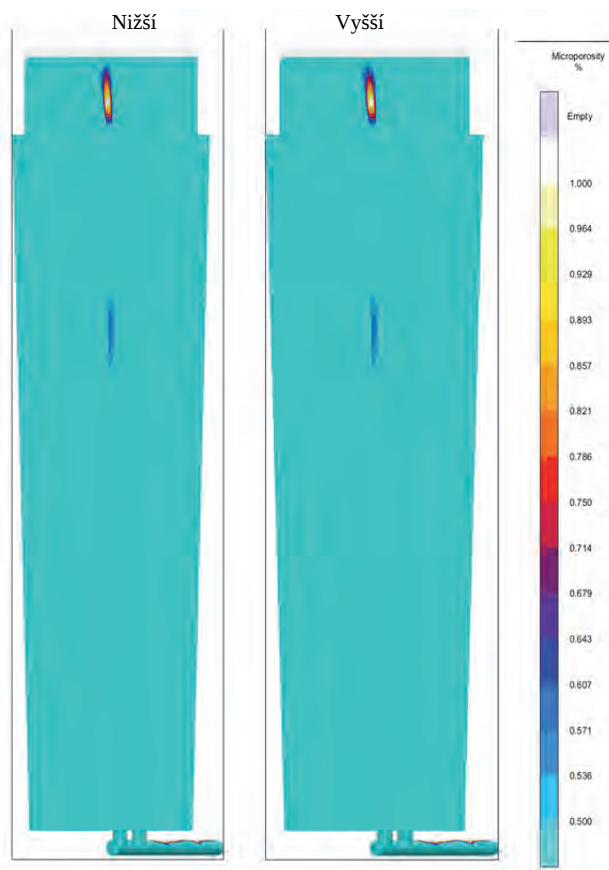
Numerická simulace odlévání taveniny do kokil přes vyšší licí kůl oproti odlévání přes nižší licí kůl má za následek mírné zvýšení teploty taveniny v kokile až k hlavovému nástavci, prodloužení doby tuhnutí o 2 min a 23 s, velmi mírné protažení oblasti s výskytem mikroporovitosti hlouběji do těla ingotu, naproti tomu velmi mírné zmenšení mikroporovitosti v horní části těla ingotu, mírné zvýšení segregace prvků C a Cr v dolní části ingotu.

Změna objemu s porozitou v těle ingotu se ukázala jako zásadní jakostní ukazatel při výrobě ingotů. Z toho důvodu se zkoumal vliv teploty a rychlosti odlévání na porozitu v ingotech odlévaných přes nižší a vyšší licí kůl.



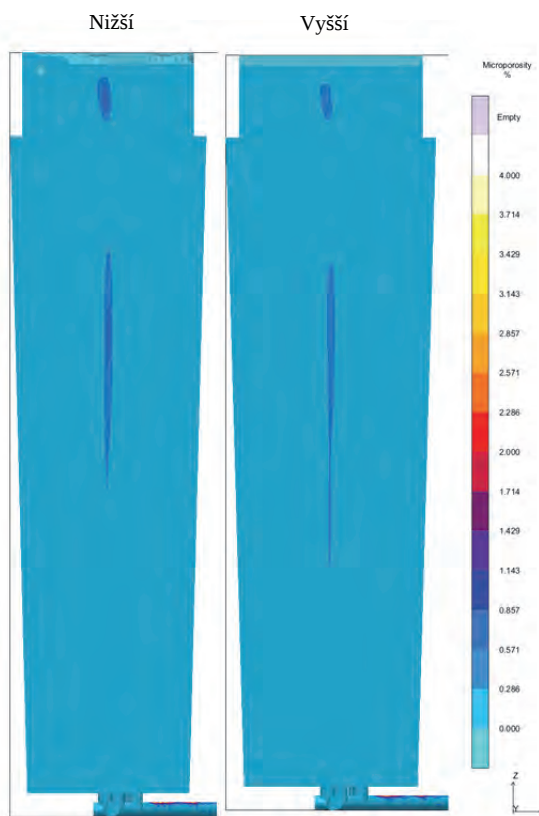
Obr. 3 Průběh doby tuhnutí ingotu z teploty lití na teplotu solidu, časový rozsah 20 – 9500 s

Fig. 3 The casting time of the ingot from the casting temperature to the solidus temperature, time range of 20 – 9,500 s



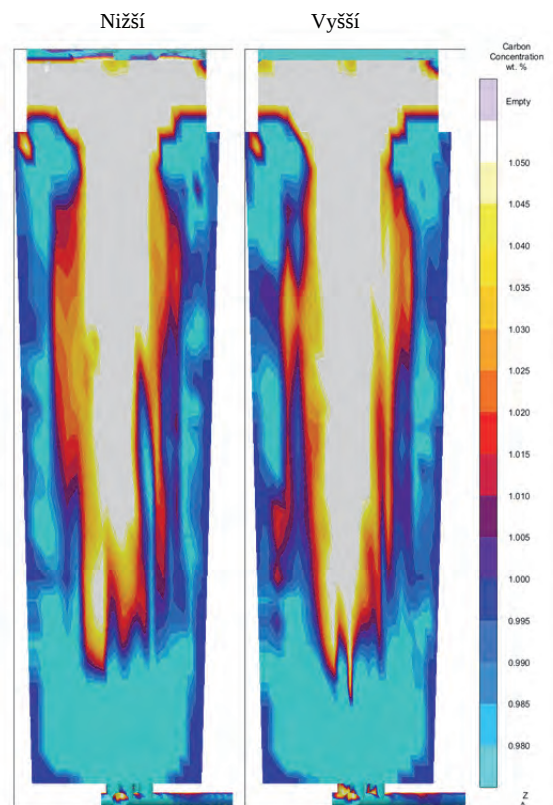
Obr. 5 Mikroporozita, rozsah 0,0 – 4,0 %

Fig. 5 Micro-porosity, range 0.0 – 4.0 %



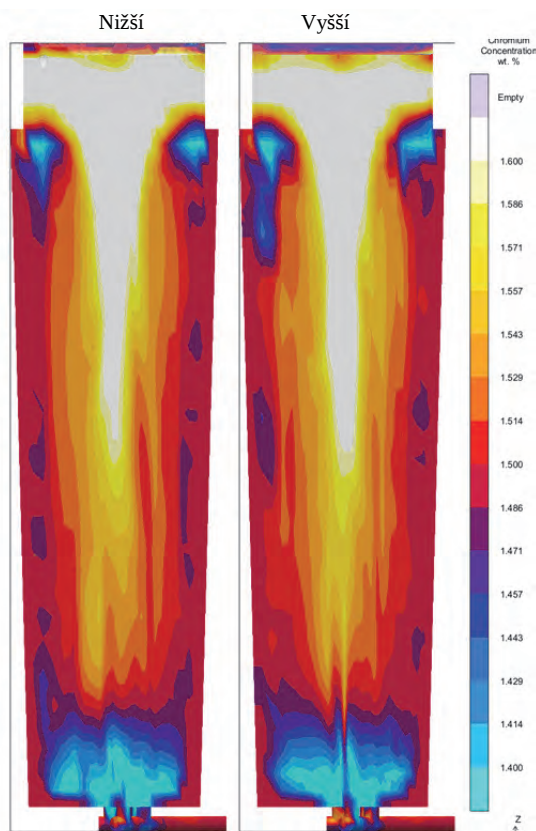
Obr. 4 Mikroporozita, rozsah 0,0 – 4,0 %

Fig. 4 Micro-porosity, range 0.0 – 4.0 %



Obr. 6 Distribuce uhlíku v utuhlém ingotu, rozsah obsahu C 0,98 – 1,05 hm. %

Fig. 6 Distribution of carbon in a solidified ingot, the range of carbon content 0.98 – 1.05 wt. %



Obr. 7 Distribuce chromu v utuřlém ingotu, rozsah obsahu Cr 1,4 – 1,6 hm. %

Fig. 7 Distribution of chromium in a solidified ingot, the range of chromium content 1.4 – 1.6 wt. %

2. Porovnání vlivu rychlosti a teplot odlévání

Pro porovnání vlivu zvýšení licího křlu na porozitu ingotu byly provedeny stejné numerické simulace odlévání a tuhnutí ingotů jak pro nižší, tak i pro vyšší licí křlu s rozdílnými rychlostmi a teplotami odlévání.

Simulované rychlosti odlévání:

- těla $2,5 \text{ t} \cdot \text{min}^{-1} = 16,8 \text{ min}$ a hlavového nástavce $0,5 \text{ t} \cdot \text{min}^{-1} = 9,4 \text{ min}$, $\Sigma 26,2 \text{ min}$,
- těla $3,5 \text{ t} \cdot \text{min}^{-1} = 12,0 \text{ min}$ a hlavového nástavce $1,0 \text{ t} \cdot \text{min}^{-1} = 4,7 \text{ min}$, $\Sigma 16,7 \text{ min}$.

Simulované teploty odlévání:

- $1470 \text{ }^{\circ}\text{C}$,
- $1485 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

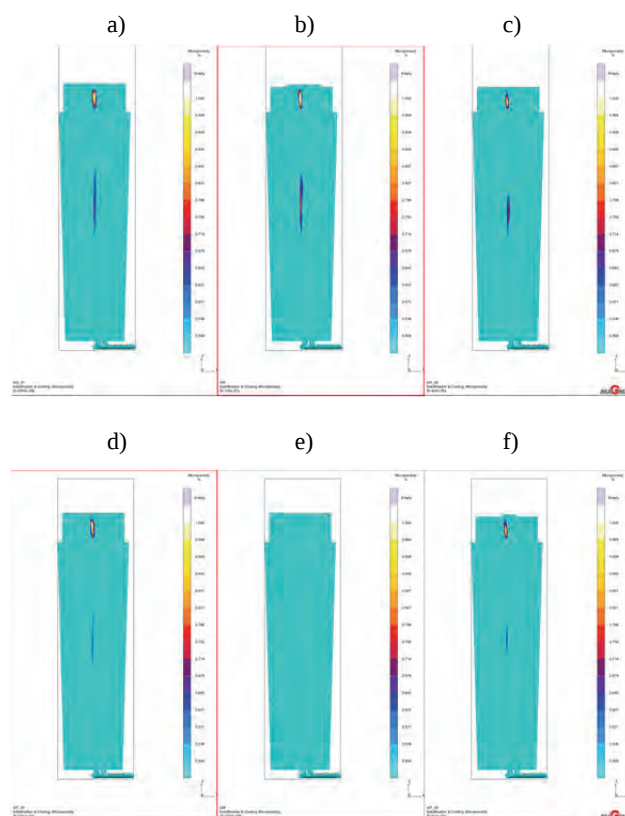
Hodnocené numerické simulace a jejich značení

- | | |
|-----------------------|-----------------------|
| a) Nižší_2,5/0,5_1470 | g) vyšší_2,5/0,5_1470 |
| b) Nižší_2,5/0,5_1485 | h) Vyšší_2,5/0,5_1485 |
| c) Nižší_2,5/0,5_1505 | i) Vyšší_2,5/0,5_1505 |
| d) Nižší_3,5/1_1470 | j) Vyšší_3,5/1_1470 |
| e) Nižší_3,5/1_1485 | k) Vyšší_3,5/1_1485 |
| f) Nižší_3,5/1_1505 | l) Vyšší_3,5/1_1505 |

Zde číslo před lomítkem značí rychlost odlévání těla ingotu, číslo za lomítkem značí rychlost odlévání hlavového nástavce a číslo za dolní pomlčkou značí teplotu tavy.

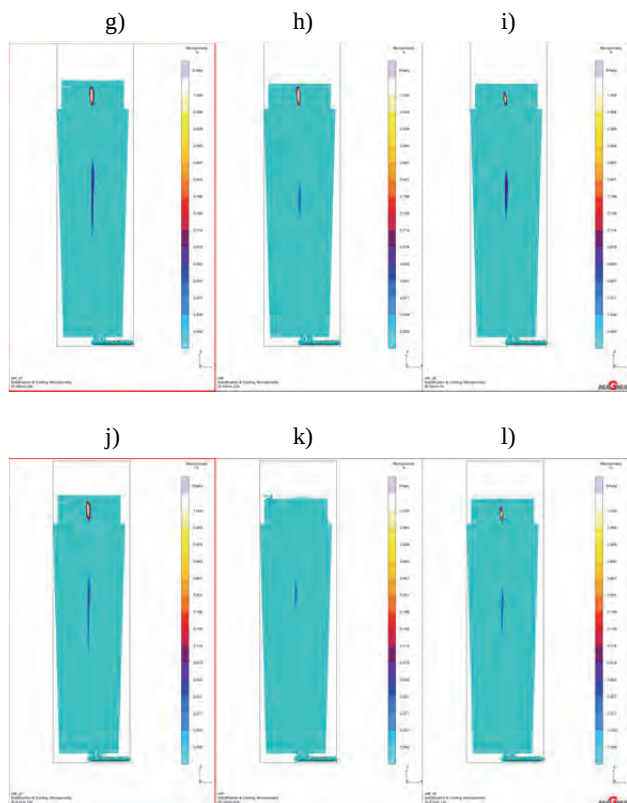
Celkem bylo provedeno a porovnáno 12 numerických simulací odlévání a tuhnutí ingotových sestav s osmi kokilami a s dvěma různými výškami licích křlů. Rozbor numerických simulací je zaměřen pouze na vyhodnocení mikropórovitosti. Numerické simulace z pohledu mikropórovitosti v celkovém rozsahu 0,0 – 1,0 % vykazují jen velmi malé rozdíly. Při zobrazení pouze dolní meze porozity 0,0 – 0,5 % je porozita ve všech oblastech těla ingotu zhruba shodná, kdy při nízkých odlévacích teplotách je pro obě rychlosti a obě výšky licího křlu protažena více k hlavě a k patě.

V numerických simulacích se hledala hranice, která jasně určila, jaká numerická simulace je z pohledu mikropórovitosti nejvhodnější. Postup vycházel ze srovnání numerických simulací, kdy se postupně rozšiřovaly zobrazované meze mikropórovitosti, a to od horní meze, např. od 0,8 – 1,0 % až k mezi 0,5 – 1,0 % (obr. 8 a 9). Z obou obrázků je jasně patrné, že mikropórovitost nad 0,5 % neobsahuje numerická simulace označená Nižší_2,5/0,5_1485.



Obr. 8. Mikropórovitost, rozsah 0,5 – 1,0 %, rychlost odlévání $2,5 \text{ t} \cdot \text{min}^{-1}$ tělo a $0,5 \text{ t} \cdot \text{min}^{-1}$ hlavový nástavec

Fig. 8 Micro-porosity, range 0.5 – 1.0 %, casting rate $2.5 \text{ t} \cdot \text{min}^{-1}$ for the body and $0.5 \text{ t} \cdot \text{min}^{-1}$ for the top of the ingot



Obr. 9 Mikropórovitost, rozsah 0,5–1,0 %, rychlost odlévání $3,5 \text{ t} \cdot \text{min}^{-1}$ tělo a $1,0 \text{ t} \cdot \text{min}^{-1}$ hlavový nástavec

Fig. 9 Micro-porosity, range 0.5 – 1.0 %, casting rate $3.5 \text{ t} \cdot \text{min}^{-1}$ for the body and $1.0 \text{ t} \cdot \text{min}^{-1}$ for the top of the ingot

O numerické simulaci Nižší_2,5/0,5_1485 s nižším licím kulem tedy platí, že z hlediska mikropórovitosti má nastavené ideální podmínky pro odlévání. Z obr. 8 a 9 lze vyčíst, že na druhém místě ve velikosti mikropórovitosti jsou opět numerické simulace s nižším licím kulem označené Nižší_2,5/0,5_1505 a Nižší_3,5/1_1485 a těsně za nimi na třetím místě je s nejmenší mikropórovostí licí sestava s vyšším licím kulem označená Vyšší_3,5/1_1485. Při porovnání provedených numerických simulací dosahuje nejnižší porozitu numerická simulace s nižším licím kulem Nižší_2,5/0,5_1485, ale na druhé straně nejhorší mikropórovitost vykazuje numerická simulace s vyšším licím kulem, označená Vyšší_2,5/05_1485, odlévaná při stejné rychlosti i teplotě odlévání.

Změna jednoho parametru (zde výška licího kule) vyžaduje také změnu dalších parametrů (rychlosti nebo teploty odlévání, příp. obou parametrů). Změna výšky licího kule má o hodně menší vliv na mikropórovitost, než rychlost či teplota odlévání, ale při striktním pohledu pouze na mikropórovitost v procesu odlévání hraje i tento parametr svou roli.

Z hodnocení numerické simulace pro vyšší licí kůl jen z pohledu mikropórovitosti vyplývá, že nejmenší mikropórovitost udává numerická simulace označená Vyšší_3,5/1_1485 (obr. 8 a 9).

Závěr

V této práci jsou simulovány tzv. okrajové rychlosti a teploty odlévání pro určení vlivu změny výšky licího kule, teploty odlévání a rychlosti odlévání na mikropórovitost. K tomu bylo využito numerických simulací v softwaru Magma 5.

Nejnižšího obsahu porozity dosahuje numerická simulace s nižším licím kulem při rychlosti odlévání těla ingotu $2,5 \text{ t} \cdot \text{min}^{-1}$ a hlavového nástavce $0,5 \text{ t} \cdot \text{min}^{-1}$ a při teplotě tavby 1485°C . Nejvyšší porozity dosáhla numerická simulace s vyšším licím kulem, a to při stejné rychlosti a teplotě odlévání. Při změně jednoho parametru (výšky licího kule), je tedy zapotřebí také změnit další parametry (rychlost nebo teplotu odlévání, příp. oba parametry). Změna výšky licího kule má přitom menší vliv na vnitřní jakost ingotu, než rychlost či teplota odlévání, ale při striktním pohledu pouze na mikropórovitost v procesu odlévání hraje i tento parametr svou roli.

Z hodnocení numerické simulace pro vyšší licí kůl jen z pohledu mikropórovitosti vyplývá, že nejmenší mikropórovitost vykazuje numerická simulace označená Vyšší.

Poděkování

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

References

- [1] LIOTTI, E., PREVITALI, B. Study of the Validity of the Niyama Criteria Function Applied to the Alloy AlSi7Mg. *La metallurgia italiana*, 9 (2006), 33–37 [online]. [cit. 2013-05-14]. Dostupné z: http://www.aimnet.it/allpdf/pdf_pubbli/9_06/Liotti.pdf
- [2] PINDOR, J., KURKA, V., KOSŇOVSKÁ, J., ŠTEFANIŠINOVÁ, Š., SOCHA, L., PYSZKO, R. Effect of Cooling of the Ingot on its Macro-structural and Chemical Heterogeneity. *Hutnické listy*, 70 (2017) 3, 47–57. ISSN 0018-8069.
- [3] KURKA, V., PINDOR, J., KOSŇOVSKÁ, J., ADOLF, Z. Increasing Micro-purity and Determining the Effects of the Production with and without Vacuum Refining on the Qualitative Parameters of Forged-steel Pieces with a High Aluminium Content. *Materials and technology*, 50 (2016) 3, 419–426. ISSN 1580-2949.
- [4] ŠMRHA, L. *Tuhnutí a krystalizace ocelových ingotů*, 1. vyd. Praha: SNTL, 1983. 308 s.
- [5] CHVOJKA, J. *Vady ingotů*, 1. vyd. Praha: SNTL, 1968, 256 s.

Vliv zvětšení teplosměnné plochy a jejího tvaru na průběh tuhnutí a tváření nového typu ingotu pomocí numerické simulace

Influence of Enlargement of Heat Exchange Surface and its Shape on the Course of Solidification and Forming of the New Type of Ingot by Numerical Simulation

Ing. Vladislav Kurka, Ph.D.; Mgr. Marek Vindyš; Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D.

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

Předkládaná práce obsahuje návrh nového tvaru ingotu o hmotnosti 5 t a ověření vlivu velikosti a tvaru teplosměnné plochy na vnitřní homogenitu při odlévání a tuhnutí pomocí numerické simulace v software Magma 5. Dále je v práci uveden vliv změny tvaru teplosměnné plochy ingotu na jeho protváření zjišťované v software Forge. Zvětšení teplosměnné plochy je docíleno zvlněním vnitřního povrchu kokily po celé její výšce či z části výšky, popř. je použito také zakřivení jejího povrchu. Zvýšení teplosměnné plochy má za cíl usměrnit tuhnutí ingotu od patní části směrem k hlavovému nástavci s cílem snížení pórovitosti a mikropórovitosti. Je to úvodní práce k danému tématu, které zahrnuje také problematiku protváření takto zvětšené teplosměnné plochy. Zvýšení velikosti teplosměnné plochy se ukázalo jako velmi přínosné, na druhou stranu vyvolává jak metalurgické, tak i tvářecí otázky, které je zapotřebí dořešit.

Klíčová slova: ocel; ingot; odlévání; tuhnutí; porozita

In the company MATERIAL AND METALLURGICAL RESEARCH Ltd. (hereinafter referred to as MMV), the Magma 5 software simulated casting and solidification of 5 tons of ingots made of carbon steel, which we call the CrC steel. The ingot-mold was designed to increase the heat exchange surface between the ingot and the ingot-mold. The enlargement of the heat exchange surface was aimed at accelerating and direct ingot ingress towards the head extension, and the main goal was to reduce porosity in the body of the ingot. Numerical simulations with a new assembly of ingot-molds for the casting of ingots were performed to find the most suitable shape of ingot. The ingot-mold assembly consists of a casting plate, 8 ingot-molds and a casting column, where numerical simulations were made for a quarter of the ingot-mold assembly. Selected versions of ingots obtained from simulation by Magma 5 were subjected to a numerical simulation of longitudinal rolling using the Forge software. Only the Magma geometry was imported from Magma. Rolled CrC steel had a homogeneously distributed initial temperature of 1200 °C. From the investigated numerical simulation of ingot casting and simulation of solidification with increased heat exchange surface with 4 or 5 corrugations on the wall and subsequent rolling of waved ingots, it was found that for the rolling the most suitable is the use of 4 waves on the wall. It is important to note that this is a primary work and that by selecting the number of waves on the ingot wall this work begins and now proceeds by choosing the correct conicity and modification of the ingot shape to achieve porosity elimination during solidification, as well as an elimination of folds during rolling. The increase of the heat transfer surface is intended to direct the ingot ingress from the base towards the head extension in order to reduce the microporosity and porosity. Increasing the size of the heat exchange surface has proven to be very beneficial, on the other hand, it provokes both metallurgical and shaping activities that need to be solved.

Keywords: steel; ingot; casting; solidification; porosity

Ve společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. (dále jen MMV) se prováděly výzkumné práce vedoucí ke zlepšení vnitřních jakostních parametrů, např. chlazením odlévané taveniny, viz [1]. V MMV se v software Magma 5 simulovalo odlévání a tuhnutí ingotů o hmotnosti 5 t z uhlíkové oceli, která se v této práci označuje jako CrC ocel. Práce vychází ze znalostí autorů [2] a [3]. Její chemické složení je uvedeno v tab. 1. Byl proveden návrh zvětšení teplosměnné plochy mezi ingotem a kokilou. Zvětšení teplosměnné plochy mělo za cíl zrychlení a usměrnění tuhnutí ingotu směrem k hlavovému nástavci a hlavním cílem bylo snížení

porozity v těle ingotu. Pro nalezení nejvhodnějšího tvaru ingotu bylo provedeno 38 numerických simulací. U každé numerické simulace byla navržena nová konstrukce licí soustavy. Kokilová sestava se skládá z licí desky, 8 kokil a licího kůlu. Numerické simulace byly provedeny pro čtvrtinu kokilové sestavy.

Tab. 1 Chemické složení uhlíkové CrC oceli (hm. %)

Tab. 1 Chemical composition of carbon CrC steel (wt. %)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo
1,00	0,25	0,35	0,010	0,002	1,50	0,05	-

1. Numerické simulace odlévání a tuhnutí

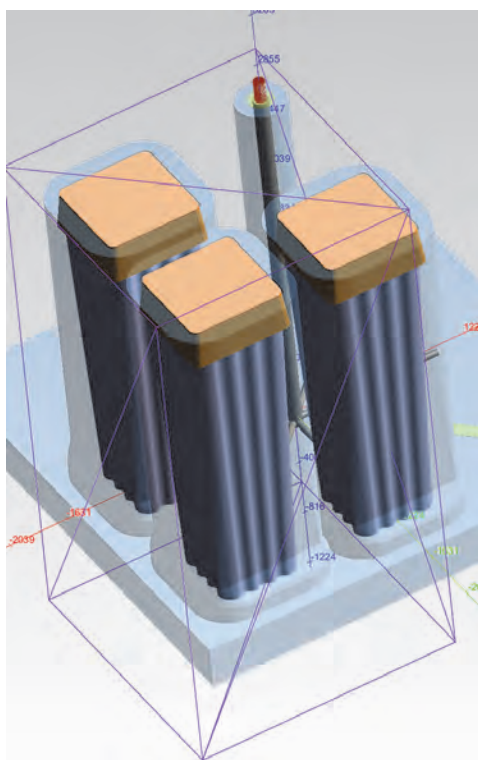
Numerické simulace lití a tuhnutí byly provedeny na reálné metalurgické podmínky velké hutní společnosti při

výrobě CrC oceli. U jednotlivých verzí numerických simulací se upravoval pouze tvar ingotu. V tab. 2 jsou uvedeny vybrané verze těchto numerických simulací. Jak je z tabulky patrné, změna tvaru ingotu má zásadní vliv na dobu tuhnutí, která se může lišit až o cca 40 min.

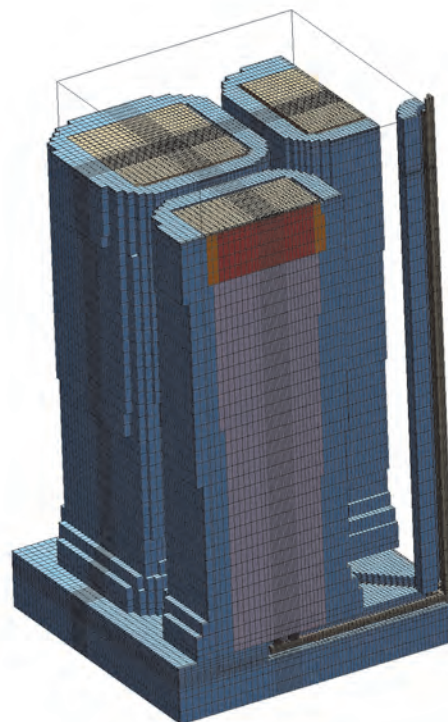
Tab. 2 Doba tuhnutí a tvar ingotu pro vybrané numerické simulace odlévání a tuhnutí v kokile nového tvaru

Tab. 2 Solidification time and ingot shape for selected numerical simulations of casting and solidification of the ingot-mold of new shape

Verze	Doba tuhnutí				Popis ingotu		
	Tělo ingotu		Hlava ingotu	Celý ingot	Horní půdorys, max. rozměr hrany	Spodní půdorys, min. rozměr hrany	Konicita
	(s)	(h:min:s)	(h:min:s)	(h:min:s)			
9	9105	2:31:45	0:25:16	2:57:01	Výchozí ingot		
01a	8511	2:21:51	0:26:56	2:48:47	12 oblouků, 495 mm	12 oblouků, 661 mm	lineární
02a	8647	2:24:07	0:30:16	2:54:23	12 oblouků, 495 mm	12 oblouků, 650 mm	lineární
03a	8893	2:28:13	0:30:16	2:58:29	12 oblouků, 479 mm	12 oblouků, 670 mm	lineární
04a	8889	2:28:09	0:31:06	2:59:15	12 oblouků, 490 mm	obdélník, 630 mm	lineární
01b	8595	2:23:15	0:27:46	2:51:01	24 oblouků, 520 mm	obdélník, 630 mm	rovná do 580 mm, poté zakřivení
02b	8622	2:23:42	0:27:46	2:51:28	24 oblouků, 520 mm	obdélník, 630 mm	zakřivení mírné
03b	8618	2:23:38	0:26:56	2:50:34	24 oblouků, 520 mm	obdélník, 630 mm	zakřivení větší
04b	8658	2:24:18	0:25:16	2:49:34	24 oblouků, 520 mm	obdélník, 630 mm	zakřivení sekvenční
05b	10342	2:52:22	0:19:26	3:11:48	24 oblouků, 520 mm	obdélník, 730 mm	dole rovná, poté zakřivení
05.1b	10292	2:51:32	0:20:58	3:12:30	24 oblouků, 497 mm	obdélník, 730 mm	dole rovná, poté zakřivení
06b	10264	2:51:04	0:22:39	3:13:43	24 oblouků, 520 mm	obdélník, 730 mm	zakřivení
07b	11507	3:11:47	0:18:36	3:30:23	24 oblouků, 520 mm	obdélník, 730 mm	lineární
08b	10949	3:02:29	0:18:30	3:20:59	24 oblouků, 470 mm	obdélník, 750 mm	lineární
09b	10332	2:52:12	0:18:30	3:10:42	24 oblouků, 408 mm	obdélník, 750 mm	lineární



Obr. 1 Příklad geometrie kokilové sestavy 01a podle software Magma 5
Fig. 1 An example of geometry of ingot-mold assembly 01a by Magma 5 software



Obr. 2 Příklad síťování kokilové sestavy 01a podle software Magma 5
Fig. 2 Example of elements in the ingot-mold of the ingot-mold assembly 01a by Magma 5 software

Po provedení návrhu tvaru kokily bylo nutno nejprve veškeré kokilové sestavy narýsovat v programu SolidWorks a poté byly převedeny do software Magma 5. Příklad této etapy práce ukazuje obr. 1. Takto rozčleněná na elementární části, jak to pro stejný příklad ukazuje obr. 2.

Z důvodu vzájemného porovnání byly všechny narýsované kokilové sestavy odlity za stejných metalurgických podmínek, kterými byly především teploty odlévání a doba lití.

Teploty odlévání:

- teplota solidu 1326 °C,
- teplota likvidu 1453 °C,
- teplota lití 1485 °C.

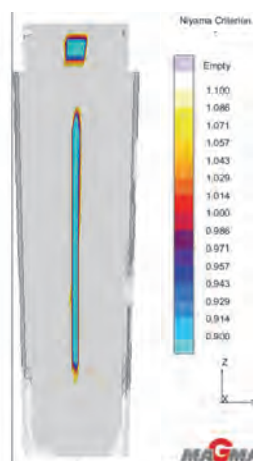
Doby lití:

- doba lití těla ingotu 12,25 min,
- doba lití hlavy ingotu 6,43 min,
- doba lití celé sestavy 18,68 min.

2. Vyhodnocení odlévání a tuhnutí

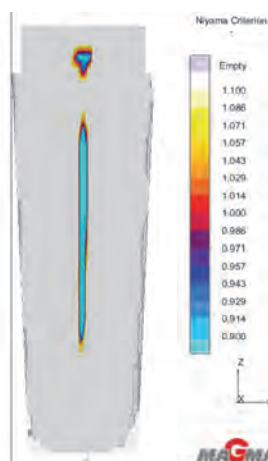
Odlité ingoty byly hodnoceny především dle kritérií, která mají vliv na možný vznik porozity v těle ingotu. Při hodnocení vychází Niyamovo kritérium u numerických simulací nejlépe ve verzi 09b. Taktéž i z pohledu na mikropórovitost vychází nejlépe tato varianta. Všechny ingoty vykazují vcelku dobrou celkovou porozitu, a proto se jí nebudeme podrobně zabývat. Z pohledu doby tuhnutí má nejlepší průběh verze 05b, 09b a 05.1b. Tento výsledek potvrzuje i doba tuhnutí z teploty likvidu na teplotu solidu. K nejnižšímu odmíšení C dochází u verze 02a, 04a, 01b, 04b, 09b a 07b. Odmíšení Cr je nejnižší u verze 02a, 03a, 03b, 09b a 07b. Odmíšení Mn je nejnižší u verze 02a, 04a, 02b, 04b, 09b a 07b.

Vycházejí z dostupných informací o možnosti válcování těchto ingotů byly z numerických simulací vybrány verze 01a a 08b. Pro tyto verze jsou v této práci uvedeny obrázky hlavních hodnotících kritérií. Na obr. 3 – 5 je uvedeno porovnání Niyamova kritéria, obr. 6 – 8 uvádí porovnání mikropórovitosti a obr. 9 – 11 znázorňuje porovnání doby tuhnutí ingotů z teploty likvidu na teplotu solidu.



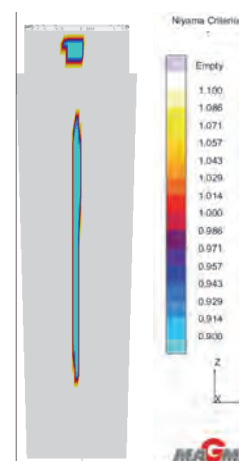
Obr. 3 Niyamovo kritérium 01a, rozmezí 0,9 – 1,1

Fig. 3 Niyam criterion 01a, range of 0.9 – 1.1



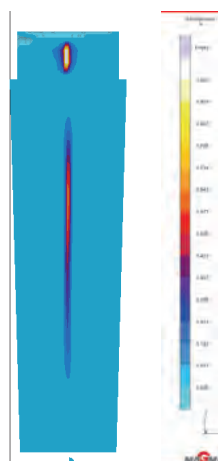
Obr. 4 Niyamovo kritérium 08b, rozmezí 0,9 – 1,1

Fig. 4 Niyam criterion 08b, range of 0.9 – 1.1

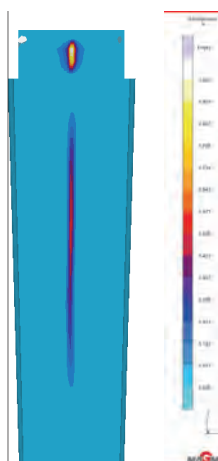


Obr. 5 Niyamovo kritérium 09, rozmezí 0,9 – 1,1

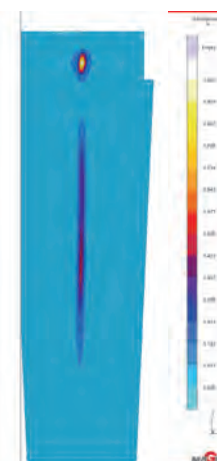
Fig. 5 Niyam criterion 09, range of 0.9 – 1.1



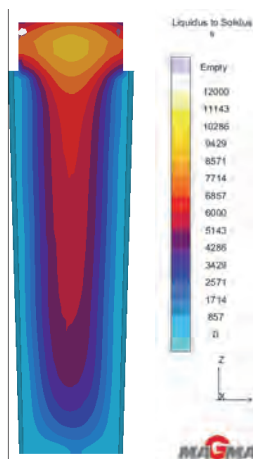
Obr. 6 Mikropórovitost 09, rozmezí 0 – 1 %
Fig. 6 Microporosity 09, range of 0 – 1 %



Obr. 7 Mikropórovitost 01a, rozmezí 0 – 1 %
Fig. 7 Microporosity 01a, range of 0 – 1 %

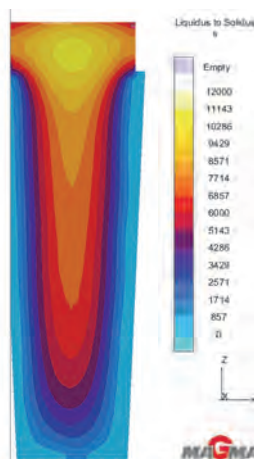


Obr. 8 Mikropórovitost 08b, rozmezí 0 – 1 %
Fig. 8 Microporosity 08b, of range 0 – 1 %



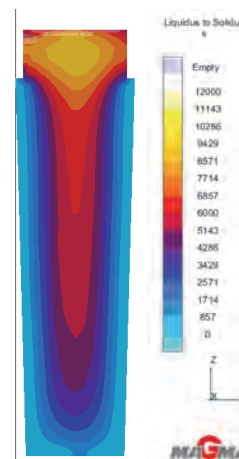
Obr. 9 Doba tuhnutí z teploty likvidu na teplotu solidu 01a, rozmezí 0 – 12 000 s

Fig. 9 Time of solidification from liquidus temperature to solidus temperature of 01a, range of 0 – 12,000 s



Obr. 10 Doba tuhnutí z teploty likvidu na teplotu solidu 08b, rozmezí 0 – 12 000 s

Fig. 10 Time of solidification from liquidus temperature to solidus temperature of 08b, range of 0 – 12,000 s

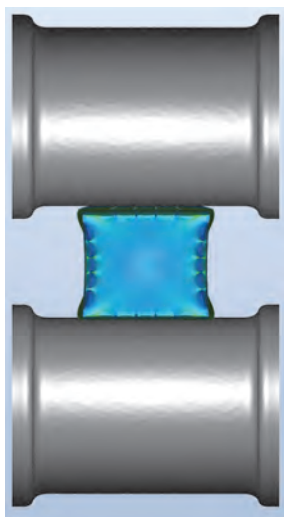


Obr. 11 Doba tuhnutí z teploty likvidu na teplotu solidu 09, rozmezí 0 – 12 000 s

Fig. 11 Time of solidification from liquidus temperature to solidus temperature of 09, range of 0 – 12,000 s

3. Numerické simulace válcování

Vybrané verze ingotů z programu Magma 5 označované 01a a 08b byly podrobeny numerické simulaci podélného válcování pomocí software Forge verze NxT 2.1 francouzské firmy Transvalor. Z programu Magma 5 byla importována pouze geometrie ingotů, nikoliv teplotní pole. Úloha byla řešena jako trojdimenzionální, bez použití rovin symetrie. Modely pracovních válců, jež byly použity k válcování, prezentuje obr. 12.



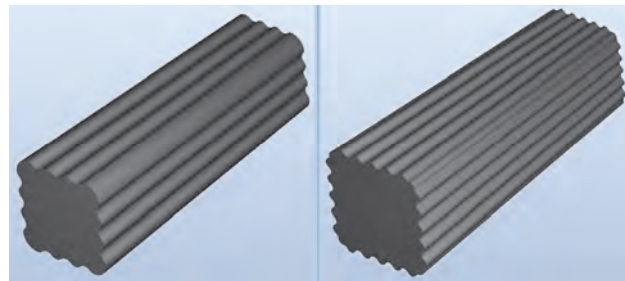
Obr. 12 Rozšířený model pracovních válců ve válcovací stolici (kalibr 1) s ingotem

Fig. 12 Extended model of the work rolls in the rolling stand (caliber 1) with ingot

Ingoty 01a a 08b vložené do programu Forge ukazují obr. 13. Válcovaná CrC ocel měla homogenně rozloženou počáteční teplotou o výši 1200 °C. Materiálový model deformačního zpevnění podle Spittelovy aproximace byl vybrán z materiálové databáze programu Forge [4]. Tření mezi předválcem a pracovními válci bylo zvoleno jako viskoplastické [5]. Je vyjádřeno vztahem

$$\tau = -\alpha KV^p, \quad (1)$$

kde τ je tečné třecí napětí, α a p jsou materiálové parametry, K je referenční parametr velikosti zrna, V je třecí rychlost prokluzu mezi proválcem a pracovními válci [6]. V simulaci byly zvoleny hodnoty parametrů $\alpha = 0,5$ a $p = 0,15$. Přestup tepla mezi válci a ingotem byl zvolen jako doporučený „slabý za tepla“, a to ve výši 2 kW·m⁻¹·K⁻¹. Tab. 3 shrnuje úběrový plán pro simulaci válcování.



Obr. 13 Vstupující ingoty do procesu válcování: vlevo 01a, vpravo 08b
Fig. 13 Ingots entering the rolling process: left 01a, right 08b

Tab. 3 Úběrový plán válcování; ingot vstupuje do válcovací mezery patou

Tab. 3 Draught rolling schedule; ingot enters into the roll gap by the heel

Úběr	Výška válcovací mezery, (mm)	Hranění rozvalku o 90°
1	560	-
2	520	Ano
3	560	-
4	520	-

4. Vyhodnocení válcování ingotů

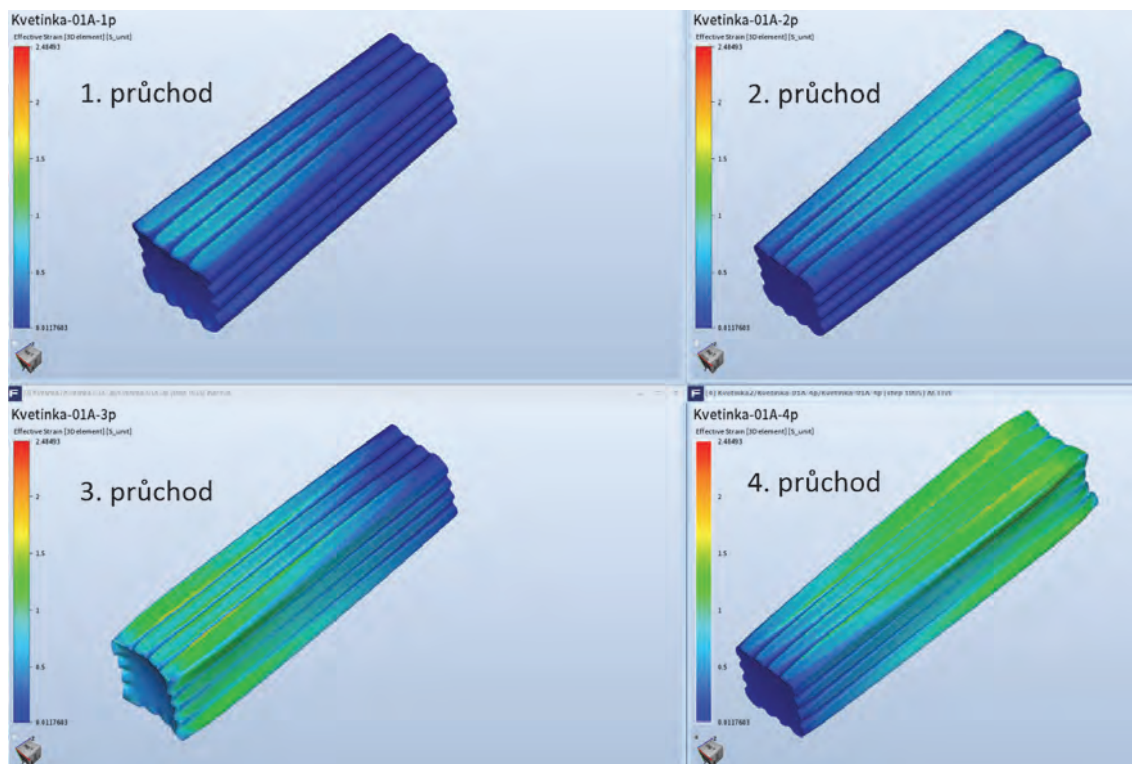
4.1 Válcování ingotu 01a

Ingot 01a prošel daným úběrovým plánem uvedeným tab. 3 bez jakýchkoliv záběrových problémů. Obr. 14 je ukazuje rozložení efektivní deformace v jednotlivých

válcovacích průchodech. Efektivní deformace je skalární veličina popisující celkový deformační stav. V diferenciálním tvaru se dá zapsat pomocí vztahu

$$d\bar{\epsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} \sqrt{\frac{1}{2} d\epsilon_{ij} d\epsilon_{ij}}, \quad (2)$$

kde $d\epsilon_{ij}$ jsou infinitezimální složky tenzoru deformace.

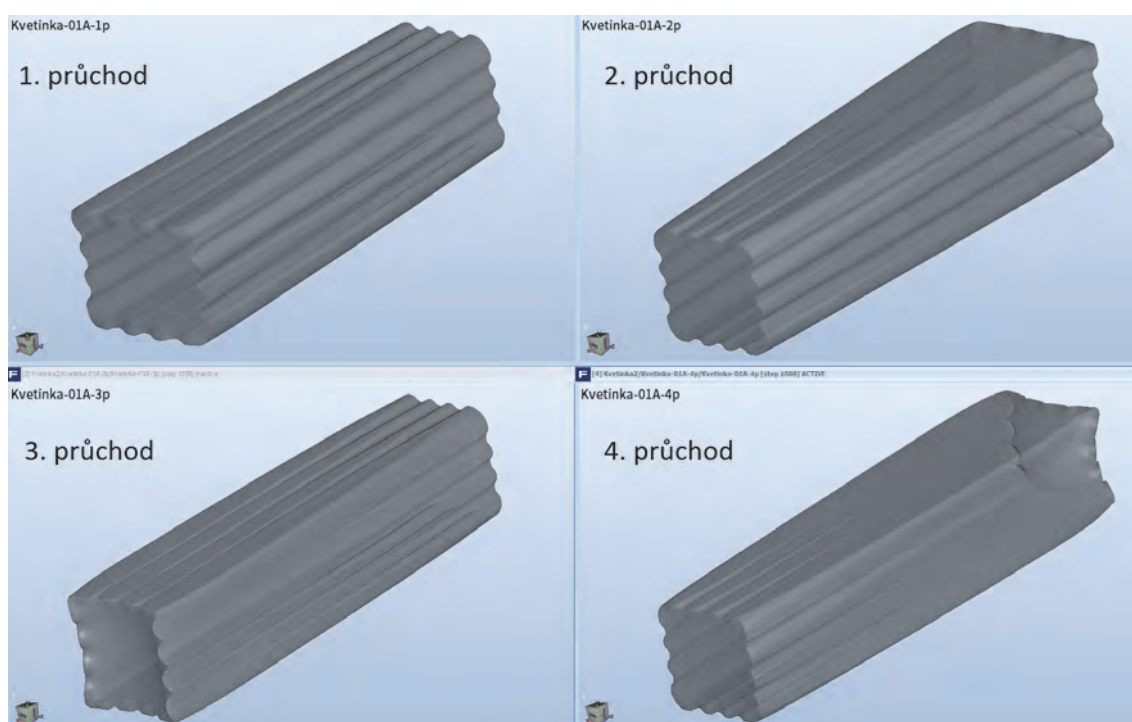


Obr. 14 Rozložení efektivní deformace na povrchu ingotu 01a ve čtyřech válcovacích průchodech

Fig. 14 Distribution of effective deformation on the surface of ingot 01a in four rolling passes

Obr. 15 slouží pro znázornění přeložek vzniklých při válcování po jednotlivých úběrech. Vyhodnocovací program znázorňuje výskyt přeložek modrou barvou. Zde

tato barva zcela chybí, takže při válcování k tvorbě přeložek nedochází.



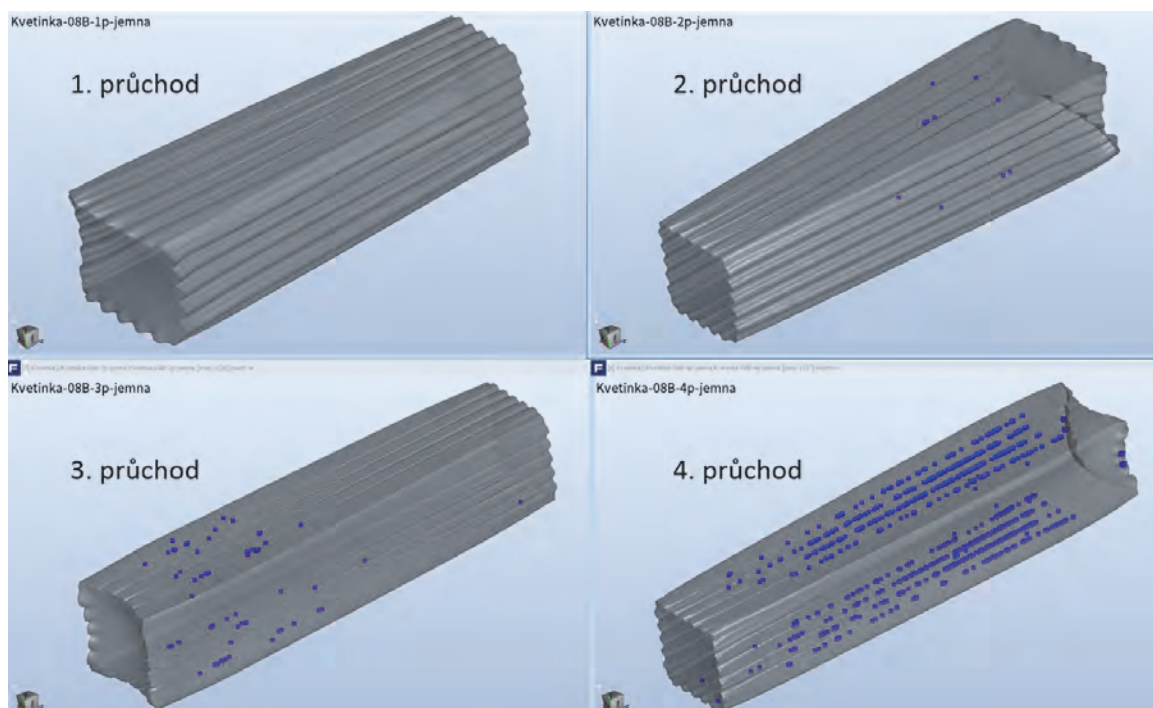
Obr. 15 Rozložení přeložek na ingotu 01a ve čtyřech válcovacích průchodech – žádné přeložky nevznikly (absence modré barvy)

Fig. 15 Distribution of folds on ingot 01a in four rolling passes – no folds have occurred (absence of blue colour)

4.2 Válcování ingotu 08b

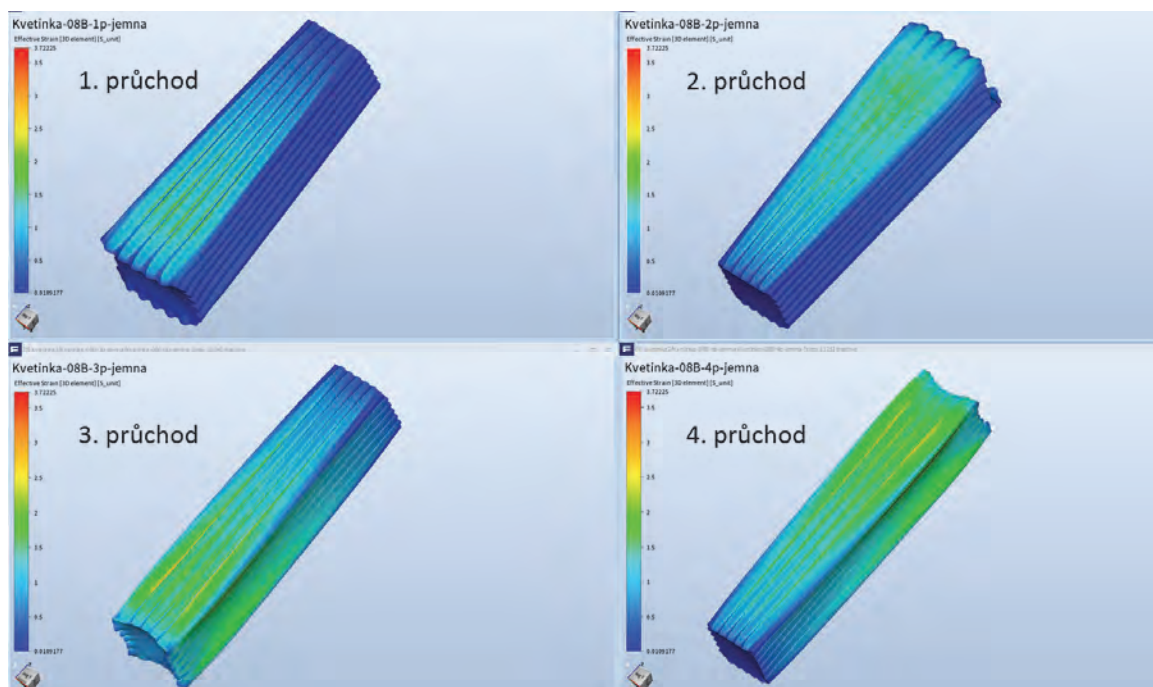
Při válcování ingotu verze 08b s pěti vlnami ve stěně vzniklo velké množství přeložek. Tyto přeložky se

vyskytovaly už od 2. úběru, jak je znázorněno modrou barvou na obr. 16. Rozložení efektivní deformace po jednotlivých úběrech ukazuje obr. 17.



Obr. 16 Rozložení přeložek na ingotu 08b ve čtyřech válcovacích průchodech; od 2. válcovacího průchodu přeložky začínají vznikat a jejich počet postupně roste

Fig 16 Distribution of folds on ingot 08b in four rolling passes; folds arise from the 2nd rolling pass and their number gradually increases



Obr. 17 Rozložení efektivní deformace na povrchu ingotu 01a ve čtyřech válcovacích průchodech

Fig. 17 Distribution of effective deformation on the surface of ingot 01a in four rolling passes

5. Výsledky modifikovaného úběrového plánu pro verzi 08b

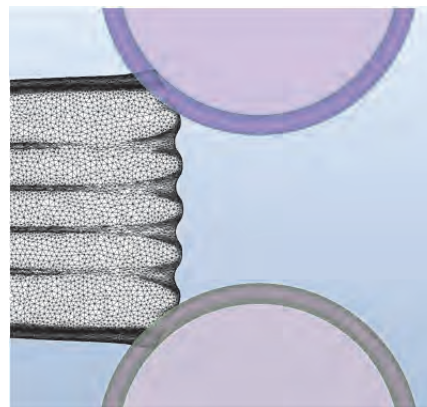
Z důvodu vzniku velkého množství přeložek vzniklých při válcování modifikace 08b byla úběrový plán modifikován tak, že se ingot hraní po každém průchodu (tab. 4). Přitom ingot nebylo možno válcovat způsobem vratným způsobem, ale pouze jednosměrně, protože při vstupu provalku do následujícího vratného průchodu by bylo velmi problematické zatlačení provalku do válcovací mezery a nedošlo by k záběru pracovními válci, jak je znázorněno na obr. 18.

Srovnání simulace 4. válcovacího průchodu na obr. 16 a 19 ukazuje, že množství přeložek je u modifikovaného úběrového plánu ještě větší než u nemodifikovaného úběrového plánu. Numerická simulace válcování dvou tvarových variant ingotu ukázala, že vhodnou pro válcování z hlediska povrchové jakosti je verze 01a se čtyřmi vlnami na stěně ingotu. Pro verzi ingotu s pěti vlnami na stěně by se musely změnit geometrické parametry tohoto zvlnění. Kvalita konečně-prvkové sítě i přes použití optimalizace výpočetního času byla vzhledem k potřebě sledovat potenciální vznik přeložek v podstatě nejvyšší možná. Volbu kvalitnější konečně-prvkové sítě komplikoval fakt, že ingot měl složitý povrch a simulace probíhala v nezkrácené podobě. Modifikovaný průchodový plán pro verzi ingotu 08b nevedl k lepším výsledkům.

Tab. 4 Upravený úběrový plán pro modifikaci 08b; ingot vstupuje do válcovací mezery patou

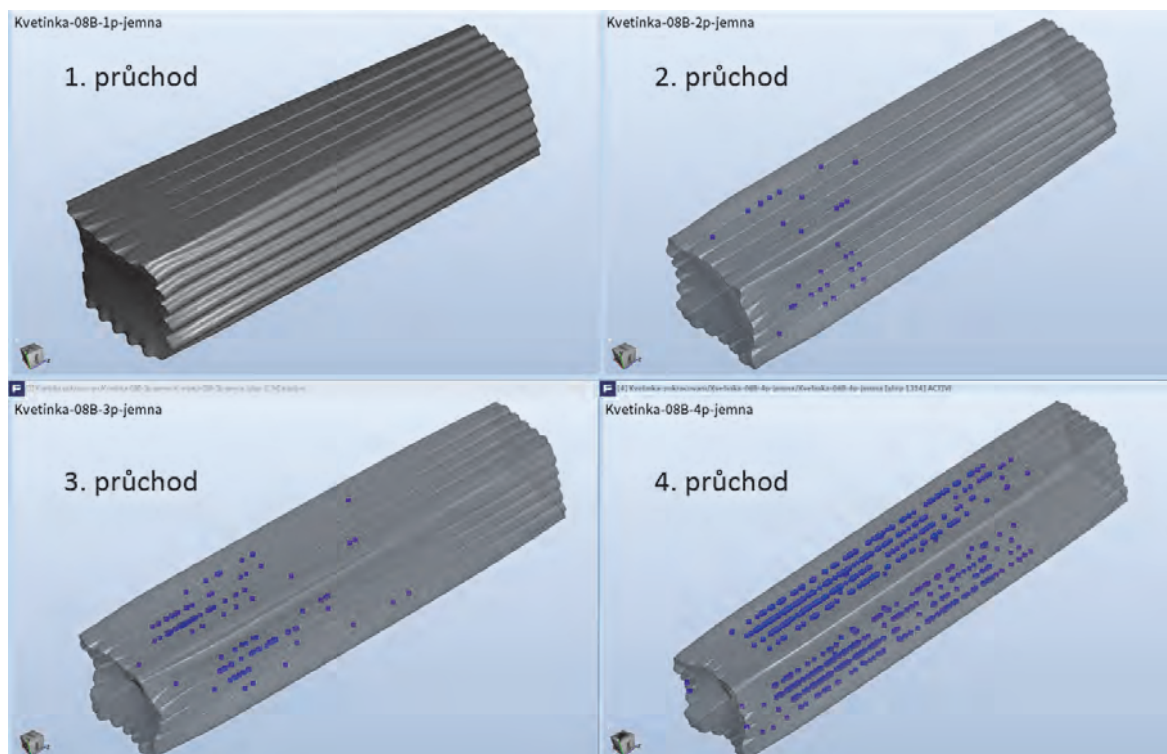
Tab. 4 Modified draught rolling schedule for the modification 08b; ingot enters into the roll gap by the heel

Úběr	Výška válcovací mezery	Hranění rozvalku o 90°
	(mm)	
1	560	Ano
2	560	Ano
3	520	Ano
4	520	-



Obr. 18 Vstup ingotu 08b do 2. válcovacího průchodu při modifikovaném vratném válcování

Fig. 18 Entry of the ingot 08b into the 2nd rolling pass in modified reverse rolling



Obr. 19 Rozložení přeložek na ingotu 08b ve čtyřech modifikovaných válcovacích průchodech; od 2. válcovacího průchodu se přeložky začínají vyskytovat a jejich počet postupně roste

Fig. 19 Distribution of folds on ingot 08b in four modified rolling passes; folds arise from the 2nd rolling pass and their number gradually increases

Závěr

Z provedené numerické simulace odlévání a tuhnutí ingotů se zvětšenou teplosměnnou plochou pomocí 4 či 5 zvlnění na stěně ingotu a následného válcování ingotů s takto zvlněným povrchem vyplynulo, že z hlediska minimalizace tvorby přeložek vzniklých při válcování je nejvhodnější využití 4 vlněk na stěně. Tento závěr je jen prvotním, dílčím výsledkem výzkumu a výběr počtu vlněk na stěně ingotu bude pokračovat spolu s volbou optimálního tvaru ingotu včetně jeho konicity. Cílem je eliminace porozity během tuhnutí a zabránění vzniku přeložek během válcování.

Poděkování

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

Literatura

- [1] PINDOR, J., KURKA, V., KOSŇOVSKÁ, J., ŠTEFANIŠINOVÁ, Š., SOCHA, L., PYSZKO, R. Effect of Cooling of the Ingot on its Macro-structural and Chemical Heterogeneity. *Hutnické listy*, 70 (2017) 3, 47–57. ISSN 0018-8069.
- [2] ŠMRHA, L. *Tuhnutí a krystalizace ocelových ingotů*, 1. vyd. Praha: SNTL, 1983. 308 s.
- [3] CHVOJKA, J. *Vady ingotů*, 1. vyd. Praha: SNTL, 1968. 256 s.
- [4] Transvalor [Software]. Forge NxT 2.1 SP1, Forge reference documentation: Part 5: Process data, Chapter I.A.6., Viscoplastic flow law according to the "Hansel-Spittel" model. 2018. [2019-01-25]
- [5] Transvalor [Software]. Forge NxT 2.1 SP1, Forge reference documentation: Part 5: Process data, Chapter III. Friction. 2018. [2019-01-25]
- [6] Mannsbart S. Modelování třecího odporu při objemovém tvárnutí za studena. VUT Brno, Fakulta strojního inženýrství. 31 s, 2006. [online]. [cit. 2019-01-04]. Dostupné z: <https://docplayer.cz/107529503-Modelovani-treciho-odporu-pri-objemovem-tvareni-za-studena-friction-modeling-in-cold-bulk-forming-conditions.html>

Premiéra konference o lehkých materiálech na veletrhu HANNOVER MESSE

Lehké materiály už léta patří k stěžejním tématům veletrhu HANNOVER MESSE. V roce 2019 se toto téma dostává na významné fórum. Spolková vláda chce prostřednictvím summitu vyjádřit, že lehkým materiálům a konstrukcím přikládá velký význam. „Odlehčené materiály znamenají efektivitu využívání zdrojů,“ říká spolkový ministr Peter Altmaier. „Naším cílem je podporovat odlehčené materiály jako klíčovou technologii, a tím připravit cestu pro jejich ještě všestrannější využívání v průmyslu. Prostřednictvím konference o lehkých materiálech na veletrhu HANNOVER MESSE chceme podpořit potřebný dialog mezi politikou, hospodářské sférou a vědou.“

Na 1. Lightweighting Summitu se počítá asi s 300 účastníky. Na konferenci vystoupí řada významných osobností a proběhnou zde dvě panelové diskuse. Pro veletrh je konference významnou událostí. „Zájem o odlehčené stavby prostupuje celým veletrhem HANNOVER MESSE,“ říká Dr. Jochen Köckler, předseda představenstva veletržní správy Deutsche Messe. „Nacházíme se nyní v situaci, kdy mnoho branží a výrobců teprve objevuje, jaký užitek odlehčené materiály mohou přinášet. Jde přitom o využívání nejrůznějších materiálů stejně jako o inovativní inženýring a digitalizované vývojové řetězce.“

Německý průmysl v minulých letech získal díky své kompetentnosti v oblasti lehkých materiálů renomé. Jak upevnit v budoucnu pozici Německa, bude také tématem první konference věnované lehkým materiálům. Také zde důrazně zazní, že využívání a kombinace různých materiálů jako jsou umělé hmoty, kombinované materiály, hliník, dřevo nebo ocel a beton jsou sice základem lehkých konstrukcí, ale zdaleka nepředstavují celé jejich spektrum. Pro ochranu materiálů a zdrojů a zlepšení funkčnosti jsou stejně důležité lehké konstrukce i koncepce lehkých materiálů. Lehké materiály hrají také klíčovou úlohu při zavádění digitálních vývojových řetězců a mají proto řadu vazeb k Průmyslu 4.0. - ústřednímu tématu veletrhu HANNOVER MESSE.

- z tiskové zprávy -

Využití softwaru pro hodnocení segregací u ocelových drátů v podmínkách TŽ, a.s.

Use of software for evaluation of segregation in steel wires in TŽ, a.s.

Ing. Jan Kufa

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

Důležitým požadavkem spolehlivé výroby vysokopevnostních kordových drátů je zvládnutí osové segregace škodlivých prvků v plynule odlévaných sochorech, která může být místem iniciace trhlin při tažení a splétání. Stupeň osové segregace ve vyrobených drátech se v současnosti stanovuje vizuálně (posouzením velikosti a tvaru tmavé segregační plochy) na vyleštěném, naleptaném vzorku drátu a zanáší tak do výsledného hodnocení nežádoucí, lidský faktor. V porovnání s klasickým vizuálním hodnocením segregace pomocí mikroskopu je softwarové hodnocení segregace rychlejší, přesnější, nezávislé na lidském faktoru, s výstupy dobře zpracovatelnými pomocí statistických metod.

Klíčová slova: segregace; válcovaný drát; analýza obrazu

This article presents a method for software assessing the level of axial segregation in wire rod. This so-called axial segregation is routinely determined visually as dark spots on the etched cross-section wire, which classifies comparison to a etalon. The result is a class of characterizing the degree of segregation in the axial wire. The disadvantage of the visual evaluation is considerable subjectivity in evaluating particularly borderline levels of segregation and mere categorical variable characterizing the degree of segregation. Software evaluation eliminates these drawbacks. The evaluation algorithm still works in the same way and the output is a quantitative variable, which can be further processed statistically. Measurement is faster, more accurate and more objective. The paper gives an example of a software evaluation of the level of segregation in the rolled wire before and after modernization of wire rod mill in Trinec Ironworks, Inc.

Key words: segregation; wire rod; image processing

Úvod

Důležitým požadavkem spolehlivé výroby vysokopevnostních kordových drátů je zvládnutí osové segregace škodlivých prvků v plynule odlévaných sochorech. Praxe potvrzuje nepříznivý vliv zvýšené segregace na mezní deformaci, a tím i na tvařitelnost při tažení. Problematikou segregace se zabývá celá řada příspěvků v odborné literatuře [1 – 7]. Stupeň osové segregace válcovaného drátu se v minulosti stanovoval vizuálně (posouzením velikosti a tvaru tmavé segregační plochy) na vyleštěném, naleptaném vzorku drátu a zanášel tak do výsledné hodnoty nežádoucí, lidský faktor.

Software pro hodnocení segregací

Společnost MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM, s.r.o. ve spolupráci s Ústavem automatizace a měřicí techniky Fakulty elektrotechniky a komunikačních technologií, Vysokého učení technického v Brně, vyvinula nový software pro hodnocení segregací ve vysokopevnostních kordových drátech, který eliminuje veškeré nedostatky subjektivního (vizuálního) způsobu vyhodnocení segregací.

V porovnání s klasickým vizuálním hodnocením vykazuje softwarové hodnocení segregací několik předností.

Předně, jedná se o metodu zcela nezávislou na lidském faktoru, a ačkoliv neexistuje metoda, kterou by bylo možné nezávisle posoudit přesnost obou uvedených způsobů měření segregací, hodnocení založené na obrazové analýze je konzistentní, rychlejší a poskytuje jednoduché výstupy dobře zpracovatelné pomocí statistických metod, což tento systém předurčuje k nejrůznějším analýzám vlivu technologických opatření na výslednou kvalitu válcovaného drátu.

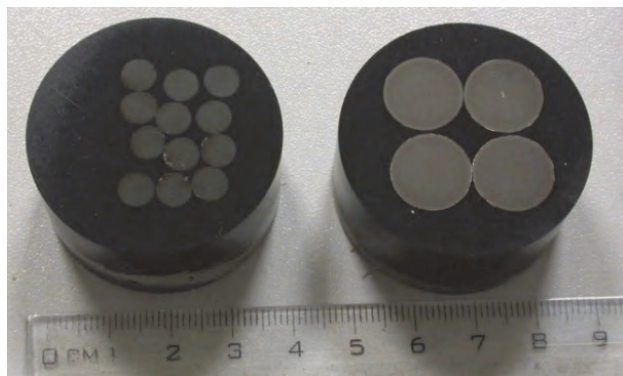


Obr. 1 Sestava počítače a skeneru
Fig. 1 Personal computer and scanner

Software byl vyvinut v rámci řešení projektu EU „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum“

a v roce 2013 byl předán do užívání. Program pracuje tak, že po zalisování jednotlivých drátů do bakelitového kotouče, je kotouč položen na plochu kancelářského skeneru, který naskenuje povrch drátů a pomocí obrazové analýzy vyhodnotí úroveň segregace u každého drátu ve vzorku. Software pro hodnocení může být nainstalovaný na stolním PC či notebooku s připojením na běžný kancelářský skener a pracuje prostředím Windows verze 7 a výše (obr. 1).

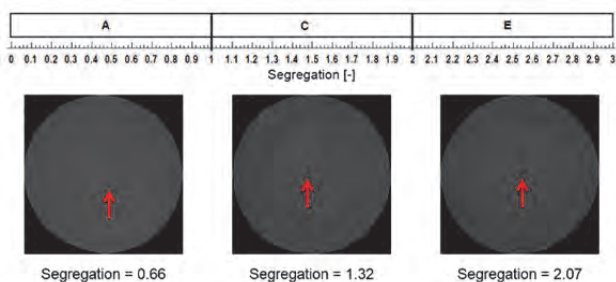
Software na hodnocení segregací umožňuje provádět hodnocení segregací na příčných vzorcích ocelového drátu průměru 5,5 mm až 15 mm (obr. 2).



Obr. 2 Vzorky drátů připravené pro hodnocení
Fig. 2 Wire samples prepared for evaluation

Výstupy softwaru jsou dvojího typu:

- třída segregace (A, B, C, D, E) odpovídající doposud používaného vizuálního systému měření.
- číselné vyjádření úrovně segregace – numerická bezrozměrová proměnná, stanovená s přesností na dvě desetinná místa, vyjadřující velikost segregace. Číselné vyjádření odpovídá běžně používaným třídám (A až E) podle následujícího obrázku (obr. 3):



Obr. 3 Třídy segregace podle starého hodnocení a numerický ekvivalent, stanovený pomocí software (nahore) a příklady hodnocení (dole)
Fig. 3 Classes of segregation according to the old rating and the numerical equivalent determined by the software (above) and examples of the evaluation (below)

Výhody hodnocení pomocí software jsou následující:

- eliminace lidského faktoru (zejména při hraničních úrovních segregace je klasické vizuální hodnocení a následné zařazení do příslušné třídy značně subjektivní),
- číselné vyhodnocení segregace (lze statisticky dále zpracovávat).

Princip měření

Na začátku měřicího procesu je pořízení obrazu. To je realizováno běžným kancelářským skenerem, který dosahuje rozlišení minimálně 4800 DPI. Pro různé průměry ocelových drátů to pak znamená, že rozlišení jejich obrazů se pohybuje řádově v jednotkách tisíc pixelů, což je hodnota dostačující pro velmi důkladnou analýzu středové části drátu. Samotné snímání probíhá velmi intuitivně tak, že do šablony je zasazen jeden až čtyři kotouče s libovolným počtem drátů a následně proběhne skenování všech čtyř oblastí. Ze získaných obrazových dat jsou automaticky rozpoznány pouze obsazené pozice a ty dále zpracovávány.

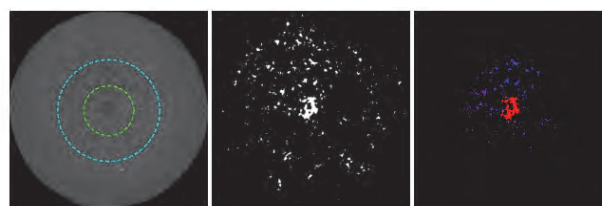
Indexace jednotlivých drátů uvnitř zkoumaného kotouče je provedena pomocí jednoduchých metod zpracování obrazového signálu (analýza úrovní, prahování a filtrace) a následného řazení podle závazného geometrického „cik-cak“ vzoru. Další postup byl již volně navržen a implementován pro kompletně automatické vyhodnocení míry a typu segregace podle následujícího schématu (obr. 4).



Obr. 4 Sekvence algoritmického zpracování obrazu pro určení míry a typu segregace

Fig. 4 Sequence of algorithmic image processing to determine the degree and type of segregation

Ve středové oblasti drátu je v závislosti na vypočtených parametrech drátu (střední hodnota a rozptyl jasových hodnot) provedena detekce a lokalizace oblastí definovaných poklesem jasové hodnoty pod stanovenou mez. Metodu detekce tmavé oblasti lze pro snazší pochopení zjednodušeně chápat jako prahování vnitřní oblasti drátu. Toto prahování však nemá zcela přímočarou konstrukci, je obecně nelineární a obsahuje mj. také saturace. V podstatě lze říci, že oproti prahování s adaptivním prahem známého z teorie zpracování obrazu je použité prahování upraveno tak, aby byly detekovány pouze oblasti s jasnou úrovní pod průměrem celého drátu a dále sníženého o příspěvek směrodatné odchylky. Problematika stanovení prahu a postup prahování obrazu v tomto případě přesahuje rámec tohoto příspěvku, proto je popsán pouze zjednodušeně. Na následujícím obrázku je možné vidět výsledek zmíněné operace na celou vnitřní oblast drátu společně s vymezením oblastí segregace (obr. 5).



Obr. 5 Vyznačení oblastí kontroly drátu (vlevo), surová data aktivní části drátu (uprostřed) a výstupní data aktivní části drátu s barevně odlišenými typy detekovaných oblastí segregace (vpravo)

Fig. 5 Marking of wire control areas (left), raw data of the active portion of the wire (center) and output data of the active part of the wire with color-coded types of segregated detection areas (right)

Na základě výsledků analýzy vnitřní části drátu, kde je možné očekávat segregaci, lze následně provést segmentaci objektů s nižší jasovou úrovní oproti zbytku drátu a detekovat tak hlavní a vedlejší objekty segregace. Klasifikací těchto objektů z hlediska velikosti, poklesu jasové úrovně oproti průměru a relativní polohy v rámci drátu je určen typ (A nebo B) a míra segregace tj. stupeň nehomogenity tj. závažnost vady materiálu vyjádřená skalárem a tím rozhodnuto o výsledku inspekce. Na výše uvedeném obrázku na snímku zcela vpravo je červenou barvou vyznačen hlavní objekt segregace společně s dalšími kandidátními oblastmi (modrá barva). Podle velikosti a tvaru objektu segregace je určen typ a třída materiálové nehomogenity. Míra segregace je obecně stanovena jako vážený součet odchylek jasových hodnot normovaného hlavního objektu segregace od průměrné úrovně. Třída segregace je dále stanovena zvlášť podle dalších charakteristik např. bílý prstenec kolem hlavního objektu segregace apod., které zde z prostorových důvodů nejsou popsány.

Detailní popis principu vyhodnocení segregací nabízí autoři softwaru ve svých příspěvcích [8 – 9].

Příklady využití software

Po uvedení do provozu byl software hojně využíván v nejrůznějších analýzách vlivu technologických faktorů na stupeň segregace ve válcovaném drátu. Jednou z vůbec prvních úloh byla analýza vlivu modernizace kontidrátové trati (KDT) v Trineckých železárnách, a.s. na stupeň segregace ve válcovaném drátu.

Cílem statistické analýzy bylo porovnání stupně segregace u výšeuhlíkových drátů, vyrobených před a po modernizaci KDT v TŽ, a.s. Analýza byla provedena v programech Statgraphics Centurion XVI a NCSS 10. Při statistickém testování byla uvažována obvyklá hladina významnosti $\alpha = 0,05$ (5% nejistota).

Porovnání bylo provedeno pomocí 2 přístupů:

- Porovnání procentuálního zastoupení jednotlivých tříd segregace v souboru před a po modernizaci KDT (tab. 1, obr. 6).
- Testování vlivu modernizace KDT na střední hodnotu segregace drátů pomocí analýzy rozptylu (tab. 2 – tab. 3, obr. 7).

V prvním kroku byl porovnán relativní podíl jednotlivých tříd segregace (od nejméně závažného stupně A, po nejhorší stupeň E) v analyzovaném souboru 3 470 vzorků drátů (2098 vzorků analyzováno před modernizací, 1372 pak po modernizaci KDT). Výsledky uvádí tab. 1, kde řádky tabulky odpovídají jednotlivým typům segregace A až E a sloupce před a po odpovídají stavu před a po modernizaci KDT. Z jednotlivých údajů pak vyplývá zastoupení jednotlivých tříd segregace v analyzovaných souborech drátů.

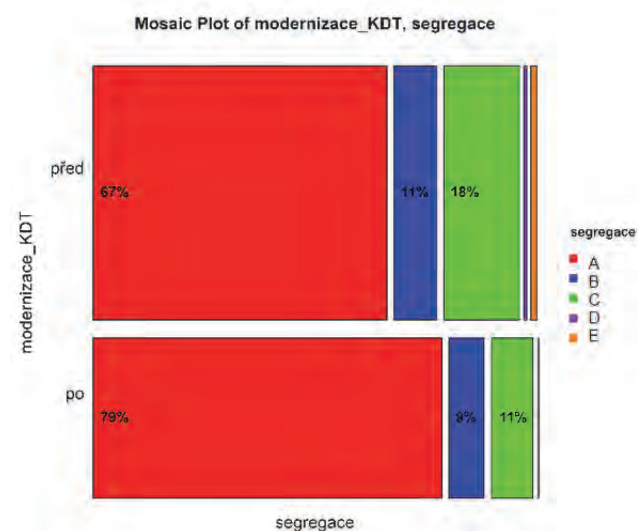
Tab. 1 Počty drátů a relativní podíly tříd segregace u vzorků před a po modernizaci KDT

Tab. 1 Number of wires and relative counts of segregation classes in samples before and after KDT modernization

Stupeň	před	po	celkem
A	1400	1084	2484
	66,73 %	79,01 %	71,59 %
B	231	130	361
	11,01 %	9,48 %	10,40 %
C	388	148	536
	18,49 %	10,79 %	15,45 %
D	20	4	24
	0,95 %	0,29 %	0,69 %
E	59	6	65
	2,81 %	0,44 %	1,87 %
Celkem	2098	1372	3470
	60,46 %	39,54 %	100,00 %

Z tab. 1 např. vyplývá, že nejméně závažný stupeň segregace A byl přítomen u 66,7 % vzorků v souboru vzorků před modernizací, kdežto v 79 % vzorků po modernizaci atd.

Výše uvedená tab. 1 je v grafické podobě zpracována na obr. 6.



Obr. 6 Relativní zastoupení tříd segregace ve vzorcích před a po modernizaci KDT (výška sloupců je úměrná počtu hodnocených drátů)

Fig. 6 Relative representation of segregation classes in samples before and after KDT modernization (column height is proportional to the number of wires evaluated)

K dalšímu testování vlivu kategoriální proměnné "modernizace_KDT" na číselnou úroveň segregace, stanovenou softwarem, bylo použito analýzy rozptylu (ANOVA). Analýza rozptylu testuje nulovou hypotézu (střední hodnoty segregace před a po modernizaci KDT jsou shodné) proti alternativní hypotéze (střední hodnoty segregace se liší). Výsledek testu je uveden v tab. 2.

Tab. 2 Výsledky analýzy rozptylu
Tab. 2 Analysis of variance results

Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
Between groups	15,1687	1	15,1687	61,84	0,0000
Within groups	850,663	3468	0,245289		
Total (Corr.)	865,832	3469			

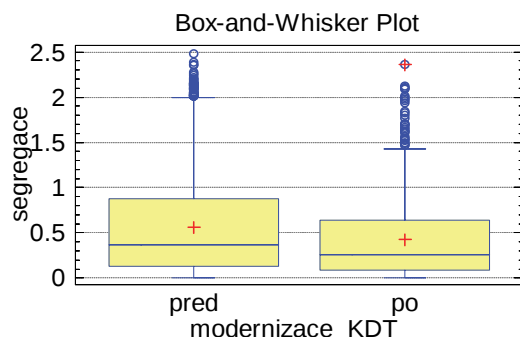
Na základě výsledné p-hodnoty analýzy rozptylu, která je menší než uvažovaná hladina významnosti $\alpha = 0.05$ lze konstatovat, že průměrné hodnoty segregace drátů vyrobených před a po modernizaci KDT se liší. Průměrné hodnoty a směrodatné odchylky (SD) segregace obou souborů jsou uvedeny v tab. 3.

Tab. 3 Základní statistiky segregace u drátů před a po modernizaci KDT

Tab. 3 Basic statistics of segregation for wires before and after KDT modernization

modernizace_KDT	Count	Average	SD
pred	2098	0,562274	0,533438
po	1372	0,427048	0,430383
Total	3470	0,508807	0,499591

Porovnání průměrných hodnot segregace drátů vyrobených před a po modernizaci KDT je dále realizováno pomocí krabicového grafu (obr. 7).



Obr. 7 Krabicový graf – segregace před a po modernizaci
Fig. 7 Boxplot – segregation before and after modernisation

Z provedené analýzy vyplývají následující skutečnosti:

Na základě výsledků obou způsobů vyhodnocení je možné konstatovat, že modernizace KDT vedla ke zlepšení úrovně segregace ve válcovaném drátu. S ohledem na relativní zastoupení jednotlivých tříd segregace u hodnocených drátů se modernizace KDT projevila ve:

- zvýšení podílu nejméně závažné třídy segregace A o 12 procentních bodů,
- snížení podílu tříd B o 2 a C o 7 procentních bodů,
- snížení podílu tříd D o 0,7 a E o 2,4 procentních bodů.

Vliv modernizace KDT na číselné vyjádření úrovně segregace, stanovené softwarem, je statisticky významný. Střední hodnota segregace se snížila z 0,56 na 0,43.

Závěr

Softwarové hodnocení segregací prokázalo, že v porovnání s vizuálním hodnocením vykazuje několik předností. Podstatnou výhodou je eliminace lidského faktoru (zejména při hraničních úrovních segregace je klasické vizuální hodnocení a následné zařazení do příslušné třídy značně subjektivní, vyhodnocení založené na analýze obrazu je rychlé, stabilní a konzistentní).

Číselné vyhodnocení segregace lze statisticky dobře zpracovávat, což umožňuje rozsáhlé využití software při různých analýzách vlivu technologických faktorů na úroveň segregace. Praktickou ukázkou takového použití byla analýza vlivu modernizace kontidrátové trati v TŽ, a.s. na úroveň segregace ve finálním výrobku, kde bylo možné použít klasické testování statistických hypotéz a potvrdit závěr, že modernizace KDT vedla ke zlepšení úrovně segregace ve válcovaném drátu.

Poděkování

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

Literatura

- [1] MICHALEK, K., GRYC, K. Čistota a užité vlastnosti oceli. Přednášky, FMMI VŠB-TU OSTRAVA, 2010.
- [2] EUROPEAN COMMISSION, Directorate-General for Research. Optimal strategy to minimise central segregation during billet casting of high carbon steel grades: final report. Luxembourg: Off. for Off. Publ. of the Europ. Communities, 2002. ISBN 9289434449.
- [3] YASUDA, H., TOH, T., IWAI, K., MORITA, K. Recent progress of EPM in steelmaking, casting, and solidification processing. *ISIJ International*, 47 (2007) 4, 619–626.
- [4] EMTAGE, P. A. et al. Improved control of segregation in continuous casting and hot rolling processes: final report. Luxembourg: Office for Official Publications of the European Communities, 2003. ISBN 9289463104.
- [5] CHOUDHARY, S. K., GANGULY, S. Morphology and segregation in continuously cast high carbon steel billets. *ISIJ International*, 47 (2007) 12, 1759–1766.
- [6] HOU, Z., CHENG, G. Characteristics and a novel quantitative model of macrosegregation in continuously cast high-carbon billets. In *AISTech Proceedings*, Atlanta, 2012, p. 1229–1238. ISBN 978-1-935117-24-7.
- [7] SYCHKOV, A. B., M. A. ZHIGAREV, S. Yu. ZHUKOVA, A. V. PERCHATKIN a A. V. PEREGUDOV. Effect of dendritic segregation in the continuous-cast semifinished product on the formation of the structure of high-carbon-steel wire rod. *Metallurgist* [online]. 2008, 52(5-6), 275-282 [cit. 2016-01-25]. DOI: 10.1007/s11015-008-9046-7. ISSN 0026-0894. Available in: <http://link.springer.com/10.1007/s11015-008-9046-7>
- [8] CERVINKA, L., HORAK, K. Visual Measurement of Material Segregation in Steel Wires. *Procedia Engineering* [online], 69 (2014), 518–525.
- [9] HORÁK, K. Classification of Segregation Level in Steel Wires by Image Processing. In *The Conference Proceedings of the 37th International Conference on Telecommunications and Signal Processing*. Berlin, Germany: 2014. s. 665–668. ISBN 978-80-214-4983-1.

Investigation of Fretting Fatigue Failure of Stud Bolt

Analýza porušení svorníku kontaktní únavou

Ing. Radek Tomášek; Ing. Adéla Podepřelová; Lukáš Horsák

VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Materials Science and Technology, Regional Materials Science and Technology Centre, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Czech Republic

One of the most commonly recognized causes of metal components failure is fatigue, and fasteners are no exception in this case. In this work, an investigation was carried out of the failure of undercut stud bolts used to fix the industrial vibrating motor. The vibrating motor was fixed in place with a series of stud bolts, which all failed. Fractography analysis of the most preserved fracture surface in SEM confirmed fatigue failure mechanism initiated on opposing sides of the cross-section. Visual observation of the stud bolts indicated an abnormal wear pattern on the surface. The material of stud bolts was subjected to overall examination in terms of its mechanical properties, hardness, as well as microstructure and chemical composition. The ultimate cause of failure was attributed to fretting fatigue, which occurred because of large spacing in clearance hole for stud bolts and relative motion by vibration between bolts and the base plate underneath vibrating motor.

Key words: Fatigue; fracture; fretting; failure analysis

Rozebíratelné spoje, jako jsou šrouby, čepy, kolíky apod., jsou běžně užívány při spojení dvou různých součástí či komponent dohromady. Případné selhání tohoto druhu spoje může vést k vážným škodám na majetku i životech. Obecně je únava považována za jednu z nejčastějších příčin vzniku provozních lomů součástí a uvedené spoje nejsou výjimkou. Tento příspěvek pojednává o analýze příčin lomu svorníku s oboustranným závitem. K lomu došlo téměř na všech svornících sloužících k upevnění vibračního motoru, než byla závada odhalena. Na základě vizuálního posouzení a různého opotřebení lomových ploch byl důvod se domnívat, že k procesu docházelo postupně a každý zlomený svorník pouze přispíval ke kaskádovému efektu a vyššímu zatížení zbývajících svorníků. Fraktografická analýza byla provedena na nejméně opotřebené lomové ploše, kdy bylo pozorováno charakteristické únavové poškození, s místy iniciace na protilehlých stranách povrchu. V tomto místě byl povrch viditelně stlačen a vyskytoval se zde umělý vrub – koncentrátor napětí. Vizuálně byly všechny svorníky povrchově opotřebený v okolí lomu. Dále bylo provedeno hodnocení mechanických vlastností, tvrdosti a metalografická analýza, aby bylo vyloučeno, že k lomu došlo kvůli materiálové neshodě. Ve všech těchto vyhodnoceních a měřeních svorník vyhověl. Pozornost byla zaměřena na systém ukotvení vibromotoru v základové desce a beranu. Ze schématu byla patrná velká vůle v otvoru pro svorník, v jejímž důsledku došlo k rozvoji kontaktní únavy mezi svorníkem a deskou.

Klíčová slova: Únava; lom; kontaktní únava; analýza porušení

Fatigue is one of the most commonly recognized causes of failure of metals and industrial components overall. [1]. Fasteners, in general, are no exception, and fatigue remains the most frequent cause of fasteners fracture. When investigating fatigue failure of fasteners, several possible causes come into consideration, such as inadequate design and material, insufficient preload or excessive loading. Fatigue resistance of fasteners depends highly on preload, and little damage occurs to fastener if the cyclic load is lower than preload [2, 3].

Fatigue life and endurance limit in plain fatigue conditions are significantly reduced by contact of the surface with its surrounding environment – a situation called fretting fatigue. Fretting is a special wear process that occurs at the contact area between two materials under load and in the presence of slight relative movement by vibration or other external force. Under

these conditions, fatigue strength can be reduced by as much as 50 to 70 % of endurance limit obtained under normal strain conditions [1, 3]. Cracks during fretting fatigue can initiate at very low stresses, below estimated fatigue limit and initiation of small cracks can represent 90% of total component life. The fretting process is commonly divided into three parts: initial surface adhesion, oscillation, and generation of debris and fatigue in the contact area [4 – 6].

Fretting fatigue causes recognizable surface damage of at least one of the contacting surfaces, fretted area is roughened, and steel surface is often decorated with reddish deposits, pits, cracks and spalling. Damage sites often act as regions of crack initiation, and local stress concentrations, which normally support fatigue crack initiation may not play a critical role in this process [7 – 9].

In the presented work an investigation was carried out of the failure of undercut double end stud bolt, which was used to fasten industrial vibrating motor in its place. The objective of the investigation was to find the root cause of failure and an overall examination of the material of stud bolts-regarding their mechanical properties.

1. Experimental procedures

1.1 Visual examination

Six stud bolts in total were used to fix vibrating motor, and most of them have failed. Fig. 1 shows one side of the motor with fastened stud bolts and Fig. 2 is an assembly diagram. All of the six stud bolts were provided for investigation. Five of these have already failed, and last unbroken one was significantly damaged by plastic deformation as it can be seen in Fig. 3.



Fig. 1 Image of vibrating engine and stud bolts
Obr. 1 Obrázek vibromotoru a svorníků

Visual inspection was carried out in the first place by macro photos. The primary finding was that all failed stud bolts have fractured on the side recessed into slab foundation, the upper side was provided with hexagon screw head to fasten bolt in its respective hole. Observation of the surfaces indicated wear marks on bolts reduced section, suggesting that wear occurred between the bolt and its clearance hole.

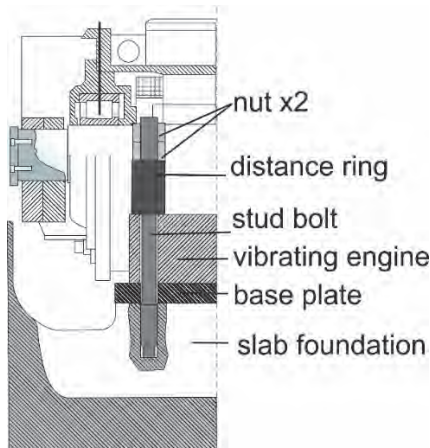


Fig. 2 Assembly diagram
Obr. 2 Schéma sestavení

Significant surface damage of reddish deposits and spalling was concentrated around the fracture surface. Most of the provided stud bolts contained markedly damaged fracture surfaces, a clear sign of rubbing against the other half of broken bolt. There was no point in performing fractographic analysis on these bolts.



Fig. 3 Fractured and bent stud bolts
Obr. 3 Zlomené a deformované svorníky



Fig. 4 Investigated stud bolts - an area of the fracture
Obr. 4 Analyzovaný svorník – oblast lomu

For this reason, the subsequent material analysis was performed on the stud bolt with most preserved fracture (Fig. 4), which also showed its surface wear marks.

1.2 Fractography analysis

Observation in the scanning electron microscope (SEM) was carried out on the most preserved fracture surface. Separated part of the bolt was ultrasonically cleaned in acetone. Based on the visual investigation, the cause of failure was recognized as fatigue due to the presence of characteristic beach marks as it can be seen in Fig. 5. Two areas with fatigue crack propagation, separated by an area of the final fracture, were present on opposing sides of the cross-section.

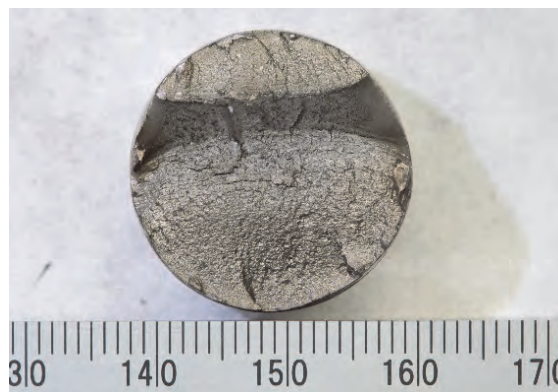


Fig. 5 Investigated fracture surface
Obr. 5 Analyzovaná lomová plocha

Fatigue striations were observed on the fracture surface (Fig. 6). Precise initiation point was found only on one side where the surface of the stud bolt was largely influenced by fretting as shown in Fig. 7 due to contact with the surrounding environment. On the other side, it was possible to pinpoint the area of origin with no precise spot. These findings along with wear marks and presence of black spots and corrosion damage on the surface indicated that fatigue cracks were initiated by the fretting mechanism.

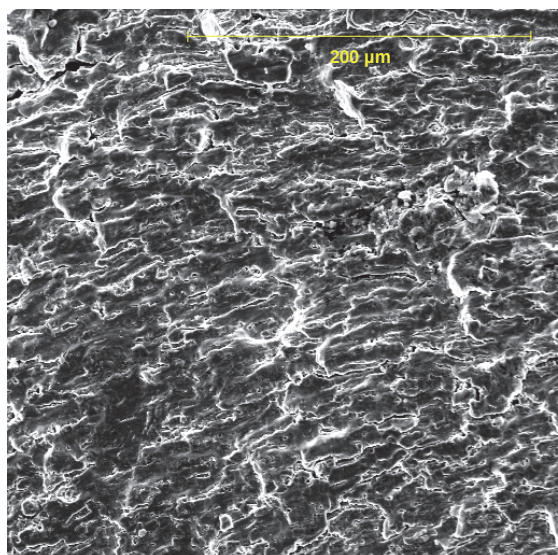


Fig. 6 Fatigue striations on the fracture surface
Obr. 6 Únavové striace na lomové ploše

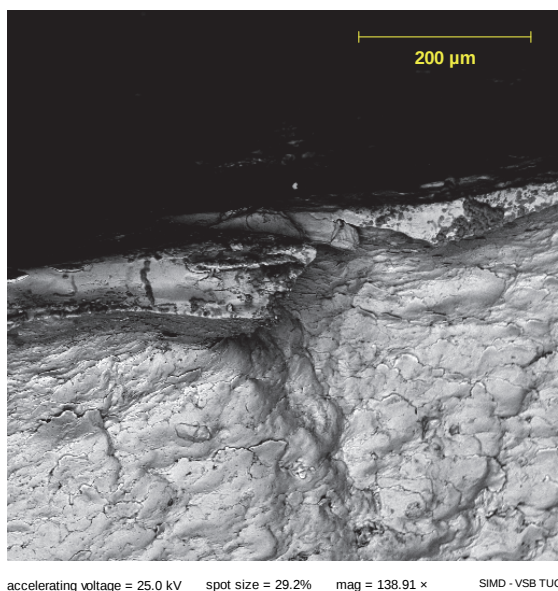


Fig. 7 Initiation area of fretting
Obr. 7 Místo iniciace a otěru

1.3 Microstructure examination

A sample of material from stud bolt was separated from the area near the fracture surface. Prepared specimen was observed in the metallography microscope after grinding

and polishing, firstly in unetched condition, subsequently after etching in Nital 4% reagent. Unetched condition revealed the presence of a large amount of fine MnS inclusions. The material microstructure was found to be tempered martensite. At the edge of the shaft no visually recognizable area of decarburization was observed. Large areas of sorbite/ferrite were present in the whole cross-section shown in detail in Fig. 8. No information about applied heat treatment was provided, therefore, no judgement could be made whether this state of the microstructure is per standard or not.

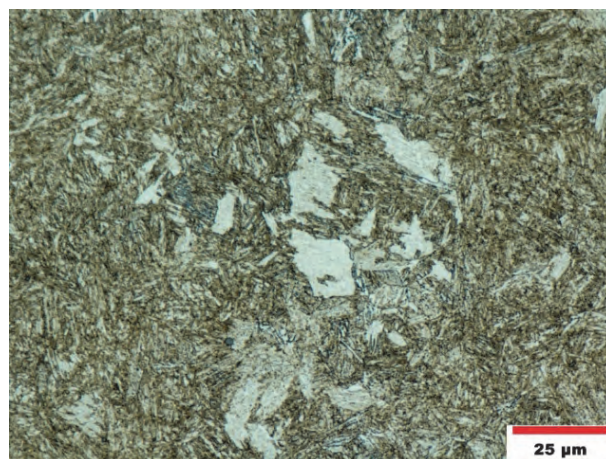


Fig 8 Detail of the microstructure
Obr. 8 Snímek mikrostruktury

1.4 Chemical composition

The chemical composition of the material was tested by X-ray fluorescence spectrometer. According to results listed in Tab. 1, steel was described as medium carbon grade with low content of alloying elements Ni, Cr, and Mo. This chemical composition was recognized to be close to AISI 9840 grade, although precise information about steel composition was not provided, because whole mounting assembly of vibrating motor is part of the intellectual property of its producer and supplier.

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

Tab. 1 Chemická analýza použité oceli (hm. %)

C	Mn	Si	P	S	Cu	Ni
0.41	0.71	0.27	0.015	0.0236	0.24	0.87
Cr	Mo	V	Ti	Al-c	Nb	N
0.9	0.189	<0.004	<0.002	0.023	<0.003	0.009

1.5 Mechanical testing

Mechanical properties of the used steel were investigated. New stud bolt, which was meant to replace the failed ones, was supplied for this purpose. Same steel grade and heat treatment were guaranteed. Two round specimens were machined for the tensile test according to ČSN EN 6892-1. Both specimens provided almost identical results as listed in Tab. 2. Yield strength determined by 0.2 offset method was determined to be 929 MPa and ultimate tensile strength of 1041 MPa with elongation A of approximately 15%.

Hardness HV 10 was measured across cross-section in a single line into to the depth of 3 mm under the surface. Specimen prepared for observation of microstructure was used in this test. Three indentations were made in the depth of 0.3 mm to verify hardness value close to the surface and confirm or rule out the effect of decarburization. Average hardness in this depth was 317 HV10, near the overall mean hardness of 320 HV10. Effect of decarburization was not recognized in this test, and it is in accordance with microstructure observation.

Tab. 2 Results from tensile test
Tab. 2 Výsledky tahové zkoušky

Spec. no.	YS	UTS	A	Z
	(MPa)		(%)	
1	929	1041	15.0	58
2	929	1040	15.3	57

2. Discussion

According to the results of mechanical properties and metallurgical structure, the material of stud bolts was not found defective and should be considered suitable for its application containing both tempered martensite and moderately high yield strength. Presence of two fatigue propagation areas indicated that the surface of the stud bolt was subjected to fretting on opposing sides. After the initial spread of the short cracks, their propagation was further enhanced by alternate bending motion induced by vibrating oscillations of the engine. This process was more severe when more stud bolts failed, causing a cascade effect, because the amplitude of free motion was larger. As it was observed on the last unbroken stud bolt, it has experienced even minor plastic deformation due to excessive loads and large amplitude of oscillations. Severely worn areas were observed on the surface of stud bolts along with already developed cracks. According to general assembly schematics in Fig. 1b, the main cause of failure is due to improper design of the mounting assembly. The surface of stud bolt comes in contact with a base plate underneath the vibrating engine. An actual clearance hole is too large and reduced section of the bolt should be enclosed in the housing ideally. In this case, the amplitude of oscillatory motion caused fretting damage on the lower side of stud bolt.

Conclusions

In this paper, the failure of undercut double end stud bolt was analyzed to determine the failure mechanism with the use of fractography analysis and examination of its microstructure and mechanical properties. Fretting fatigue was identified as the cause of failure because of relative motion between stud bolt and the base plate of vibrating motor. Cracks initiated by fretting were then propagated as fatigue cracks due to alternate bending loading leading to a series of subsequent fractures. Reduction of oscillatory motion or clearance hole redesign is necessary to prevent such failures in the future.

Acknowledgments

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

References

- [1] ASM handbook. Vol. 19, Fatigue and fracture. Materials Park: ASM International, c1996.
- [2] HUDGINS, A., JAMES, B. Fatigue of Threaded Fasteners. *Advanced Materials and Processes*, 172 (2014) 8, 18–22.
- [3] GRIZA, S., BERTONI, F., ZANON, G., REGULY, A., STROHAECKER, T. R. Fatigue in Engine Connecting Rod bolt due to Forming Laps. *Engineering Failure Analysis*, 16 (2009) 5, 1542–1548.
- [4] NEU, R. W. Progress in Standardization of Fretting Fatigue Terminology and Testing. *Tribology International*, 44 (2011) 11, 1371–1377.
- [5] SHI, J., DING, N., XU, N., GUO, W., LIU, L., CHEN, L., WU, X., ZANG, Q., WU, CH.: Fretting Fatigue Fracture of the Supporting Shaft in a Rotary Kiln. *Engineering Failure Analysis*, 82 (2017), 474–480.
- [6] CHAN, P. C., THORNLEY, J. C. Common Features of Fretting-Fatigue Cracking in Steels. *Journal of Failure Analysis and Prevention*, 2 (2002) 6, 85–90.
- [7] LI, W., XIA, F., LUO, B. Failure Analysis of a High-Speed Shaft Crack. *Journal of Failure Analysis and Prevention*, 16 (2016) 5, 919–930.
- [8] XUE, F., WANG, Z., ZHAO, W., ZHANG, X., QU, B., WEI, L. Fretting Fatigue Crack Analysis of the Turbine Blade from Nuclear Power Plant. *Engineering Failure Analysis*, 44 (2014), 299–305.
- [9] PUJATTI, M., SUHADOLC, M., PICULIN, D. Fretting-initiated Fatigue in Large Bore Engines Connecting Rods. *Procedia Engineering*, 74 (2014), 356–359.

Kampus výzkumu a vývoje skupiny ArcelorMittal v Maizieres-les-Metz oslavil 60. výročí inovací světové úrovně

Firemní měsíčník AMO – říjen 2018, str.12

Koncem září 2018 výzkumný kampus ArcelorMittal Maizieres, nacházející se v severovýchodní Francii, hostil u příležitosti 60 let svého působení místní zvolené zástupce představitelů veřejných orgánů a novináře. Byla to vynikající příležitost připomenout silné stránky této jednotky a inovační iniciativy, jakož i nedávné investice.

Vliv složení a způsobu přípravy biokeramických mikrokuliček na jejich velikost a strukturu

Influence of the Composition and the Way of Preparation of Bioceramics Microspheres to their Size and Structure

Ing. et Ing. Taťána Fenclová; prof. Ing. Zdeněk Jonšta, CSc.

VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Česká republika

V článku byly využity a porovnány dvě metody pro přípravu kuliček z biokeramiky, které jsou cíleně vyráběny pro medicínské využití v podobě náhrad kostních tkání nebo jejich výplní v podobě biocementů. První způsob je založen na výrobě mikrokuliček Si_3N_4 pomocí plamenové syntézy. Byly připraveny tři různé směsi práškových směsí Si_3N_4 a $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ a následně byly syntetizovány v plameni $\text{CH}_4 + \text{O}_2$ při odlišné rychlosti dávkování prášku do plamene. Cílem bylo charakterizovat vliv poměru obsahu Si_3N_4 a $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ve směsi a rychlosti dávkování prášku na výsledné chemické a fázové složení, pórovitost a velikost získaných mikrokuliček. Druhý způsob je založen na granulaci a rychlém zmrazení suspenze Si_3N_4 . Pórovité granule byly připraveny dávkováním vodné suspenze Si_3N_4 a $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ do kapalného dusíku s následnou lyofilizací a tepelnou úpravou. Byl zjištěn vliv rychlosti dávkování vodní disperze na velikost částic.

Klíčová slova: biokeramika; Si_3N_4 ; plamenová syntéza; kostní implantáty; biocement

The influence of two different methods of preparation Si_3N_4 -based granules for bio-application is described. The first method is based on the freeze granulation of Si_3N_4 suspension. The porous granules were prepared by dosing an aqueous Si_3N_4 suspension in liquid nitrogen followed by lyophilization and sintering. The influence of the rate of dosing by spreading the aqueous dispersion to liquid nitrogen to the size of particles was established.

The second method is based on the flame synthesis of Si_3N_4 granules. Three different compositions of Si_3N_4 and $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ powder mixtures were prepared, granulated and finally synthesised in $\text{CH}_4 + \text{O}_2$ flame. The aim was to characterize the influence of the proportion of Si_3N_4 and $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ on the resulting chemical and crystalline phase composition, porosity and size of the obtained microspheres. The influence of composition on the size, porosity and structure of microspheres was established. The rate of dosing the powder into the flame influenced the size and structure of microspheres, and we found that the best way to prepare these microspheres by flame synthesis was to prepare it from powder with the same amount of both powders by the slower rate of dosing.

In the next step, we will try to find out the difference in the biological properties of these two methods. Each method prepares different size of particles, but the porosity of both products is similar, and we will try to find a better way to prepare material with good biological properties in the best way. The use of these materials will be in medicine as bone implants or in bio-cements.

Key words: bioceramics; flame synthesis; silicone nitride; bone implants, biocement

Biomateriály jsou stále více využívány v medicíně pro náhradu tkání. Roste i využití keramických materiálů jako náhrad kostní tkáně nebo v podobě povlaků na doposud velmi využívaných kovových implantátech. Mezi keramickými materiály je v ortopedii nejvíce využívána oxidová keramika, jako například Al_2O_3 a ZrO_2 , a to díky její výborné biokompatibilitě. Ale mezi biokompatibilní materiály byla zařazena i Si_3N_4 keramika, která nevykazuje známky toxicity a může navíc podpořit adhezi buněk, normální proliferaci a diferenciaci [1, 2]. Zatímco se leštěné keramické součástky z Al_2O_3 a ZrO_2 používají při celkové náhradě bederních [3 – 6] a kolenních kloubů [7, 8], použití Si_3N_4 je atraktivní zejména kvůli lepší adaptaci pórovitých struktur a dobrým mechanickým

vlastnostem. V pórovité formě může Si_3N_4 podporovat přímou a přirozenou tvorbu kostí, která je potřebná pro trvalou biologickou fixaci na hostitelskou kost. Jeho použití v ortopedii jako implantát s porézním povrchem, který umožní i možnost prorůstání tkáně, má proto velký potenciál. Biologické aplikace často vyžadují dodatečné vlastnosti, např. bioaktivitu umožňující silnější spojení s hostitelskou tkání, různou velikost a tvar implantátu (komplexní struktury, lehká obrobiteľnosť atd.), mechanické, fyzikální nebo chemické vlastnosti. Také i pórovité částice kulovitého tvaru s velikostí do několika desítek mikrometrů mohou výrazněji rozšířit možnosti bioaplikací nitridu křemičitého. Fosforečnan vápenatý byl jako calcium phosphate cement prvním z použitých

nových kostních cementů [9], ale často nevyhovuje svými mechanickými vlastnostmi, případně rychlostí resorpce a rychlostí tuhnutí. Tyto parametry by bylo možné změnit právě přidáním mikrokuliček Si_3N_4 do tohoto cementu.

1. Příprava zkušebních materiálů a její vliv na strukturu a vlastnosti kuliček

1.1 Metoda plamenové syntézy

Pro přípravu zkušebních vzorků byly použity prášky Si_3N_4 (UBE-SN-E10 od UBE INDUSTRIES) a $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (Lachema). Ze vstupních prášků byly vytvořena směs opomeru objemových procent Si_3N_4 : $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ rovných 50 : 50 a následně byla směs homogenizována na atritorovém mlýnu za mokra po dobu 4 hodin (izopropylalkohol, frekvence otáček 500 min^{-1}). Po homogenizaci byl izopropylalkohol odstraněn a byl získán prášek s velikostí částic kolem $1 \mu\text{m}$. Následně byl prášek využíván pro přípravu mikrokuliček pomocí plamenové syntézy. Vertikální stavba zařízení pro plamenovou syntézu umožňuje lepší přípravu mikrokuliček a menší kontakt nedostatečně zchlazených kuliček s konstrukcí. Vytvořený prášek byl dávkován do vysokoteplotního metan-kyslíkového plamene sklářského hořáku pomocí proudu kyslíku. V plameni hořáku docházelo k přetavení materiálu při teplotách až 2800°C . Tuto teplotu lze korigovat pomocí složení plamene nebo rychlosti dávkování prášku pomocí kyslíkové trysky. Při zvýšení rychlosti dávkování prášku se změní složení plamene a dochází k ochlazení plamene. Po roztavení materiál vytvářel malé kapičky tavenin, které byly chlazený sprchováním destilovanou vodou a dochlazovaly se ve sběrné nádobě spolu s destilovanou vodou. Po dokončení procesu prošla destilovaná voda spolu s vytvořenými mikrokuličkami keramickým filtrem pod tlakem 3 bary. Získané mikrokuličky se vysušily a byly studovány. Předpokládá se, že vysoké teploty přetavení a vysoká rychlost chlazení pomůže tvorbě amorfni fáze ve struktuře mikrokuliček. Jak bylo uvedeno výše, rychlostí dávkování prášku pomocí kyslíkové trysky lze korigovat především teplotu a čas expozice prášku v plameni. Při zvýšení rychlosti dávkování dochází k ochlazení plamene a snížení doby expozice prášku. Lze tedy říci, že rychlost dávkování prášku i nepřímo ovlivňuje kinetiku možných reakcí, případně jiných procesů. Jelikož konstrukce použitého experimentálního zařízení neumožňuje přesné

měření teploty plamene, byly připraveny mikročástice při třech různých rychlostech dávkování. Záměrem bylo pozorovat vliv změny teploty (případně času expozice) na strukturu a fázové složení připravených mikrokuliček.

Tab. 1 Fázové složení mikrokuliček v závislosti na rychlosti dávkování

Tab. 1 Phase composition of microspheres in dependence on the rate of dosing

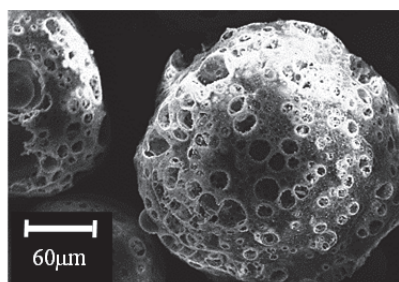
Vzorek	Rychlost dávkování	RTG analýza
	(hPa)	
SNCP5050_2,8	-2,8	Si_3N_4 $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{O}$
SNCP5050_3,5	-3,5	Si_3N_4 $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{O}$
SNCP5050_5	-5	Si_3N_4 $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{O}$ $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$

Všechny vzorky obsahují fázi $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{O}$, resp. $(\text{CaO} \cdot 3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2)$. Při porovnávání fázového složení mikrokuliček v závislosti na rychlosti dávkování prášku se potvrzuje, že rychlost dávkování má velký vliv na vytvořenou fázi. Z tab. 1 je zřejmé, že při rychlosti dávkování -5 hPa už doba expozice v plameni není dostatečně dlouhá pro úplnou přeměnu $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Pro následný postup je výhodné využívat k syntéze co nejnižší rychlosti dávkování, ale tak, aby čas byl dostatečně dlouhý pro tvorbu pórů po částečném rozkladu/oxidaci Si_3N_4 . Rychlost dávkování prášku při plamenové syntéze ovlivňuje také velikost mikrokuliček, a to tak, že se zvyšující se rychlostí dávkování (a s tím souvisejícím snížením teploty plamene a zkrácení času expozice mikrokuliček) dochází ke zmenšování mikrokuliček, jak lze vidět v tab. 2 a obr. 1.

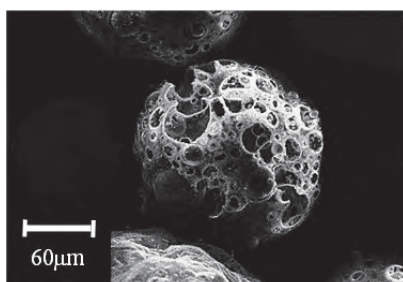
Tab. 2 Velikost mikrokuliček v závislosti na rychlosti dávkování

Tab. 2 Size of microspheres in dependence on the rate of dosing

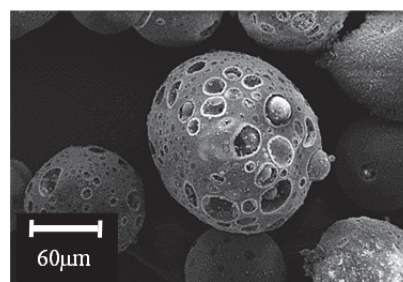
Vzorek	(5050_2,8)	(5050_3,5)	(5050_5,0)
Q3(x)	Velikost	Velikost	Velikost
(%)	(μm)		
10,00	0,44	0,32	0,26
50,00	17,00	6,78	2,14
90,00	246,20	181,53	151,39



5050_2,8



5050_3,5



5050_5

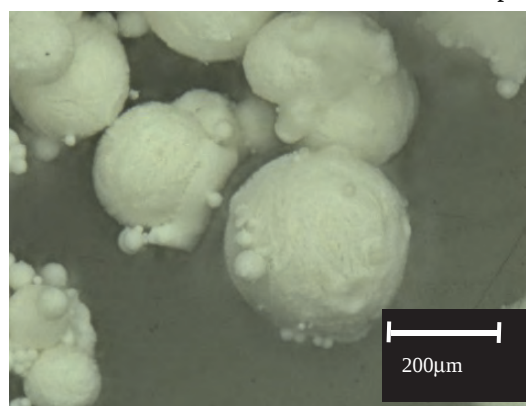
Obr. 1 Velikosti mikrokuliček v závislosti na rychlosti dávkování výchozí směsi při plamenové syntéze; zleva doprava se zvyšuje rychlost dávkování

Fig. 1 Size of microspheres in the dependence on the rate of dosing of the initial blend during flame synthesis; from left to right the rate of dosing is increasing

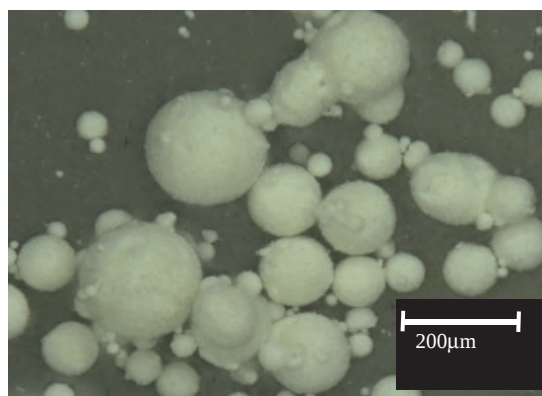
1.2 Metoda kapání/tryskání do tekutého dusíku

Příprava mikrokuliček tryskáním probíhala z vodné suspenze. Byla připravena 40% vodná suspenze prášku o poměru $\text{Si}_3\text{N}_4 : \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ rovnému 50 : 50 s přidávkou disperzních činidel. Tato suspenze byla míchána 24 hodin na dvouválci s kuličkami z Si_3N_4 . Po dostatečném promíchání byla tato suspenze dávkována tryskou pomocí stlačeného inertního plynu (Ar) do tekutého dusíku za současného míchání, kde kapky suspenze okamžitě zamrzly a uchovaly si homogenní složení ze suspenze. Velikost granulí byla regulována pomocí rychlosti dávkování suspenze tryskou. Vytvořené granule byly následně vloženy do lyofilizátoru a dosušovány 24 hodin. Granule po dosušení měly dostatečnou pevnost pro další manipulaci.

Předchozí experimenty ukázaly, že při přípravě granulí z vodné suspenze je jejich struktura po vysušení v lyofilizátoru totožná. Pórovitost těchto granulí dosahuje velikosti až 86 %, z toho 82 % tvoří otevřené póry.



5050_20



5050_30

Obr. 2 Velikosti kuliček v závislosti na rychlosti dávkování vodné suspenze při tryskání do tekutého dusíku; zleva doprava se zvyšuje rychlost dávkování vodné suspenze

Fig. 2 Size of spheres in the dependence on the rate of dosing of water suspension during freeze granulation; from left to right is the rate of dosing of water suspension is increasing

Z důvodu absence tepelného zpracování kuliček při jejich výrobě se nepředpokládá vliv poměru množství prášků $\text{Si}_3\text{N}_4 : \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ na jejich velikost nebo strukturu. Je možné, že v důsledku probíhajících chemických reakcí během následného tepelného zpracování dochází k odlišnostem ve struktuře kuliček. To je však předmětem dalšího zkoumání, kdy bude potřeba najít ideální tepelné zpracování takto vzniklých kuliček, aby byla zachována jejich pórovitost a zároveň spojení kuliček navzájem a vytvoření skeletu jako celku.

2. Vliv složení výchozí směsi na strukturu a vlastnosti mikrokuliček

Cílem bylo zjistit, jaký bude mít vliv změna množství pórotvorné složky Si_3N_4 v tavenině $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, tj. poměr $\text{Si}_3\text{N}_4 : \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ve výchozí směsi, na strukturu a vlastnosti mikrokuliček. Pro experiment byla volena tři různá složení směsi (tab. 3) a pouze metodou plamenové syntézy (podrobnější popis metody v kap. 1.1) byly

Pomocí této metody vznikaly kuličky o rozměrech kolem 100 – 300 μm , u kterých nedocházelo během jejich tvorby k tepelnému ovlivnění – transformaci, jak je tomu u plamenové syntézy. Proto je u této metody potřeba následně tepelné zpracování vzniklých kuliček pro získání takových mechanických vlastností, které jsou při jejich využití potřebné.

Mezi parametry, které ovlivňují vlastnosti a strukturu vyrobených kuliček patří především rychlost dávkování vodné suspenze do trysky. Tato příprava probíhala při tlaku vzduchu 0,12 barů v trysce a byla měněna rychlost peristaltického dávkování suspenze do tekutého dusíku na 20 a 30 RPM (rounds per minute – dále RPM). Vliv rychlosti dávkování se ukázal ve velikosti vytvořených kuliček (viz obr. 2). Při rychlosti 20 RPM byla průměrná velikost kuliček 204 μm a vzorek byl označen 5050_20; při rychlosti 30 RPM byla průměrná velikost 102 μm a označení vzorku je 5050_30.

připravovány mikrokuličky při teplotě 2800 °C s tím, že rychlost dávkování těchto směsí do plamene byla vždy stejná (-3,5 hPa). V tabulce je také vyznačeno složení vytvořených mikrokuliček.

Tab. 3 Odlišné chemické složení výchozí směsi a rentgenová difrakční (RTG) analýza vytvořených mikrokuliček

Tab. 3 Different chemical composition of initial blend and X-ray (XRD) analyses of prepared microspheres

Vzorek	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	Si_3N_4	Rychlost dávkování	RTG analýza
	(vol. %)		(hPa)	
SNCP3070_3,5	70	30	-3,5	Si_3N_4 $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{O}$ $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$
SNCP5050_3,5	50	50		Si_3N_4 $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{O}$
SNCP7030_3,5	30	70		Si_3N_4 $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{O}$ $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$

Ve všech třech vzorcích jsou přítomny Si_3N_4 a $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{O}$. Ve vzorcích SNCP3070 a SNCP7030 byla navíc potvrzena i přítomnost $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (tab. 3). Z toho lze usuzovat, že poměr složek 50 : 50 je pro tuto směs ideální a nedošlo k nadbytku fáze $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, ale k úplné přeměně fází. Z RTG záznamů je zřejmé, že vzorky obsahují značné množství amorfni fáze, jejíž množství odpovídá množství $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ve výchozí směsi jednotlivých vzorků. Změna složení výchozí směsi měla určitý vliv i na velikostní rozdělení částic v jednotlivých vzorcích (tab. 4).

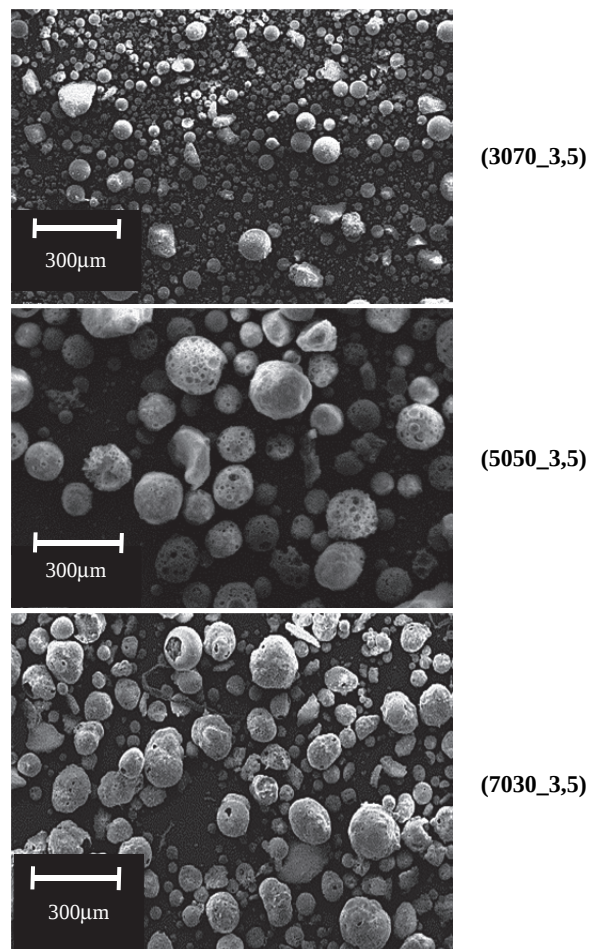
Tab. 4 Rozdělení velikosti částic v závislosti na složení výchozí směsi
Tab. 4 Particle size distribution depending on composition of initial blend

Vzorek	(3070_3,5)	(5050_3,5)	(7030_3,5)
Q3(x)	Velikost částic		
(%)	(μm)		
10,00	0,62	0,32	0,32
50,00	23,42	6,78	15,42
90,00	124,81	181,53	141,56

Výsledky měření velikosti částic potvrzuje i analýza řádkovacím elektronovým mikroskopem (obr. 3), kde lze vidět největší částice na snímku vzorku 5050_3,5 a nejmenší částice u vzorku 3070_3,5. Za pozornost stojí naměřená velikost částic u vzorku 5050_3,5 s 50% podílem těchto částic obsažených ve fázi $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Ukazuje se, že se v tomto vzorku nachází 50 % velmi malých částic, které na snímku nemusí být vidět. U mikrokuliček s větším podílem $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ jsou tedy částice Si_3N_4 menší a s hladkým sférickým povrchem. U mikrokuliček s poměrem složek 50 : 50 je tvar stále spíše sférický, ale povrch není hladký, nýbrž je velmi pórovitý. U posledního poměru s převahou Si_3N_4 a malým procentem $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ je méně sférických pórovitých částic a vyskytují se zde spíše částice nepravidelných tvarů, které vznikaly z přebývajících Si_3N_4 bez taveniny $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.

V závislosti na složení se však neměnila pouze velikost mikrokuliček, ale také velikost a množství pórů. Tab. 5 ukazuje, že největší pórovitosti bylo dosaženo poměrem Si_3N_4 : $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ = 50 : 50 a nejmenší pórovitosti u vzorku s poměrem 30 : 70. U vzorku MS_5050_3,5

vzniklo v porovnání s ostatními vzorky malé množství mikropórů. Proto se podíl makropórů dostal až na 75 vol. %, a zároveň je velikost všech pórů značně vyšší. U vzorku MS_3070_3,5 (mikrokuličky vytvořené plamenovou syntézou s poměrem Si_3N_4 : $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ve výchozí směsi 30:70) je zase větší počet mikropórů v porovnání s ostatními vzorky. Tímto se velmi zvýšil měrný povrch pórů, který je násobně větší než u ostatních vzorků. V tomto vzorku se zároveň vyskytují póry pouze velmi velké i velmi malé. Je tedy velký rozptyl mezi mediánem velikosti makropórů a mikropórů.



Obr. 3 Porovnání velikosti částic Si_3N_4 v závislosti na složení výchozí směsi

Fig. 3 Comparison of particle size of Si_3N_4 in dependence on the composition of initial blend

Tab. 5 Parametry pórovitosti
Tab. 5 Parameters of porosity

Vzorek	Celkový objem pórů	Objem mikropórů	Objem makropórů	Celková pórovitost		Celková pórovitost
				Intrapórovitost	Interpórovitost	
	(cc/g)	(cc/g : %)		(vol. %)		
MS-3070-3,5	0,89	0,34 : 38,20	0,55 : 61,80	35,52	20,81	56,33
MS-5050-3,5	1,15	0,28 : 24,78	0,86 : 75,22	50,23	15,22	65,45
MS-7030-3,5	1,25	0,38 : 30,40	0,87 :69,60	44,49	18,76	63,24

Lze také porovnat množství pórů (intrapórovitost i interpórovitost) u mikrokuliček. Největší intrapórovitost i interpórovitost vykazuje vzorek MS_5050. U tohoto vzorku je také největší objemové procento intrapórovitosti, zatímco největší procento interpórovitosti obsahuje vzorek MS_3070.

Závěr

Byly připraveny kuličky z biomateriálů za účelem jejich využití pro kostní implantáty a pro biocementy k vyplnění kavít v lidských kostech. Mikrokuličky byly připraveny z Si_3N_4 , který je využíván jako biomateriál pro náhradu kostní tkáně. Materiál byl doplněn o $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_3$, a to pro případné zvýšení jeho bioaktivity vůči kostní tkáni [10]. Pro přípravu pórovitých kuliček s velikostí na mikro úrovni byly využity dvě metody. Metoda plamenové syntézy produkovala částice řádově menší než druhá, níže uvedená metoda, a zároveň tepelně zpracované, ale představovala větší nebezpečí kontaminace materiálu při jeho přípravě. Její energetická náročnost vzhledem k teplotě plamene je velmi vysoká. Druhá využitá metoda, metoda tryskání disperze do tekutého dusíku, produkovala pórovité částice bez tepelné úpravy, která pro dosažení vyhovujících mechanických vlastností biokeramiky musela následovat po přípravě. Kuličky připravené pomocí tekutého dusíku a lyofilizace vykazovaly také požadovanou vysokou pórovitost, přičemž kuličky byly řádově větší než ty, které byly připravené plamenovou syntézou. Dále bylo zjištěno, že silný vliv na velikost mikrokuliček z plamenové syntézy má složení výchozí směsi, kdy velikost mikrokuliček ovlivňoval poměr množství taveniny vznikající z $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_3$ k pórtvorné složce Si_3N_4 . Dále velikost kuliček klesala i s rostoucí rychlostí dávkování výchozí směsi do plamene, kdy ale při vysokých rychlostech dávkování nedocházelo k úplné přeměně vstupní směsi.

Na základě těchto poznatků, byla vybrána směs o poměru prášků $\text{Si}_3\text{N}_4 : \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_3 = 50 : 50$ a nízké rychlosti dávkování jako nejvhodnější postup pro výrobu mikrokuliček. Druhou metodou byly připraveny kuličky bez tepelné úpravy. Proto se experimentální práce zaměřily na ověření vlivu rychlosti dávkování na výslednou velikost kuliček. Z výsledků vyplývá, že s rostoucí rychlostí dávkování se při metodě tryskání suspenze do tekutého dusíku kuličky zmenšovaly. Tato závislost se může využít pro přípravu granulí pro skelety nebo biocementy, kde mohou mít tyto odlišné velikosti produktů vysoce kladný vliv. Při tvorbě skeletů mohou totiž menší kuličky zaplnit prostor mezi většími, a po jejich spékání se tak mohou zvýšit mechanické vlastnosti skeletů náhrad pro lidské tělo. Stejného efektu zvýšení mechanických vlastností lze dosáhnout i v biocementech.

Poděkování

Tato práce vznikla při řešení projektu č. LO1203 „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum-program udržitelnosti“ financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky a byla podpořena z rozpočtu Moravskoslezského kraje v rámci projektu "Podpora talentovaných studentů doktorského studia na VŠB-TUO" (č.s.: 04766/2017/RRC).

Literatura

- [1] BAL, B.S. and RAHAMAN, M.N. Orthopedic applications of silicon nitride ceramics. *Acta Biomaterialia*. 8 (2012) 8, 2889–2898. DOI: 10.1016/j.actbio.2012.04.031. ISSN 17427061.
- [2] NEUMANN, A., JAHNKE, K., MAIER H.R. and RAGOŠ, C. Biokompatibilität von Siliziumnitrit-Keramik in der Zellkultur. Eine vergleichende fluoreszenzmikroskopische und rastelelektronenmikroskopische Untersuchung*. *Laryngo-Rhino-Otologie*. 83 (2004) 12, 845–851. DOI: 10.1055/s-2004-825739. ISSN 0935-8943.
- [3] LEWIS, PM., AL-BELOOSHI, A., OLSEN, M., SCHEMITCH, EH., and WADDELL JP. Prospective Randomized Trial Comparing Alumina Ceramic-on-Ceramic With Ceramic-On-Conventional Polyethylene Bearings in Total Hip Arthroplasty. *The Journal of Arthroplasty*. 25 (2010) 3, 392–397. DOI: 10.1016/j.arth.2009.01.013. ISSN 08835403,
- [4] LOMBARDI, A.V. Jr., BEREND, K.R., SENG, B.E., CLARKE, I.C. and ADAMS, B. Delta Ceramic-on-Alumina Ceramic Articulation in Primary THA Prospective, Randomized FDA-IDE Study and Retrieval Analysis. *Clinical Orthopaedics and Related Research*®. 468 (2010) 2, 367–374. DOI: 10.1007/s11999-009-1143-9. ISSN 0009-921X.
- [5] GARVIN, K. L., HARTMAN, C. W., MANGLA, J., MURDOCH, N. and MARTELL, J.M.. Wear Analysis in THA Utilizing Oxidized Zirconium and Crosslinked Polyethylene: Prospective, Randomized FDA-IDE Study and Retrieval Analysis. *Clinical Orthopaedics and Related Research*. 467 (2009) 1, 141-145. DOI: 10.1007/s11999-008-0544-5. ISSN 0009-921X.
- [6] GOOD, V., RIES, M., BARRACK, R. L., WIDDING, K. and HUNTER, G., HEUER, D. Reduced Wear with Oxidized Zirconium Femoral Heads. *J Bone Joint Surg Am*, 85 (2003) Suppl 4, 105–110.
- [7] CIVININI, R., MATASSI F., CARULLI C., SIRLEO L., LEPRI A.C. and INNOCENTI M. Clinical Results of Oxidized Zirconium Femoral Component in TKA. A Review of Long-Term Survival. *HSS Journal* ®. 13 (2017) 1, 32–34. DOI: 10.1007/s11420-016-9512-x. ISSN 1556–3316.
- [8] YAN, D., YANG, J. and PEI, F. Total knee arthroplasty treatment of rheumatoid arthritis with severe versus moderate flexion contracture. *Journal of Orthopaedic Surgery and Research*. 8 (2013) 1, 32–34. DOI: 10.1186/1749-799X-8-41. ISSN 1749-799X.
- [9] BROWN, W.E. and CHOW, L.C. A New Calcium Phosphate Setting Cement. *J Dent Res*, 62 (1983) 672.
- [10] CLARKE, K. I., GRAVES, S. E., WONG, A. T. C., TRIFFITT, J. T., FRANCIS, M. J. O. and CZERNUSZKA, J. T. Investigation into the formation and mechanical properties of a bioactive material based on collagen and calcium phosphate. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*. 4 (1993) 2, 107–110. DOI: 10.1007/BF00120378. ISSN 0957-4530.

Zprávy z Ocelářské unie a.s.

Meziroční porovnání měsíčních a postupných hutních výrob roku 2017 a 2018

	Výroba *)			Výroba	Index	Výroba	Index	Výroba	Index
	září	říjen	leden-říjen	září		říjen		leden-říjen	
	2018	2018	2018	2017	2018/17	2017	2017/18	2017	2017/18
	(tis. t)			(tis. t)	(%)	(tis. t)	(%)	(tis. t)	(%)
KOKS									
ČR	150,09	163,04	1 540,30	153,26	97,93	158,44	102,90	1 549,03	99,44
AGLOMERÁT									
ČR	414,46	442,91	4 799,09	320,38	129,36	469,54	94,33	4 551,10	105,45
SUROVÉ ŽELEZO									
ČR	349,35	296,70	3 067,32	299,53	116,63	201,37	147,34	2 758,51	111,19
SUROVÁ OCEL									
ČR	374,16	375,50	4 143,39	235,01	159,21	381,66	98,38	3 829,94	108,18
KONTISLITKY									
ČR	345,43	342,43	3 864,51	213,69	161,65	356,17	96,14	3 545,08	109,01
BLOKOVNY									
ČR	50,63	56,27	521,87	0,00		0,00		396,84	131,50
VÁLCOVANÝ MATERIÁL									
ČR	440,04	415,54	4 333,55	309,99	141,95	369,32	112,51	3 931,70	110,22
TRUBKY									
ČR	38,39	45,65	389,43	40,13	95,66	43,00	106,15	383,29	101,60
TAŽENÁ, LOUPANÁ, BROUŠENÁ OCEL									
ČR	18,56	6,61	180,59	15,27	121,53	18,93	34,91	192,34	93,89
STUDENÁ PÁSKA KLASICKÁ									
ČR	1,42	1,28	12,42	1,30	108,83	1,29	99,53	13,22	93,93

POZNÁMKA: *) Za poslední měsíc jsou údaje předběžné.

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

Meziroční porovnání měsíčních a postupných hutních výrob roku 2017 a 2018

	Výroba *)			Výroba	Index	Výroba	Index	Výroba	Index
	říjen	listopad	leden-listopad	říjen		listopad		leden-listopad	
	2018	2018	2018	2017	2018/17	2017	2017/18	2017	2017/18
	(tis. t)			(tis. t)	(%)	(tis. t)	(%)	(tis. t)	(%)
KOKS									
ČR	163,04	147,23	1 687,53	158,44	102,90	139,57	105,48	1 688,60	99,94
AGLOMERÁT									
ČR	442,91	437,38	5 236,47	469,54	94,33	457,80	95,54	5 008,89	104,54
SUROVÉ ŽELEZO									
ČR	308,08	302,59	3 677,99	320,23	96,21	286,85	105,49	3 365,59	109,28
SUROVÁ OCEL									
ČR	375,50	390,31	4 533,70	381,66	98,38	340,36	114,68	4 170,29	108,71
KONTISLITKY									
ČR	342,43	359,36	4 223,87	356,17	96,14	321,03	111,94	3 866,12	109,25
BLOKOVNY									
ČR	56,27	51,98	573,84	0,00	0,00	17,63	294,84	414,47	138,45
VÁLCOVANÝ MATERIÁL									
ČR	415,54	411,16	4 744,71	369,32	112,51	371,25	110,75	4 302,95	110,27
TRUBKY									
ČR	45,65	42,60	432,03	43,00	106,15	38,73	109,98	422,02	102,37
TAŽENÁ, LOUPANÁ, BROUŠENÁ OCEL									
ČR	15,01	10,44	199,44	18,93	79,32	18,27	57,16	210,61	94,70
STUDENÁ PÁSKA KLASICKÁ									
ČR	1,28	1,19	13,60	1,29	99,53	0,98	121,04	14,20	95,80

POZNÁMKA: *) Za poslední měsíc jsou údaje předběžné.

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

Meziroční porovnání měsíčních a postupných hutních výrob roku 2017 a 2018

	Výroba *)			Výroba	Index	Výroba	Index	Výroba	Index
	listopad	prosinec	leden- prosinec	listopad		prosinec		leden- prosinec	
	2018	2018	2018	2017	2018/17	2017	2017/18	2017	2017/18
	(tis. t)			(tis. t)	(%)	(tis. t)	(%)	(tis. t)	(%)
KOKS									
ČR	147,23	143,73	1 831,26	139,57	105,48	153,88	93,40	1 842,48	99,39
AGLOMERÁT									
ČR	437,38	484,94	5 721,40	457,80	95,54	501,89	96,62	5 510,79	103,82
SUROVÉ ŽELEZO									
ČR	302,59	327,36	4 005,35	286,85	105,49	325,45	100,59	3 691,04	108,52
SUROVÁ OCEL									
ČR	390,31	432,61	4 966,30	340,36	114,68	382,65	113,05	4 552,94	109,08
KONTISLITKY									
ČR	359,36	379,84	4 603,71	321,03	111,94	356,73	106,48	4 222,84	109,02
BLOKOVNY									
ČR	51,98	54,07	627,92	17,63	294,84	34,41	157,12	448,89	139,88
VÁLCOVANÝ MATERIÁL									
ČR	411,16	324,59	5 069,30	371,25	110,75	340,73	95,26	4 643,68	109,17
TRUBKY									
ČR	42,60	28,87	460,90	38,73	109,98	36,31	79,50	458,34	100,56
TAŽENÁ, LOUPANÁ, BROUŠENÁ OCEL									
ČR	18,85	11,70	217,29	18,27	103,16	13,55	86,36	224,16	96,94
STUDENÁ PÁSKA KLASICKÁ									
ČR	1,19	0,65	14,25	0,98	121,04	0,87	74,14	15,07	94,54

POZNÁMKA: *) Za poslední měsíc jsou údaje předběžné.

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

Z hospodářské činnosti podniků, institucí a řešitelských pracovišť

Ekonomika pozdní fáze svého cyklu

RNDr. Pavel Sobišek

UniCredit Bank Czech Republic and Slovakia, a.s., Želetavská 1525/1, 140 00 Praha 4, Česká republika

Česká ekonomika vstupuje do šestého roku svého **nepřetržitého růstu**. Pozdní fáze ekonomického cyklu, v jaké se ekonomika nachází, nese řadu typických charakteristik. K těm pozitivním nepochybně patří vysoký spotřebitelský sentiment. Domácnosti málo trápí rizika ztráty zaměstnání a potažmo snížení jejich vlastního příjmu, jakož i rizika vývoje celé ekonomiky. Přitom ani za takové situace neprojevují domácnosti velké obavy z inflace, což je známkou dlouhodobého ukotvení inflačních očekávání. Také podnikům a podnikatelům se ekonomicky zpravidla daří. Zakázkové knihy mají naplněné na delší dobu dopředu a z poptávaných kontraktů si mohou vybírat ty lukrativnější. Vyšší ziskové marže využívají ke kapitálovým investicím, od nichž si slibují dlouhodobější rozvoj podnikání a udržení konkurenceschopnosti. Z příznivé situace domácností a podniků těží i státní pokladna. Její příjmy rostou rychleji než HDP a výdaje na podporu v nezaměstnanosti naopak klesají. Aspoň část neplánovaných příjmů vrací stát do ekonomiky formou zvýšení infrastrukturních investic.

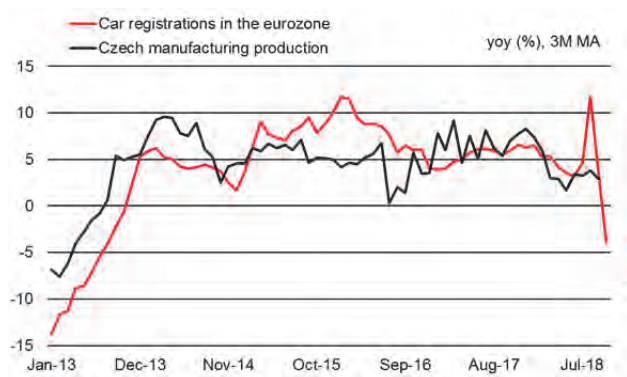
Ekonomika v popisované fázi cyklu ovšem také projevuje méně příznivé charakteristiky, které lze obecně shrnout pod pojem **únava z dlouhého běhu**. Z hlediska domácností se problémem stávají vysoké ceny nemovitostí, které růstem reagují (mimo jiné) na silnou poptávku. Pro podniky se hlavní bariérou dalšího růstu stal nedostatek volných pracovních sil. Přehřátý trh práce generuje mzdové tlaky, které se promítají do podnikových nákladů a snižují ziskové marže. Co se týče veřejných

financí, zdání hojnosti vede politickou reprezentaci k tomu, že přeměňuje krátkodobé zvýšení zdrojů do trvalého zvýšení výdajů.

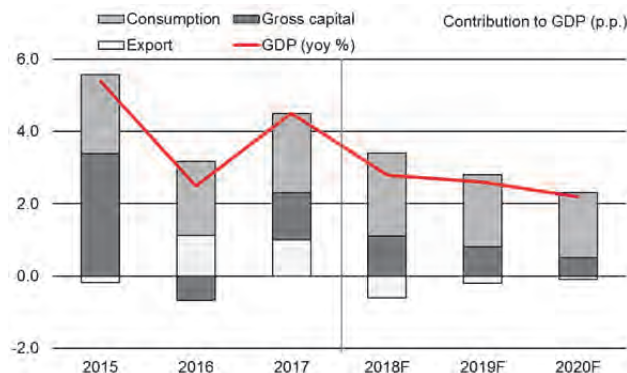
Uvedené znaky, ty pozitivní i ty negativní, ovlivní výhled české ekonomiky v roce 2019 do určité míry předvídatelným způsobem. Do hry ovšem vstupují navíc externí faktory, jejichž předvídatelnost se zdá být podstatně horší. Největší světové ekonomice, tj. USA, po devíti letech expanze ubývá sil k dalšímu růstu. Zpomalení se neubrání ani Čína, jejíž ekonomický model, založený na kumulaci vnitřního dluhu, naráží na své limity. A Evropskou unii čeká brexit, který může přinést ekonomický šok nejen vystupující Velké Británii, ale i zbylé sedmadvacítce členských zemí. K rizikům je nutné přičíst hrozbu stavění bariér mezinárodnímu obchodu iniciované prezidentem USA. Bariéry mohou negativně ovlivnit výměnu zboží nejen mezi USA a Čínou. Dotkly by se i zemí EU včetně České republiky.

I když velké ekonomiky nezpomalí víc, než momentálně ekonomové očekávají, i když se plně nerozvinou obávané obchodní války a i když nenastane nejhorší scénář brexitu, bude rok 2019 zřejmě patřit z hlediska dynamiky globálního obchodu k nejslabším za poslední dekádu. Jedním z důvodů je i vysoká míra předzásobení servisních center komoditami a výrobky, jichž se mohou dotknout dovozní cla. Buďto tedy globální **obchod zpomalí** vlivem zavedení obchodních bariér, nebo vlivem rozpouštění nadbytečných zásob. Také proto čekáme tempo růstu českého exportu pouhých 1,5 %. Druhým důvodem nižší exportní dyna-

miky může být oslabení poptávky po autech v Evropě. První náznaky ochabující poptávky po pěti letech nepřerušného růstu se u dopravních prostředků objevily už v létě 2018 (obr. 1). Tehdy měly souvislost se zaváděním nových emisních norem, což měl být jen krátkodobý faktor. Je ovšem možné, že se uvedený krátkodobý faktor slil dohromady s cyklickým zpomalením, které může ovlivnit celý rok 2019. Slabší poptávka ze zahraničí by pak oslabil výkon mnoha odvětví tuzemského průmyslu včetně hutnictví, které je pro automobilový průmysl významným dodavatelem. Výsledkem je nižší očekávaný růst HDP (obr. 2).



Obr. 1 Závislost českého zpracovatelského průmyslu na poptávce po autech v Eurozóně v čase

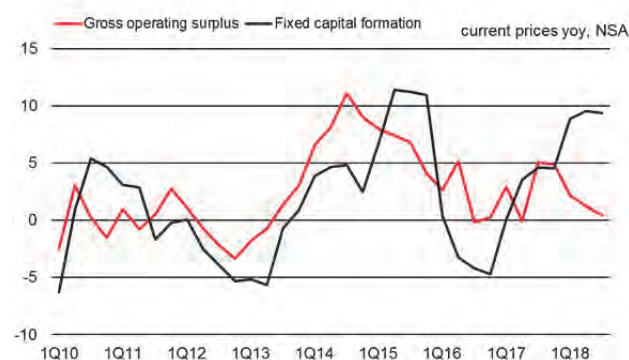


Obr. 2 Struktura růstu HDP České republiky – historie a výhled

Z hlediska domácí poptávky naproti tomu nečekáme pro českou ekonomiku výraznou změnu proti roku 2018. Růst mezd po očištění o inflaci dosáhne odhadem 4,5 %, což bude méně proti tempu 6,0 % v z roku 2018, ale stále druhý nejlepší výsledek za posledních 15 let. Zpomalení růstu mezd půjde částečně na vrub snížení na výkony vázané složky odměňování. Projevovat se ale začne i menší vstřícnost firem při mzd-

vých vyjednáváních v situaci, kdy se zhoršuje jejich ekonomická situace. Zaměstnanost v české ekonomice poroste odhadem o 0,8 %, tedy polovičním tempem proti 2018. Zvyšovat se bude participace věkové skupiny 60+ na trhu práce a pokračovat bude pracovní imigrace ze zahraničí, zatímco obsazování volných pracovních míst nezaměstnanými již celkovou zaměstnanost téměř nezvýší.

Disponibilní příjmy domácností porostou tempem, které umožní zvýšit jejich reálnou spotřebu o 3 %. Podpořit soukromou spotřebu by měla také nerealizovaná kupní síla z roku 2018, kdy tempo růstu příjmů výrazně převýšilo růst spotřeby. Mírnou brzdou utrácení domácností naopak budou vyšší úrokové sazby na hypotékách, které by měly snížit disponibilní příjmy domácností jako celku asi o 0,25 %.



Obr. 3 Souvislost časového vývoje podnikových zisků a investic v české ekonomice

Pro podnikovou sféru vidíme rok 2019 jako období **strukturálních změn**. Nedostatek pracovní síly a růst ceny práce ovlivní obchodní strategii mnoha firem, výsledkem čehož může být zúžení portfolia nabízených výrobků či služeb. Firemní investice jako celek pravděpodobně zpomalí svůj růst (obr. 3). Zůstanou zaměřené především na růst produktivity a zřejmě již ponesou první ovoce v podobě zrychlení růstu produktivity v celé ekonomice nad meziroční 2 %. Tvorba fixního kapitálu poroste v oblasti strojů a zařízení, ovšem v oblasti dopravních prostředků počítáme s jejím poklesem. Stavební investice rovněž porostou, a to hlavně díky pokračujícím infrastrukturním stavbám. U pozemních staveb čekáme růst nižší a v rámci této části odvětví

může bytová výstavba dokonce stagnovat. Celkově ovšem vidíme pro stavební výrobu meziroční přírůstek 6 %, čímž stavebnictví zůstane mezi nejdynamičtěji se rozvíjejícími odvětvími. Reálný HDP v našem základním scénáři celkově zpomalí růst na 2,6 % z původně očekávaných 2,9 % pro rok 2018.

Pro spotřebitelskou inflaci počítáme se setrváním po celý rok 2019 mírně nad meziroční hodnotou 2 %. K růstu cen zejména v oblasti tržních služeb bude přispívat silná poptávka. Inflaci ovšem podpoří i ceny energií, hlavně elektřiny. Významným faktorem cenového růstu se po roční přestávce patrně opět stanou potraviny, a to v důsledku sucha a slabé úrody v Evropě v roce 2018. Hrozba poptávkové inflace povede ČNB k dalšímu utahování měnových podmínek. Ty se mohou zpřísnit jak zvyšováním úrokových sazeb, tak posilováním kurzu koruny. Směrování kurzu EUR-CZK na konci roku 2019 k hodnotě 25,40, jakou předpokládáme, vidíme jako konsistentní s dvěma dalšími čtvrtprocentními zvýšeními sazeb ČNB. Základní sazba by se tedy měla ocitnout na úrovni 2,25 %, kde může poté setrvat delší dobu.

Pokud by se realizovala některá z výše popsaných rizik, mohl by být výkon české ekonomiky citelně slabší. Kdyby hypoteticky došlo k úplnému přerušení obchodních vazeb mezi EU a Velkou Británií, stálo by to českou ekonomiku téměř 3 % jejího HDP, přičemž nejpostiženějším odvětvím by byla výroba dopravních prostředků, opět s dopadem na dodavatelské obory včetně hutnictví. Uvedené odvětví by

ovšem citelně utrpělo i v případě omezení obchodu s auty mezi USA a EU, přestože do USA Česká republika žádná auta přímo nevyváží. Negativní efekt by se realizoval přes subdodávky do jiných zemí, především do Německa. Ze stejného důvodu by česká ekonomika pocítila zpomalení poptávky v Číně podstatně víc, než by odpovídalo podílu Číny na přímém exportu České republiky. Exportně orientovaná česká ekonomika se tak může přechodně dostat do i situace, která pro ni byla v posledních letech výjimečná (obr. 4): tuzemský export by mohl vykazovat nižší dynamiku než celosvětový obchod. Nebývalá koncentrace rizik tedy naznačuje, že se rok 2019 může stát poměrně náročným na finanční plánování.



Obr. 4 Meziroční dynamika globálního a českého exportu zboží

Zdroje grafů na obr. 1 – 4: UniCredit Research, Macrobond, Český statistický úřad

Poznámka redakce:

Výše uvedený článek „Ekonomika pozdní fáze svého cyklu“ autora RNDr. Pavla Sobíška, hlavního ekonoma UniCredit Bank Czech Republic and Slovakia, a.s., byl v modifikované podobě uveden jako vyžádaná přednáška na 55. slévárenských dnech uspořádaných Českou slévárenskou společností a Ústavem strojírenské technologie FSI VUT Brno, konaných ve dnech 13. a 14. 11. 2018 v hotelu Avanti v Brně. Přednáška byla zařazena do úvodní sekce jako jedno z nosných témat jednání.



Měření chladicích účinků trysek sekundárního chlazení ZPO

Measurement of cooling effects of nozzles of CCM secondary cooling

doc. Ing. Petr Kotrbáček, Ph.D.; Ing. Tomáš Luks, Ph.D.; prof. Ing. Miroslav Raudenský, CSc.

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Laboratoř přenosu tepla a proudění, Technická 2896/2, 616 69 Brno, Česká republika

Cílem laboratorních měření, popsaných v příspěvku, je získání parametrů umožňujících matematický popis chladicích účinků trysek. Laboratorní měření a následné vyhodnocení jsou navrženy tak, aby bylo možné získat reálné okrajové podmínky, vyjádřené hodnotami součinitele přestupu tepla (HTC) v závislosti na poloze a povrchové teplotě. Typickou oblastí využívající tyto okrajové podmínky je oblast sekundárního chlazení plynule odlévaných sochorů. V příspěvku je popsán postup měření a vyhodnocení, včetně ukázky experimentálně získaných okrajových podmínek. Tyto podmínky jsou využívány pro simulace tuhnutí a chladnutí odlévaných sochorů. Znalost okrajových podmínek také umožňuje nastavení a optimalizaci chladicích sekcí ve všech provozech využívajících vodní nebo vodovzdušné chlazení.

Klíčová slova: kontinuální lití; sekundární chlazení; tryska; okrajová podmínka; teplota

The aim of the laboratory measurements described in the paper is to obtain parameters enabling a mathematical description of the cooling effects of the nozzles. Laboratory measurements and subsequent evaluations are designed to obtain real boundary conditions, expressed by the Heat Transfer Factor (HTC) values in dependence on position and surface temperature. A typical area utilising these boundary conditions is the secondary cooling zone of continuously cast billets. The paper describes the measurement and evaluation process, including the experimentally obtained marginal conditions. These conditions are used to simulate solidification and cooling of cast billets. Knowledge of boundary conditions makes it also possible to set and optimise cooling sections in all process plants using water or water-air cooling systems.

Key words: continuous casting; secondary cooling; nozzle; boundary condition; temperature

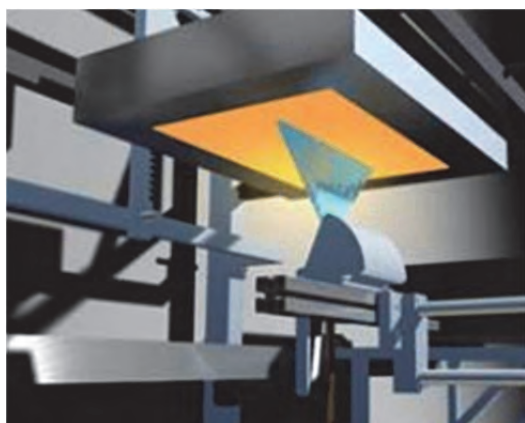
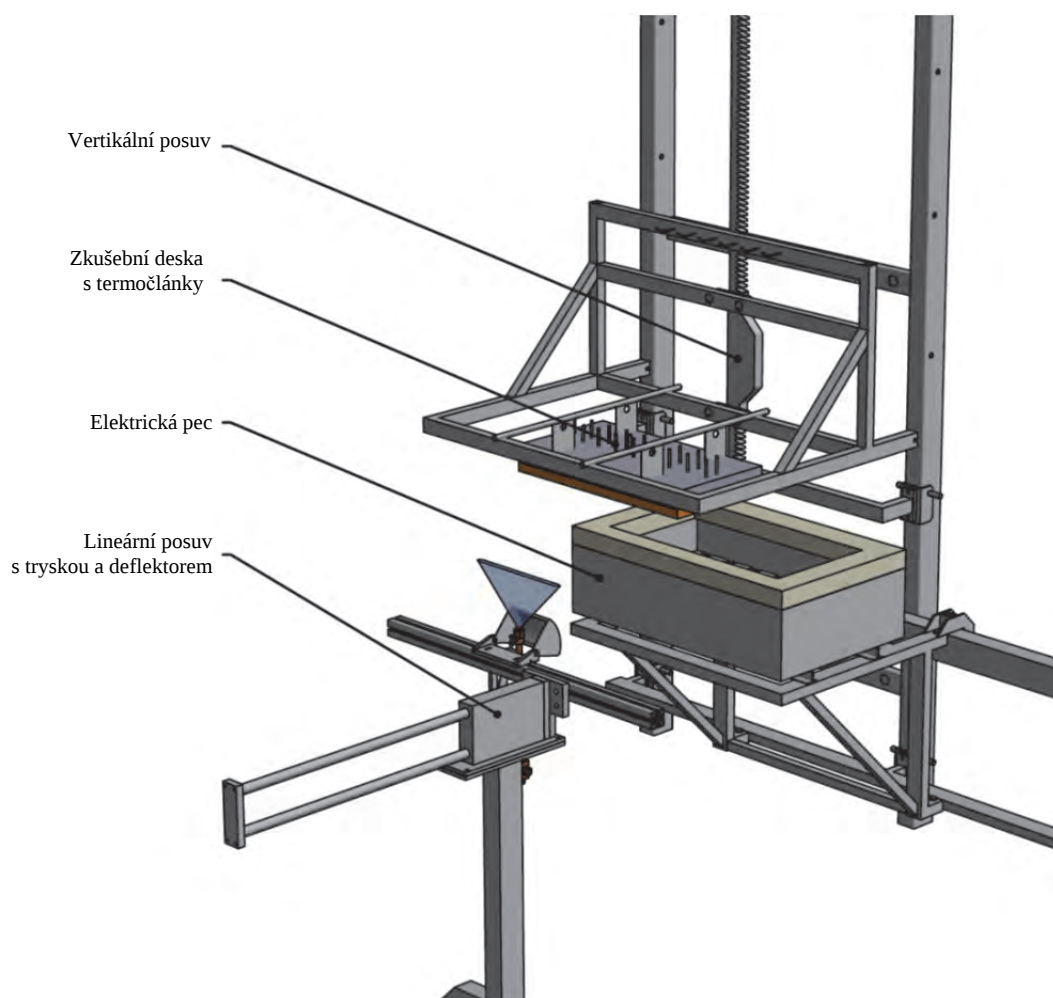
Popis experimentu

Laboratorní zařízení je schematicky zobrazeno na obr. 1. Testovaná tryska, nebo trysky, jsou umístěny pod měřicí deskou (počáteční teplota desky je 1250 °C). Pohyb trysek je zajištěn elektrickým motorem řízeným počítačem. Měřicí deska je vyrobena z austenitické oceli a osazena 18 termočlánky, které monitorují teplotní pole v těsné blízkosti chlazeného povrchu. Rozměry a polohy termočlánků jsou optimalizovány pro každou geometrii chlazení tak, aby bylo dosaženo dostatečného rozlišení potřebného pro přesný popis chladicích účinků trysek/trysky.

Elektrická pec je vsunuta pod zkušební desku s termočlánky. Deska je následně přesunuta do ohřívací pozice pomocí vertikálního posuvu a zahřívána na startovací teplotu (1250 °C). Jakmile je dosažena startovací teplota, deska je zvednuta do požadované vzdálenosti od trysky a je odsunuto topné těleso. Nastavení tlaků chladicího média je provedeno před experimentem, kdy je tryska krytá deflektorem. Poté je

tryska pomocí lineárního pojezdu nastavena do chladicí pozice. Po otevření pneumatického deflektoru začne tryska chladit experimentální desku a jsou proměřovány chladicí charakteristiky trysky pro nastavenou geometrii, rychlost pohybu a pro dané průtokové charakteristiky. Tryska se pohybuje zvolenou rychlostí, většinou totožnou s provozními podmínkami kontinuálního odlévání. Po průjezdu desky se tryska vrací se zavřeným deflektorem v opačném směru. Celý proces se opakuje, dokud není celá deska zchlazena na předepsanou teplotu. Proces zahřívání a chlazení je monitorován měřicím systémem.

Záznamy o průběhu teplot v termočláncích a informace o pozici trysky vzhledem k desce jsou ukládány do počítače pro další zpracování. Změřené hodnoty jsou použity jako vstupní informace pro inverzní úlohu vedení tepla [1] [2], která s využitím akcelerace výpočtů na grafických kartách [3] rekonstruuje původní okrajové podmínky přenosu tepla během experimentu. Pomocí inverzní úlohy jsou vypočítány průběhy povrchových teplot (T_s) na experimentální desce a součinitelé přestupu tepla (HTC – Heat Transfer Coefficient).

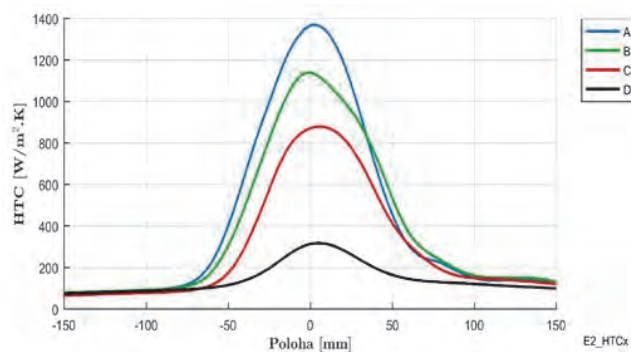
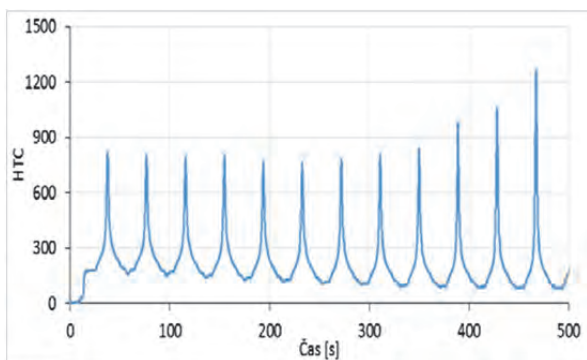


Obr. 1 Hlavní části experimentálního zařízení pro měření chladicích účinků trysek

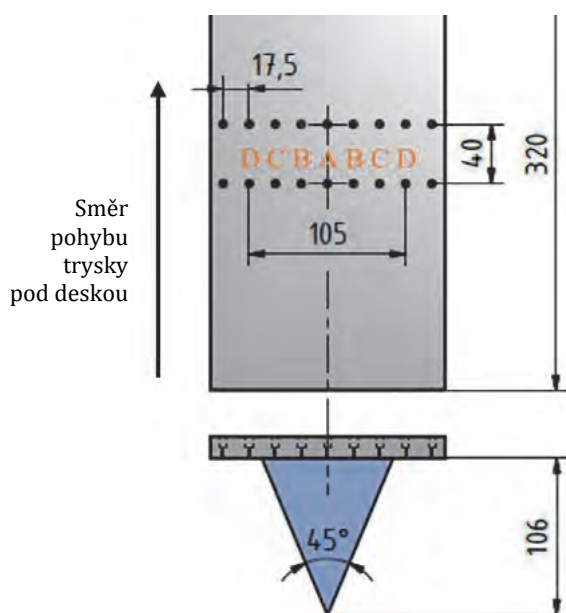
Měření součinitele přestupu tepla

Primárním výstupem inverzní úlohy jsou hodnoty součinitele přestupu tepla HTC v místech termočlánků v závislosti na čase (obr. 2). Statistickým zpracováním vícenásobných průjezdů trysky pod deskou je časová závislost převedena na závislost HTC na poloze v jednotlivých řezech A–D (obr. 3). Vzhledem k závislosti

HTC na teplotě jsou průběhy HTC na poloze trysky vytvořeny pro dva teplotní intervaly. První oblast nazvěme vysokoteplotní chlazení, kdy parní vrstva na povrchu desky zabraňuje přímému styku chladicí vody s deskou. Ve druhé oblasti je tato parní vrstva prorážena a chlazení se stává velmi intenzivním. Hodnota HTC může vzrůst až na desetinásobek hodnoty dosažené ve vysokoteplotní oblasti.



Obr. 2 Součinitel přestupu tepla v místech termočlanků v závislosti na čase (vlevo) a výsledný statistický zpracovaný průběh součinitele přestupu tepla v jednotlivých řezech experimentální desky (vpravo)



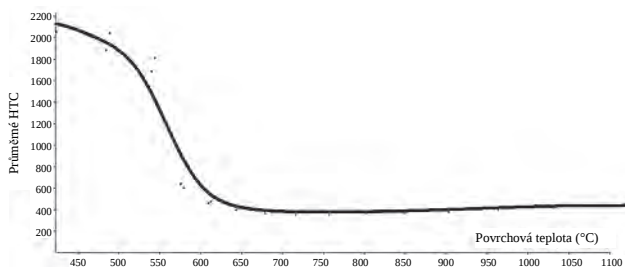
Obr. 3 Schéma měřicí desky a poloha jednotlivých řezů A–D

V následujících grafech jsou prezentovány výsledky měření intenzity chlazení pro plochou trysku.

Experimentální deska o rozměrech 160×320×20 mm byla ohřata na teplotu 1230 °C a podrobena chladícím účinkům ploché trysky. Fotografii z experimentu lze vidět na obr. 5. Z teplotních záznamů 18 termočlanků byly vypočteny okrajové podmínky na desce ve formě součinitele přestupu tepla v závislosti na poloze (obr. 6) a teplotě (obr. 7) v řezech A–D. Obr. 8 ukazuje rozložení součinitele přestupu tepla na experimentální desce ve vysokoteplotní oblasti ve formě 3D grafu.

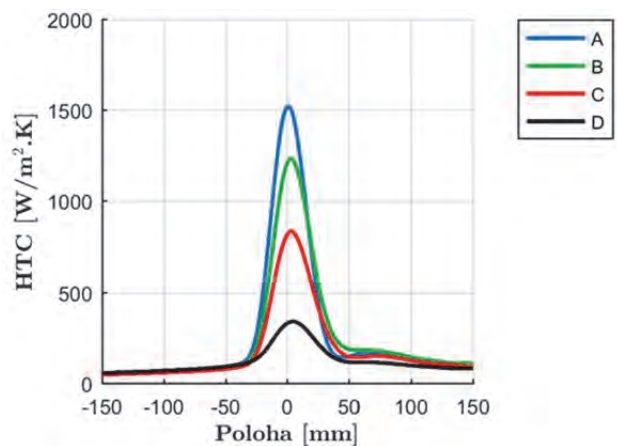


Obr. 5 Plochá tryska: ukázka z průběhu měření

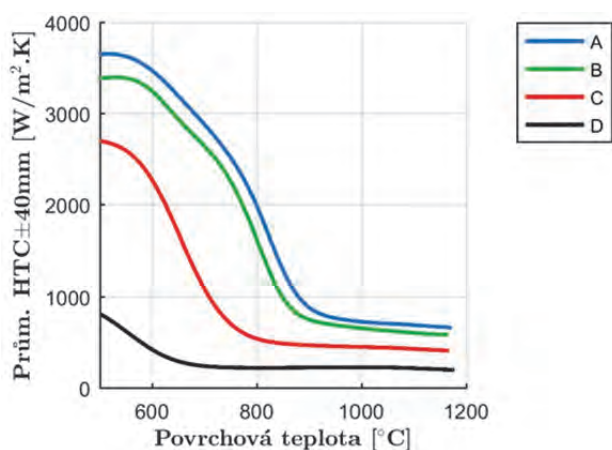


Obr. 4 Závislost průměrné hodnoty součinitele přestupu tepla na povrchové teplotě

Křivky závislosti průměrné hodnoty HTC na povrchové teplotě ukazují vliv povrchové teploty na intenzitu chlazení. Každý průjezd trysky pod experimentální deskou je charakterizován průměrnou hodnotou HTC na zvoleném délkovém intervalu ve směru pohybu trysky symetricky umístěné kolem osy trysky. Této hodnotě je přiřazena povrchová teplota a vzniklé body v grafu jsou proloženy křivkou (obr. 4).

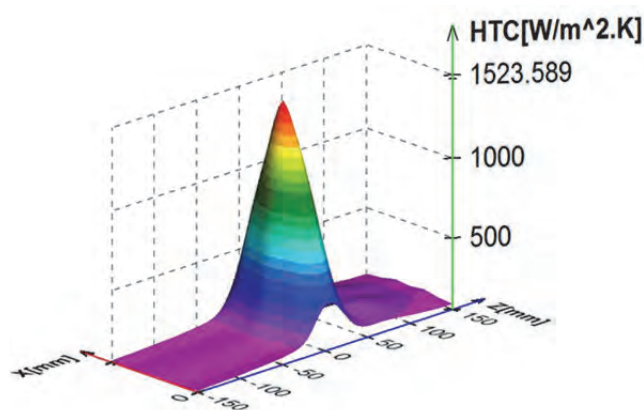


Obr. 6 Součinitel přestupu tepla v závislosti na poloze desky nad plochou tryskou v (teplotním intervalu 850 – 1230 °C



Obr. 7 Průměrný součinitel přestupu tepla ± 40 mm v závislosti na povrchové teplotě při chlazení plochou tryskou

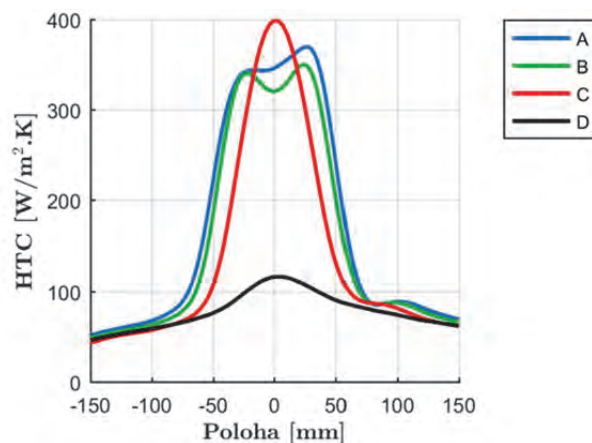
Výsledky pro kuželovou vodovzdušnou trysku (obr. 9) byly změřeny na stejné experimentální desce jako ploché trysky. Grafy přestupu tepla v závislosti na poloze (obr. 10) a na teplotě (obr. 11) v řezech A–D lze nalézt společně s rozložením součinitele přestupu tepla na experimentální desce ve vysokoteplotní oblasti ve formě 3D grafu (obr. 12).



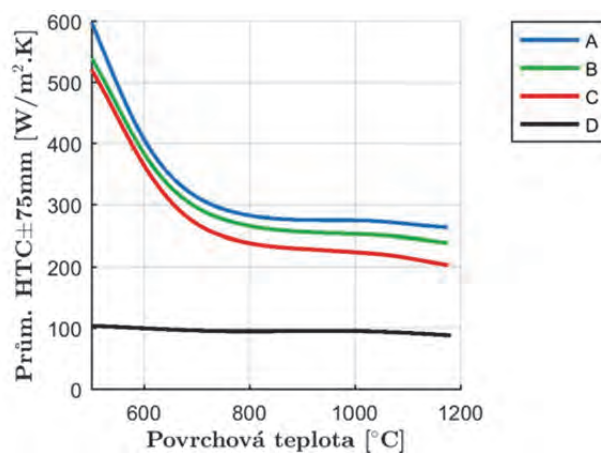
Obr. 8 3D zobrazení součinitele přestupu tepla na povrchu experimentální desky při chlazení plochou tryskou v teplotním intervalu 850 – 1230 °C



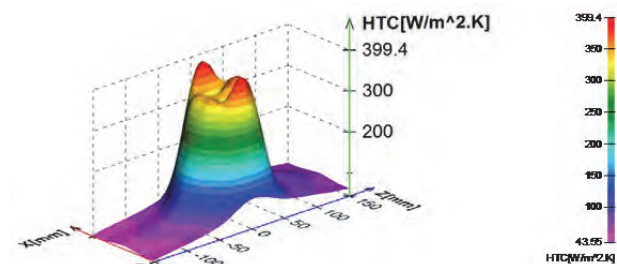
Obr. 9 Kuželová vodovzdušná tryska: ukázka z průběhu měření



Obr. 10 Součinitel přestupu tepla v závislosti na poloze desky nad kuželovou vodovzdušnou tryskou v teplotním intervalu 850 – 1230 °C)



Obr. 11 Průměrný součinitel přestupu tepla ± 75 mm v závislosti na povrchové teplotě při chlazení kuželovou vodovzdušnou tryskou



Obr. 12 3D zobrazení součinitele přestupu tepla na povrchu experimentální desky při chlazení kuželovou vodovzdušnou tryskou v teplotním intervalu 850 – 1230 °C

Závěr

Závislost součinitele přestupu tepla na poloze chladicí trysky vůči chlazenému objektu a na teplotě chlazeného objektu je možné využít pro porovnání účinnosti chlazení různých druhů trysek. Dále je možné znalost součinitele přestupu tepla využít k optimalizaci parametrů chlazení, jako je geometrie ostříku, typ a geometrie použitých trysek,

průtokové charakteristiky apod. Důležitým parametrem je rovnoměrnost chlazení, hlavně pak v problematických oblastech překrývání trysek [4]. Koeficient přestupu tepla lze použít jako okrajovou podmínku při výpočtech a simulacích chladnutí [5] [6] [7] [8], např. v programu ProCAST.

Literatura

- [1] POHANKA, M., KOTRBÁČEK, P., Design of cooling units for heat treatment. In Heat treatment conventional and applications. In Tech. Rijeka, Croatia: InTech, 2012. s. 1-20. ISBN: 978-953-51-0768- 2.
- [2] KOMÍNEK, J., POHANKA, M., Estimation of the Number of Forward Time Steps for the Sequential Beck Approach Used for Solving Inverse Heat Conduction Problems. Materiali in tehnologije, 2016, roč. 50, č. 2, s. 207-210. ISSN: 1580-2949.
- [3] POHANKA, M., ONDROUŠKOVÁ, J., Implicit numerical multidimensional heat- conduction algorithm parallelization and acceleration on a graphics card. Materiali in tehnologije, 2016, roč. 50, č. 2, s. 183-187. ISSN: 1580-2949.
- [4] KOTRBÁČEK, P., HORSKÝ, J., BOHÁČEK, J., VÁLEK, L., ZAJÍČEK, I. Modification of Billet Continuous Casting Machine from Square to Round Geometry. In *The 6th European Conference on Continuous Casting 2008*, Riccione, Italy, June 3-6, 2008, ISBN 88-85298-65-6.
- [5] ONDREJKOVIČ, K., BUČEK, P., HULKÓ, G., Utilizing Industry-oriented Finite Element Codes in the Design of Virtual Steel Mill Concept, IFAC-PapersOnLine, 2018, 51(21), 313–316.
- [6] KLIMES, L., STETINA, J., BUČEK, P., Impact of casting speed on the temperature field of continuously cast steel billets, Materiali in Tehnologije, 2013, 47(4), 507–513.
- [7] TKADLEČKOVÁ, M., VÁLEK, L., SOCHA, L., SATERNUS, M., PIEPRZYCA, J., MERDER, T., MICHALEK, K., KOVÁČ, M., Study of solidification of continuously cast steel round billets using numerical modeling, Archives of Metallurgy and Materials, 2016, 61(1), pp. 221-226.
- [8] TKADLEČKOVÁ, M., MICHALEK, K., VÁLEK, L., KOVÁČ, M., SMETANA, B., ŽALUDOVÁ, M., ZLÁ, S., DOBROVSKÁ, J., 2014. Numerical modelling of solidification of continuously cast steel billets of round format with a diameter of 130 MM, METAL 2014 - 23rd International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings 2014, pp. 27-32.



Veletrh HANNOVER MESSE představí průkopnickou práci v průmyslu

Hannover. Od 1. do 5. dubna 2019 bude na veletrhu HANNOVER MESSE přehlídka Research & Technology v hale č. 2 místem, kde se setká věda, vývoj a transfer technologií. Budou zde vystavovat vědecké instituce, zavedené podniky a startupy. V rámci hlavního tématu „Integrated Industry - Industrial Intelligence“ představí průkopnickou práci v oblastech umělé inteligence, spolupráce člověka a stroje, inteligentní řešení pro energetiku, elektrická mobilita a bionika.

„Research & Technology“ je jediný světový meziodvětvový veletrh věnovaný výzkumu“, říká Olaf Daebler, Global Director Research & Technology ve veletržní správě Deutsche Messe. „Protože tato meziodvětvová přehlídka představuje průřez veletrhem HANNOVER MESSE, umožňuje přístup k mnoha branžím a průmyslovým sítím, ve kterých vědci a vývojáři objevují nové, možná nezvyklé oblasti využití svých aplikací.“

Součástí doprovodného programu jsou večerní akce Night of Innovations, fóra Tech Transfer, probíhající každý den, přehlídka SCIENCE|SQUARE a Young Engineers Day, který na čtvrtek společně připravují veletržní správa Deutsche Messe a Verein Deutscher Ingenieure (VDI). ‘Karrieretag’, den věnovaný profesním možnostem mladých inženýrů a studentů technických oborů, bude sestávat z individuálních prohlídek, odborných referátů a workshopů. Kromě informací o pracovních možnostech poskytne akce možnost přímého kontaktu s případnými zaměstnavateli. Den bude zakončen večerní akcí Young Engineers Night .

Fórum Tech Transfer se zaměří především na management inovací a technologický transfer. Účastníci fóra zde mohou potkat své nové partnery pro případnou kooperaci. Témata fóra zahrnují bateriové technologie, bioniku a odlehčené materiály, aditivní výrobu, energetickou účinnost a startupy, malé a středně velké podniky a Práci 4.0. V rámci přehlídky SCIENCE|SQUARE představí sedm spolkových zemí své inovace a nejnovější výsledky vědecké práce, produkty a služby.

- z tiskové zprávy -

Ze spolkového života a odborných akcí

Brno hostilo 55. slévárenské dny

Ve dnech 13. a 14. listopadu 2018 v hotelu Avanti v Brně se uskutečnila jubilejní slévárenská sešlost s doprovodnou výstavou. Tuto akci tradičně organizuje Česká slévárenská společnost (ČSS), z.s. se svým spolupředatelem – Ústavem strojírenské technologie FSI VUT Brno. Studenti VUT vždy pomáhají při její organizaci.

Letošního ročníku se zúčastnilo 302 posluchačů (z toho 17 ze zahraničí) ze 108 organizací a 39 studentů. Vystavovatelů bylo celkově 21. Tyto počty jsou nejvyšší v historii pořádání tohoto pravidelného setkávání. Odborným garantem byl jako v minulých ročnících doc. Ing. Jaromír Roučka, CSc. a organizaci opět zařídil doc. Ing. Antonín Záděra, Ph.D., oba z Ústavu strojírenské technologie FSI VUT Brno.

Akce přilákala také k vystoupení zajímavé odborné autority. Jmenujme alespoň prof. Ing. Ivana Křupku, Ph.D. z VUT Brno a generálního ředitele Žďasu, a.s. Ing. Pavla Cesneka. Večerního společenského setkání se zúčastnil také náměstek ministra strojírenství a obchodu Ing. Eduard Muřický. Toto největší setkání českých sléváčů za účasti zahraničních kolegů sponzorsky podpořilo celkem 12 domácích institucí.

Úvodní dopolední jednání bylo tradičně vedeno v plenární sekci. V úvodu odezněla přednáška Svazu sléváren ČR zaměřená na současný stav a vývoj slévárenské výroby v ČR. Prezentace se letos úspěšně zhostil viceprezident svazu Ing. František Krystoň. Následovalo, také již tradičně, vystoupení RNDr. Pavla Sobíška, hlavního ekonoma UniCredit Bank Czech Republic and Slovakia, a.s., s velice aktuálním příspěvkem „Ekonomická stagnace v Evropě – ozvěny minulé krize nebo nová norma?“. Poté si účastníci vyslechli vysoce podnětný příspěvek Ing. Pavla Gamana zaměřený na elektromobilitu a její dopady na slévárenství.

Následovalo jednání v šesti sekcích, jež probíhalo vždy ve dvou současně. To umožnilo, aby posluchači mohli přecházet z jednoho sálu do druhého a vyslechnout si pro sebe zajímavý příspěvek.

Odpoledne po úvodních přednáškách probíhalo setkání Odborné komise ekonomické (Blok A) za řízení doc. Ing. Václava Kafky, CSc., Miroslava Herzána a Hany Jelínkové a Odborné komise formovacích hmot (Blok B), které uváděl Ing. Jiří Pazderka a Ing. Jiří Beňo, Ph.D.

Ve večerních hodinách prvního dne se sléváči setkali na společenském večeru. Tam diskutovali nejen o společenských záležitostech, ale zcela neformálně i o problémech, na které v sekcích nevyšel čas.

Druhý den jednání otevírala Odborná komise technologická (Blok C) pod vedením Ing. Vladimíra Krutiše, Ph.D. spolu s vedením sekce neželezných kovů, slitin a ekologie (Blok D) moderovanou doc. Ing. Petrem Lichým, Ph.D. a Ing. Ivo Lánou, Ph.D. Odpoledne pokračovalo jednání Odborné komise metalurgie oceli na odlitky a ingoty (Blok E), kde předsedu komise Ing. Martina Balcara, Ph.D. v řízení zastoupili druzí členové Akomise. Ve druhém sále současně doc. Ing. Jiří Hampl, Ph.D. s doc. Ing. Antonínem Moresem, CSc. mode-



Pohled do jednacího sálu plenární sekce

rovali sekci metalurgie litin (Blok F). Návštěvníci jednotlivých bloků obdrželi přehledné a vkusně upravené sborníky přednášek [1 – 6]. Účastníci obdrželi CD rom se všemi příspěvky 55. slévárenských dnů. Letošní setkání slévačů se vskutku mimořádně vydařilo. Detailní program 55. slévárenských dnů uvádí časopis Slévárenství, č. 9 – 10, s. 410 – 411.

Za úspěšný průběh je třeba v prvé řadě poděkovat oběma garantům – doc. Roučkovi a doc. Záděrovi. Dále těm, kteří se podíleli na organizaci, a to od studentům VUT Brno, dobře fungující konferenční recepci a i hotelovému personálu. Přesto je třeba jmenovat osobu, která stojí skromně trochu v pozadí, ale bez níž by setkání neproběhlo tak hladce. Tou je tajemník ČSS Mgr. František Urbánek. Při hodnocení setkání slévačů v Brně nelze nevyslovit dík všem přednášejícím a zejména předsedům Odborných komisí, kteří zajistili veškeré prezentace a úspěšně moderovali své sekce. A Zvláštní uznání lze vyslovit pozvaným autorům vyžádaných přednášek, kteří se účastníky setkání seznámili se svým (externím) stanoviskem k současným problémům slévárenství. Pochopitelně je třeba vyzdvihnout sponzory, vystavovatele a všechny účastníky, kteří se dostavili.

Za pořadatele akce zdraví všechny české slévače a jejich spolupracovníky z příbuzných oborů i zahraniční partnery a těší se na 56. sněmování slévačů v listopadu 2019 v hotelu Avanti v Brně

doc. Ing. Václav Kafka, CSc.

Literatura

- [1] In 55. Slévárenské dny, Blok A – sekce ekonomická. Česká slévárenská společnost, z.s., Brno, 2018, 80 s. ISBN 978-80-02-02828-4, ISBN 978-80-02-02827-7.
- [2] In 55. Slévárenské dny, Blok B – sekce formovací materiály. Česká slévárenská společnost, z.s., Brno, 2018, 66 s. ISBN 978-80-02-02829-1, ISBN 978-80-02-02828-4, ISBN 978-80-02-02827-7.
- [3] In 55. Slévárenské dny, Blok C – sekce technologická. Česká slévárenská společnost, z.s., Brno, 44 s. 2018, ISBN 978-80-02-02830-7, ISBN 978-80-02-02829-1, ISBN 978-80-02-02828-4, ISBN 978-80-02-02827-7.
- [4] In 55. Slévárenské dny, Blok D – sekce neželezných kovů, slitin a ekologie. Česká slévárenská společnost, z.s., Brno, 83 s. 2018, ISBN 978-80-02-02831-4, ISBN 978-80-02-02830-7, ISBN 978-80-02-02829-1, ISBN 978-80-02-02828-4, ISBN 978-80-02-02827-7.
- [5] In 55. Slévárenské dny, Blok E – sekce metalurgie oceli na odlitky a ingoty. Česká slévárenská společnost, z.s., Brno, 2018, 66 s. ISBN 978-80-02-02832-1, ISBN 978-80-02-02831-4, ISBN 978-80-02-02830-7, ISBN 978-80-02-02829-1, ISBN 978-80-02-02828-4, ISBN 978-80-02-02827-7.
- [6] In 55. Slévárenské dny, Blok F – sekce metalurgie litin. Česká slévárenská společnost, z.s., Brno, 2018, 68 s. ISBN 978-80-02-02833-8, ISBN 978-80-02-02832-1, ISBN 978-80-02-02831-4, ISBN 978-80-02-02830-7, ISBN 978-80-02-02829-1, ISBN 978-80-02-02828-4, ISBN 978-80-02-02827-7.

Česká hutnická společnost je členem elitního sdružení

V roce 2006 bylo založeno sdružení The International Society of Steel Institutes (ISSI), jehož cílem byla a je podpora spolupráce mezi národními institucemi a společnostmi, které jsou zapojeny do podpory znalostí a vědomostí v oblasti výroby surového železa a oceli, užití oceli a její vlastnosti. Jedním z hlavních iniciátorů a lídrů tohoto sdružení je německá hutnická společnost VDEh. Česká hutnická společnost, z. s. (ČHS) je jedním ze zakládajících členů ISSI. V současné době sdružuje ISSI 18 odborných hutnických společností z celého světa. (Více informací na www.issisteel.org.)

Zástupci jednotlivých společností ISSI se jednou ročně scházejí, aby projednali a sestavili kalendář evropských a mezinárodních hutnických konferencí. V loňském roce se konalo zasedání ISSI 7. listopadu v Düsseldorfu, kterého se zúčastnil místopředseda ČHS Jaroslav Pindor. Zasedání ISSI má svůj ustálený řád a jedním z principů fungování sdružení ISSI je vzájemná podpora při organizování odborných konferencí. Jednou ze zásad organizování konferencí je, že se tato konference musí konat pokaždé v jiné zemi a je dána dvou až tříletá perioda její organizace. Při diskuzi na toto téma účastníci zasedání ISSI narazili na nařízení GDPR – ochrana osobních údajů. Účastníci zasedání ISSI se shodli na tom, že organizátor konference si musí vyžádat po účastníkovi konference souhlas se zpracováním jeho osobních údajů. Většinou se jedná o jméno, příjmení, název zaměstnavatele, emailový, případně telefonický kontakt.

V další fázi jednání byli účastníci informováni o konferencích uskutečněných od posledního zasedání. Zástupci národních společností informovali o místu konání konference, počtu účastníků a zemi a počtu přednášek a posterů.

Zasedání projednalo také spolupráci při koordinaci hlavních evropských a mezinárodních konferencí. V následujících letech se budou konat tyto hlavní evropské konference:

- European Coke and Ironmaking Congress, 2021, Düsseldorf, Německo,
- European Oxygen Steelmaking Conference, 2021, Düsseldorf, Německo,
- European Electric Arc Furnance Conference, 2020, Sheffield, Velká Británie,
- European continuous Casting Conference, 2020, Roma, Itálie,
- European Stainless Steel Congress, Science and Market, 2019, Graz, Rakousko,
- European Conference Expo and Duplex, , 2019, Graz, Rakousko,
- Clean Technologies in the Steel Industry, 2021, Düsseldorf, Německo.

Mezinárodní konference:

- International Conference a Science and Technology of Ironmaking, 2021, Düsseldorf, Německo,
- International Congress on Science and Techology in Stellmaking, 2021, USA,
- International Conference on Modelling and Simulation of Metellurgical Processes in Steelmaking, 2021, Leoben, Rakousko,
- International Rolling Conference, 2019, Brazílie,
- International konference on Thermo mechanical Processing of Steel, 2020, Čína,
- GALVATECH, 2020, Vienna, Rakousko,
- Automotive Steel International Conference, 2020, Jižní Korea,
- International Conference on Ingot Casting, Rolling and Forging, 2020, Pittsburg, USA,
- International Forgemasters Meeting, 2020, Chengu, Čína,
- International Conference on Energy and Material Efficiency and CO2 Reduction in Steel Industry, 2020, Brazílie,
- International Conference Small Sample Test Techniques, 2020, Graz, Rakousko.

Do organizování odborných konferencí se aktivně zapojuje také Česká hutnická společnost. Založila konferenci International Conference on Modelling and Simulation of Metellurgical Processes in Steelmaking - „SteelSim“, která se zabývá využitím matematického modelování a numerické simulace v hutnictví včetně např. modelování vlastností ocelových výrobků. Poprvé se tato konference konala v roce 2005 v Brně a ČHS ji organizovala ještě jednou v roce 2013. Na zasedání ISSI bylo dohodnuto, že v roce 2025 bude tuto konferenci opět organizovat ČHS. Další konference, kterou založila ČHS a která se natrvalo zakotvila v kalendáři mezinárodních odborných konferencí, je International Conference Small Sample Test Techniques - „SSTT“ konaná v letech 2010 a 2012 v Ostravě. Tato konference se zabývala problematikou zkoušení malých vzorků, ze kterých lze stanovit vlastnosti oceli. V roce 2020 bude organizátorem této konference rakouský ASMET ve spolupráci s ČHS a v roce 2022 se bude konference konat v Ostravě a organizátorem bude ČHS spolu se společností MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. Za největší úspěch diplomacie ČHS lze považovat konferenci European Oxygen Steelmaking Conference (EOSC), jejíž 7. ročník se uskutečnila v roce 2014 v Trinci. (blíže na www.hutnickaspol.cz)

Na závěr zasedání ISSI zástupci jednotlivých společností informovali o situaci hutního průmyslu v jednotlivých členských zemích. Příští zasedání ISSI se uskuteční v listopadu 2019 v italském Milánu.

Jaroslav Pindor, místopředseda, Česká hutnická společnost, z. s.

Ze života škol

Osobnosti na Fakulte materiálov, metalurgie a recyklácie Technickej univerzity v Košiciach

Študenti, absolventi i zamestnanci Fakulty materiálov, metalurgie a recyklácie Technickej univerzity v Košiciach (FMMR), tiež predstavitelia ďalších univerzít a vedecko-výskumných spoločností zo Slovenska a zo zahraničia sa zišli 9. novembra 2018 v Košiciach na slávnostnej udalosti – fakultnom plese spojenom s tradičnou hutníckou slávnosťou Šacht'ák, teda prijímaním nových členov do hutníckeho cechu. Okrem akademikov sa na tomto podujatí zišli aj zástupcovia významných priemyselných partnerov a firiem, pre ktoré fakulta za 66 rokov svojej existencie vychovala viac ako 5900 absolventov a približne 560 doktorandov.

Celú slávnosť otvorila svojím príhovorom pani dekanka FMMR doc. Ing. Iveta Vasková, PhD. slovami: „Už celý jeden rok sme fakulta s novým názvom Fakulta materiálov, metalurgie a recyklácie. Prečo sme sa rozhodli pristúpiť k zmene názvu fakulty? Prečo sme zmenili názov fakulty, ktorá vychovala veľké množstvo kvalitných absolventov, ktorá dala svetu veľa vedeckých výsledkov, patentov, publikácií a inovačných podnetov pre prevádzkovú prax? Nie je ten najsilnejší, kto prežije, ani ten najinteligentnejší, ale ten, kto sa dokáže najlepšie prispôbiť. Máme svoju históriu, máme svoju budúcnosť a to, čo teraz potrebujeme, je vidieť príležitosti a využiť ich. Rada by som pri tejto príležitosti vyslovila nádej, že naša fakulta bude aj naďalej hrdo niesť vlajku šíriteľa vzdelanosti, bude vychovávať ďalšie a ďalšie generácie bakalárov, inžinierov a doktorandov a bude svedkom odborného formovania budúcich generácií našich potomkov.“

Novinkou tohtoročného plesu bolo odovzdávanie cien „Osobnosť FMMR“, ktoré získala Ing. Martina Dudová, PhD. „Veda, výskum a klinické štúdie posúvajú ľudstvo stále dopredu. Mojmým snom je pomôcť tomuto trendu v oblasti prírodnej kozmetiky“, hovorí zakladateľka značky prírodnej kozmetiky NAVIA, pri ktorej výrobe použila vedomosti v oblasti **environmentálnej chémie** získané na FMMR. Ocenená laureátka bola vyhodnotená aj ako Podnikateľka Slovenska 2017.

Ďalšou „Osobnosťou FMMR“ sa tento rok stal študent **Dávid Kuzmiak** ako víťaz kategórie ŽIVOTNÉ PROSTREDIE, ZELENÉ TECHNO-LÓGIE v rámci súťaže SLOVAK UNIVERSITY STARTUP CUP 2018. „V našom projekte ide o výrobu koncentráту na báze organických disperzných polymérov. Takisto chceme ponúknuť výskum a návrh technologického postupu pre našich budúcich zákazníkov ako aj výrobu a distribúciu špeciálne upravených **kaliacich nádob**“ popisuje Dávid Kuzmiak svoj podnikateľský zámer.

Cenu „Osobnosť FMMR“ si odniesla aj Ing. Bc. **Martina Hrubovčáková, PhD.**, ktorá je Študentskou osobnosťou Slovenska v kategórii hutníctvo, strojárstvo a energetika pre akademický rok 2016/2017. „Je to pre mňa o to cennejšie, že som v tejto kategórii uspela ako vôbec prvá žena a navyše som bola medzi ocenenými jedinou zástupkyňou z východného Slovenska,“ povedala nám Martina. Navyše v tomto ročníku bolo nominovaných takmer 90 mladých ľudí v 12 kategóriách, čo znamená, že sa jej podarilo obstať v mimoriadne silnej konkurencii.

Ďalšou „Osobnosťou FMMR“ pre tento rok sa stala doc. Ing. **Dana Baricová, PhD.**, ktorá si odniesla toto ocenenie za svoje pracovné výsledky a tiež reprezentáciu fakulty na Slovensku i v zahraničí.



Nositelia ocenenia „Osobnosť FMMR“ pre rok 2018, zľava: doc. Dana Baricová, PhD., Dávid Kuzmiak, Ing. Martina Dudová, PhD., Ing. Bc. Martina Hrubovčáková, PhD., v sprievode dekanke FMMR doc. Ivety Vaskovej, PhD. (vľavo) a rektora TU v Košiciach prof. Ing. Stanislava Kmeťa, CSc. (vpravo)

Tieto ocenenia sú dôkazom toho, že FMMR vychovala a stále vychováva absolventov, ktorí dokážu riešiť problémy zajtrajška.

- MH -

Šedesátiny prof. Ivo Schindlera

Dárek Dětskému domovu Úsměv ve Slezské Ostravě

Gratulanti, kteří přišli v říjnu 2018 popřát k šedesátinám profesoru Ivo Schindlerovi, vedoucímu katedry tváření materiálu na VŠB-Technické univerzitě Ostrava, byli oslavencem požádáni o mimořádný dárek: dobrovolný finanční příspěvek na dobročinné účely, nahrazující případné obligátní dárky. Zaměstnanci Fakulty materiálů-technologické (v té době ještě Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství) se složili na dar v celkové výši 20 tisíc Kč, který byl na základě darovací smlouvy zaslán Dětskému domovu Úsměv ve Slezské Ostravě. Peníze budou průběžně použity na nejrůznější odměny v soutěžích, na nákup výtvarných potřeb pro děti apod. Přispěje to ke zvýšení zájmu alespoň několika málo dětí o studium technických oborů v Ostravě?



Historie hutnictví

Rozvoj hutnictví v souvislosti s vývojem železnic

Část 2 – Složená kola

Ing. Ladislav Jílek, CSc.

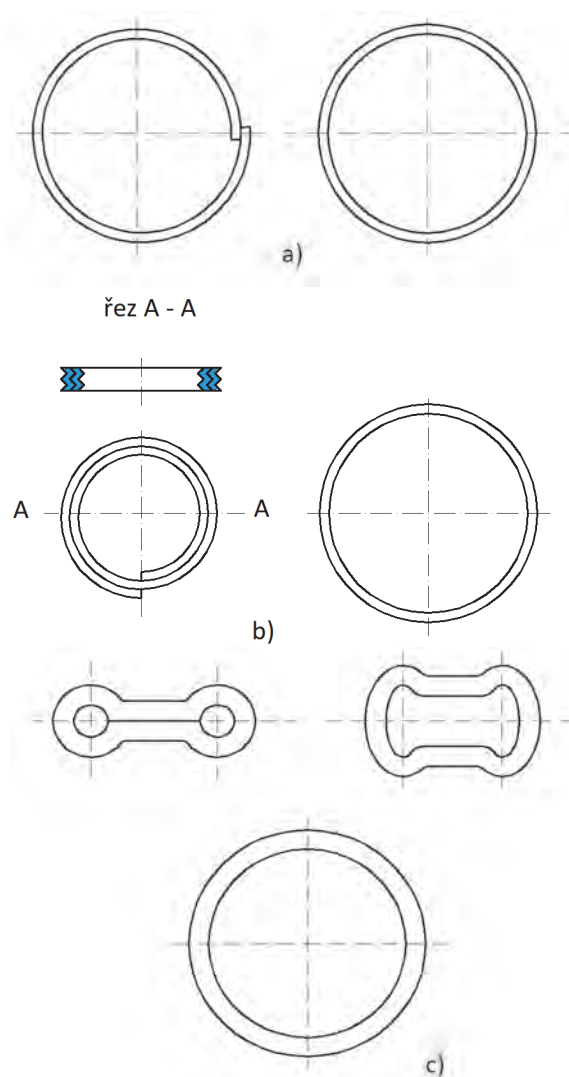
Svaz kováren České republiky, z.s., Ostrava, Česká republika

Prvá kola vozů v kolejové dopravě byla dřevěná a byla stažena železnou obručí. Pro malé dopravní rychlosti a pro menší vozy se uplatňovala i litinová kola, která však měla jen okrajový význam. V 1. části tohoto historického seriálu o rozvoji hutnictví v souvislosti s vývojem železniční dopravy (Hutnické listy, 71 (2018) 5, str. 23–25) bylo uvedeno, že již na počátku vývoje kolejové dopravy se používaly kolejničky ve tvaru žlábků a kola s hladkou obručí. Brzy se to však obrátilo. Kolejničky měly rovnou jízdní plochu a žlábek se vytvořil na kole a pak se začal používat neúplný žlábek. Tím vzniklo kolo s okolkem. S rostoucí hmotností vozů i přepravní rychlostí se upustilo od dřevěných kol s obručí a přešlo se na ocelová kola složená z disku a obruče.

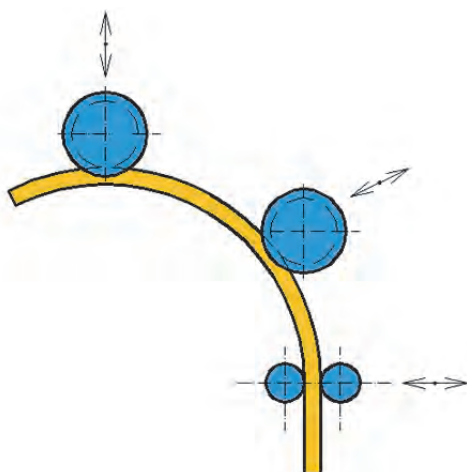
1. Vývoj výroby obručí

Obruče na kola zhotovovali – a dodnes zhotovují – kováři. Nejstarší používané technologie [1] jsou znázorněny na obr. 1.

Prvá kola kolejových vozidel měla obruče vyráběná obdobně jako obruče pro formanské vozy. Zkružovacím způsobem se ohnula se pásnice, její konce se přeložily a kovářským způsobem se svařily se v ohni (obr. 1a). Ovšem kovářský svar se ukázal jako slabé místo. Obruč se zde rychleji opotřebovávala a praskala. Byla proto zkoušena metoda, při níž se pásnice svinula do několika závitů spirály a pak se překovala (obr. 1b). Pro usnadnění spojení při překovávání se používal profilovaný pás, aby nedocházelo k sesmeknutí jednotlivých závitů vůči sobě, jak je znázorněno na příčném řezu na obr. 1b. K urychlení zkružování se začala využívat ohýbačka, jejíž princip je znázorněn na obr. 2. Pro zvýšení životnosti obručí se při výrobě používaly poměrně tlusté pásnice, které se obtížněji ohýbaly.

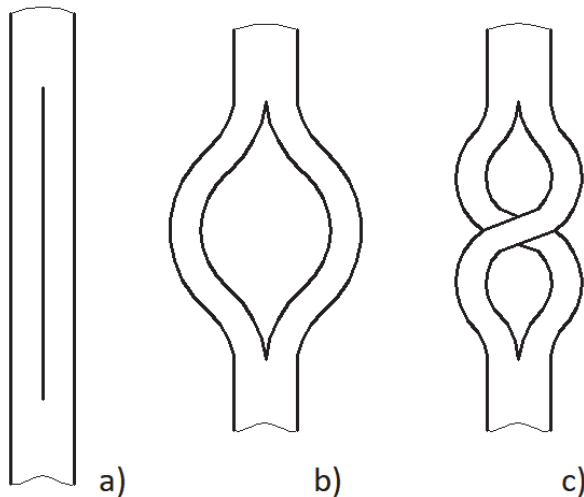


Obr. 1 Vývoj technologie výroby obručí železničních kol a) výroba obruče z pásnice kovářským svařováním, b) výroba vlnuté obruče, c) první postup výroby bezešvé obruče



Obr. 2 Ohýbačka pro výrobu obručí

I zde však v jednom místě vycházel na povrch svar. K odstranění tohoto slabého místa na obruči byl později v roce 1852 v Německu zaveden způsob výroby bezešvých obručí podle obr. 1c. [1]. Technologický postup byl poměrně složitý. Používal se předkovek tvaru piškotu, který se ve dvou místech na bucharu vyděroval, prosekl a postupně roztáhl až do žádaného kruhového tvaru. Tento postup byl převzat od uměleckých kovářů z výroby ozdobných mříží, plotů a jiných výrobků (obr. 3). Prvé dva kroky tohoto postupu byly zřejmě inspirací pro návrh kování celistvé obruče.

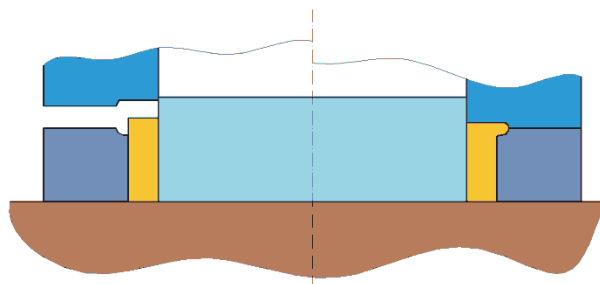


Obr. 3 Postup vytváření oka na tyči a) proseknutí, b) rozevření, c) zkroutení

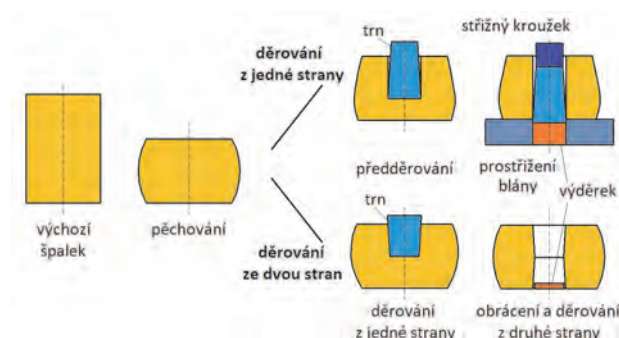
Již na počátku vývoje kolejové dopravy se začala používat kola s okolkem. Ten se při popsaných postupech výroby obručí vytvářel většinou v přípravcích, například v zápustce podle obr. 4.

Postup s děrováním dvou otvorů a prosekáváním byl zbytečně složitý. V roce 1866 začala u firma Cammel & Co. používat postup s děrováním pouze jednoho otvoru [1], který se prakticky používá dodnes. Stačí tak do polotovaru vyděrovat jeden otvor a vyděrovaný polotovar

rozkovat. Podle velikosti předkovku se děrovalo se z jedné strany nebo ze dvou stran, jak ukazuje obr. 5.

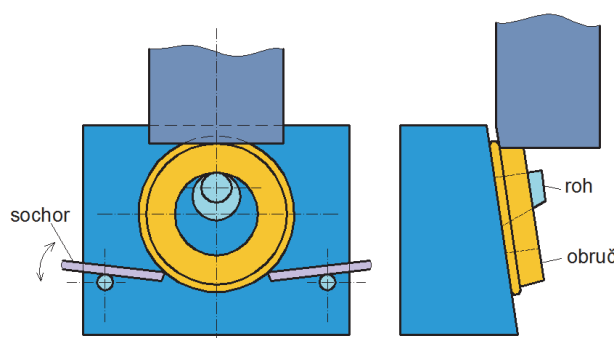


Obr. 4 Zápustka pro vytváření okolků



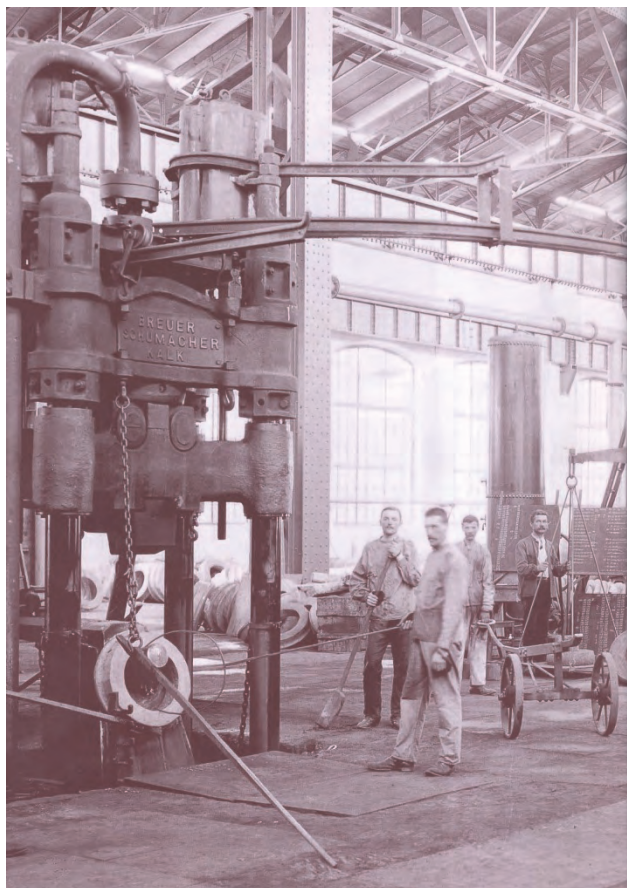
Obr. 5 Postup děrování z jedné a ze dvou stran

Rozkování se nejdříve provádělo na tzv. rohovém bucharu, jehož princip je znázorněn na obr. 6. Na boční stěně dolního kovádla je umístěn roh, na který se zavěsí děrovaný špalek. Ten se při kování se otáčí ručně pomocí dvou tyčí, které se opírají o čepy upevněné rovněž na boční stěně dolního kovádla. Proti sesunutí rozkovku byla boční stěna dolního kovádla mírně zešíkmena. Společným působením horního kovádla a rohu na dolním kovádle se děrovaný špalek rozkoval.

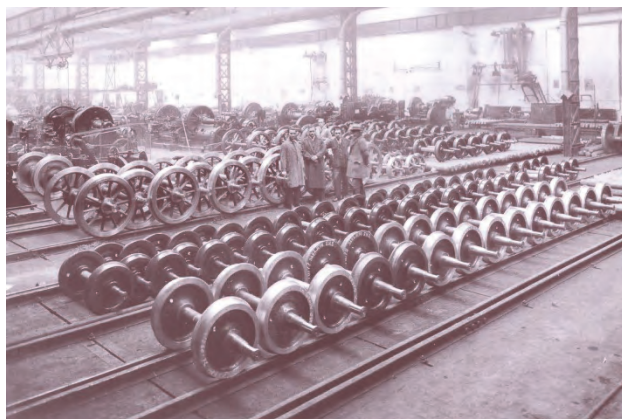


Obr. 6 Rozkování železniční obruče na rohovém bucharu

V kovárně Škoda v Plzni se rozkování provádělo na hydraulickém lisu, u něhož bylo instalováno stejné nářadí jako u rohového bucharu, jak ukazuje obr. 7. Je zde vidět, že převoz kovaného kusu mezi jednotlivými stroji byl ruční, jen pomocí dvoukolového vozíku a manipulačních tyčí zavěšených na kladce pojezdějící po kolejnici.



Obr. 7 Rozkování obruče na hydraulickém lisu v kovárně Škoda [2]



Obr. 8 Železniční dvojkolí ve Škoda Plzeň v r. 1928 [2]



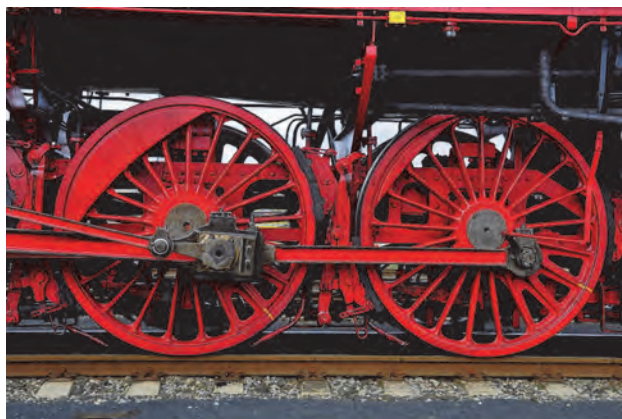
Obr. 9 Úzkorozchodná parní lokomotiva

2. Vývoj konstrukce kola

Kola se na nápravy montují tak, aby okolkem byl na vnitřní straně. Někteří konstruktéři na počátku železniční dopravy navrhovali řešení s okolkem na vnější straně. Zdůvodňovali to tím, že by vagony mohly mít rejdové nápravy, a železniční trať by tak mohla mít menší poloměry zatáček. Prosadilo se však řešení s vnitřním okolkem, pevné nápravy a jízdní plocha s mírným úkosem. Tato kombinace konstrukcí vede k tomu, že při jízdě do zatáčky jede vnější kolo po větším průměru, čímž se omezuje prokluz.

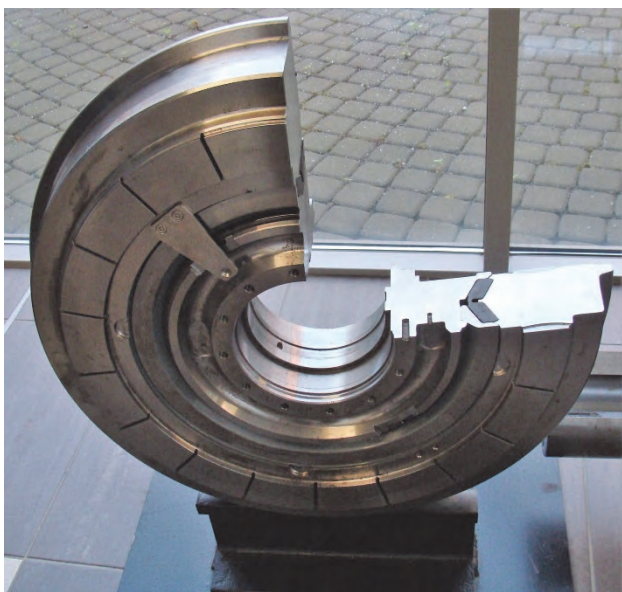
Brzy se ustálilo, že železniční kolo se skládá z disku a z válcované obruče. Disky pro kola menších průměrů se kovaly v zápustkách na bucharech, pro kola větších průměrů se odlévaly z oceli, jak je vidět na obr. 8. V popředí jsou dvojkolí pro úzkorozchodné tratě. Kola měla disky kované v zápustkách. V pozadí jsou dvojkolí pro kola normálního rozchodu. Tato kola mají paprskové disky z lité oceli. V první polovině 20. století bylo v provozu mnoho úzkorozchodných vozů. Používaly se pro vnitropodnikovou dopravu i na lokálních tratích. Úzkorozchodnou lokomotivu, která sloužila pro vnitropodnikovou dopravu, ukazuje obr. 9.

Tato lokomotiva má kola malého průměru. Kola mají disk z lité oceli a válcovanou obruč. Obruč se zhotovila rozválnáním kruhu na válcovačce a nakováním za tepla na disk Rychlíkové parní lokomotivy měly kola velkých průměrů. Rychlost pohybu pístu v parním válci totiž nebylo možné zvyšovat, takže se zvětšoval průměr kol. U nás se válcovaly obruče o průměru až 2500 mm. V menší míře se u lokomotiv používala i celistvá kola z lité oceli, jak je vidět na obr. 10.



Obr. 10 Kola z lité oceli u lokomotivy [3]

Dnes se u lokomotiv s dieselovým motorem a u elektrických lokomotiv používají kola o průměru okolo 1200 mm, u vagonů kola o průměru okolo 900 mm. V obou případech dnes převažují celistvá kola. Dnešní tramvaje používají kola o průměru okolo 500 mm. Tramvajové dráhy mají malý poloměr zatáčení a při jízdě vozu do zatáčky se ozývá nepříjemné skřípání. Proto jsou tramvajová kola opatřena vnitřní tlumicí vložkou, která toto skřípání eliminuje (obr. 11). Existuje však řada speciálních vozidel, která mají kola odlišného průměru. Například alpskými tunely se převážejí kamiony na speciálních nízkých vagonech. Tyto vagony mají kola o průměru okolo 600 mm.



Obr. 11 Řez tramvajovým kolem. Tmavé plošky jsou vložky pro tlumení vibrací.

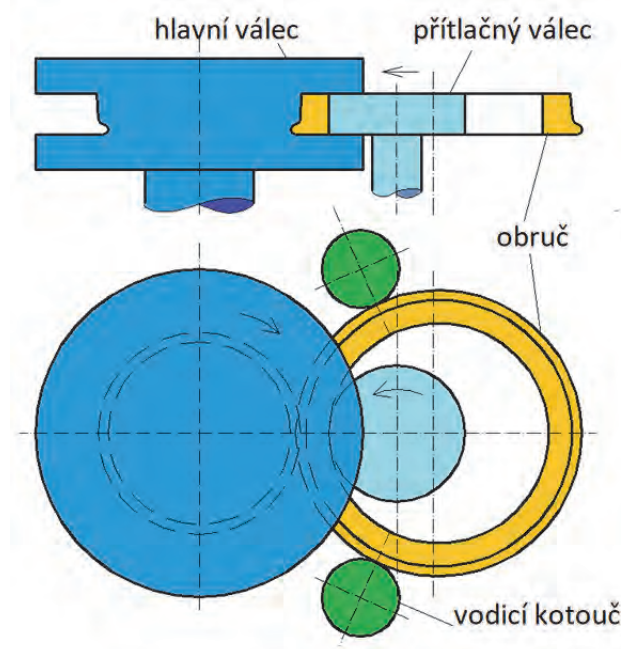
3. Válcování obručí

Obruče vykované na rohovém bucharu sice neměly kovářský svar, vyžadovaly však následné obrábění. Ve druhé polovině 19. století se začaly objevovat válcovačky obručí, které umožňovaly vyrábět mnohem přesnější obruče s malými nároky na obrábění. Šlo o radiální válcovačky, které byly zřejmě odvozeny z ohýbaček podle obr. 2. Schéma radiální válcovačky znázorňuje obr. 12. Hlavními tvářecími nástroji jsou dva válce, hlavní a přítlačný, a dva vodící kotouče. Hlavní válec je poháněn a je do něho vyříznut kalibr. Přítlačný válec je zatlačován do výřezu kalibru hydraulicky nebo elektromechanicky a otáčí se vlivem tření. Vodící kotouče zajišťují jednak kruhovitý tvar obruče a jednak její stabilitu ve válcovačce. Radiální válcovačky mají většinou válce uložené letmo, aby bylo usnadněno vkládání a vyjímání tvářeného materiálu.

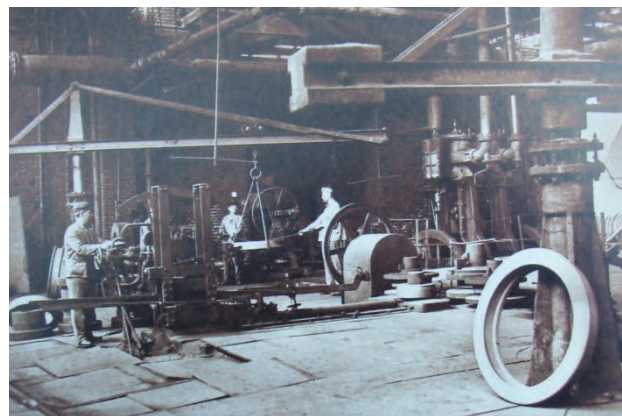
U nás tato válcovačka pracovala v kovárně Škoda Plzeň (obr. 13). Na konci 2. světové války byla zničena při bombardování. Ihned po válce Československo získalo v rámci reparací z Německa obdobnou válcovačku, která

byla instalována v kovárně Vítkovických železáren a která tam pracuje dodnes.

Na těchto válcovačkách se záhy začaly válcovat kroužky pro velká ložiska, polotovary pro výrobu ozubených věnců a mnoho dalších dílů především pro strojírenství a těžbu surovin.



Obr. 12 Schéma radiální válcovačky obručí

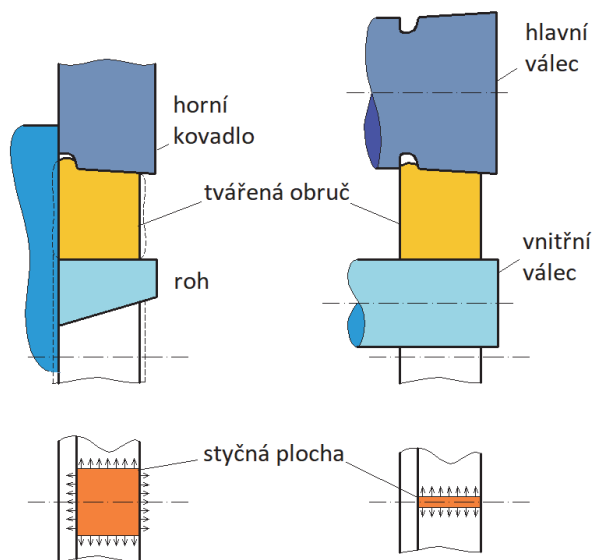


Obr. 13 Válcovačka obručí v kovárně Škoda [2]

Radiální válcovačka vyžaduje, aby se zhotovil předkovek, který má výšku stejnou, jako je požadovaná výška obruče, a aby na tomto předkovku byl okolek, jehož rozměry ovšem nemusí přesně odpovídat rozměrům okolku na hotové obruči. V minulosti se tyto předkovky zhotovovaly na rohovém bucharu nebo na kovacím lisu.

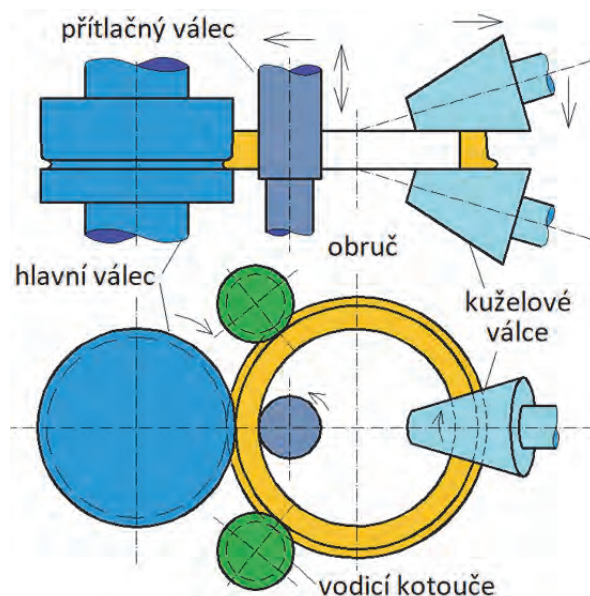
Pokud by se použil předkovek bez okolku, pak by se sice při válcování začal tvořit v kalibru předkovek, neměl by však potřebnou výšku. Vzniká otázka, proč se při kování na rohovém bucharu vytvoří dostatečně vysoký okolek

a při válcování nikoliv. Vysvětlení ukazuje obr. 14. Při kování na bucharu je styčná plocha velká, materiál teče všemi směry, dochází k většímu šíření a také k zaplňování vybrání pro okolek. Naproti tomu při válcování na radiální válcovačce je úběr na jednu otáčku válců malý, styčná plocha je velmi úzká a materiál teče v podélném směru. Zvětšuje se tedy průměr a vybrání pro výronek se zaplní jen částečně.

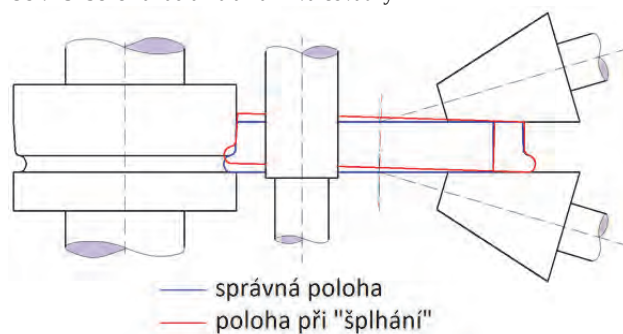


Obr. 14 Porovnání styčné plochy při kování na rohovém bucharu (vlevo) a při válcování na radiální válcovačce (vpravo)

Dnes se radiální válcovačky používají pro válcování kroužků malého průměru. Pro válcování obručí se dává přednost radiálně-axiální válcovačkám. Schéma takovéto válcovačky ukazuje obr. 15. Radiálně-axiální válcovačka má oproti radiální válcovačce navíc dva kuželové válce. Oba jsou poháněné a horní kuželový válec je navíc stavěcím zařízením tlačěn dolů. Tím se při válcování snižuje výška obruče. Axiální úběr se provádí v otevřeném kalibru. Kuželové válce se při válcování posunují také ve vodorovném směru, aby se jejich osa protínala s osou válcované obruče. Tím se zamezuje prokluzu mezi kuželovými válci a obručí. Při postupném zvětšování průměru válcované obruče během tváření se obruč dostává do styku s hlavním válcem, který má větší průměr. Rozvalek při narůstání průměru se na kuželových válcích posunuje směrem k základně kuželového válce, kde je větší obvodová rychlost. S hlavním válcem je ve styku od počátku do konce válcování. Otáčky kuželových válců se proto musí snižovat, aby obvodová rychlost v místě styku s obručí byla stejná jako obvodová rychlost axiálních válců. Z tohoto důvodu je řízení válcování na radiálně-axiální válcovačce náročné. Pokud není obvodová rychlost hlavního válce shodná s obvodovou rychlostí kuželového válce v místě styku s rozvalem, vznikají nežádoucí síly, které mohou vyvolat tzv. šplhání obruče (tyre climbing), které je znázorněno na obr. 16. Projeví se to zmenšením okolků a často i opačným úkosem jízdní plochy.



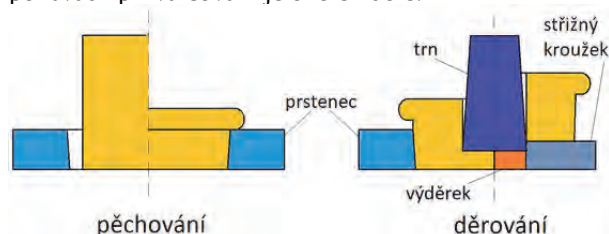
Obr. 15 Schéma radiálně-axiální válcovačky



Obr. 16 Schéma šplhání obruče při válcování

Nejnovější válcovačky obručí mají stavěné oba kuželové válce, nikoliv jen horní, jak je znázorněno na obr. 15. To omezuje vliv nežádoucích naklápěcích sil při válcování.

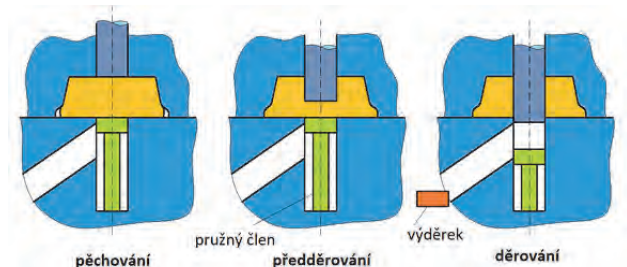
Jak bylo uvedeno výše, pro válcování je třeba tvarový předkovek s předkovaným okolcem. Dnes se předkovky pro válcování obručí kovou na hydraulických lisech. Dříve se předkovávalo na běžném kovacím lisu postupem znázorněným na obr. 17. Pěchuje se v prstenci vhodných rozměrů tak, že v horní části vzniká okolek. Postup vyžaduje tři zdvihy lisu a vkládání a vyjímání nástrojů a výděrek. Nevýhodou je, že předkovek se musí obracet, poněvadž při válcování je okolek dole.



Obr. 17 Jeden z postupů výroby tvarového předkovku pro válcování obruče na kovacím lisu

Na dnešních výkonných linkách se používají děrovací lisy různého provedení. Postup děrování na lise s pružným členem je znázorněn na obr. 18. Pěchuje se tvarovým

horním nástrojem, pak se provede předděrování trnem, který je vložen do horního nástroje a má vlastní pohon. Když trn dosáhne určité hloubky, uvolní se pružný člen skrytý v dolním nástroji. Tím dojde k prostřížení a výderek vypadne pod lis. Všechny úkony na sebe plynule navazují a nevyžadují žádnou manipulaci s nástroji. Doba pracovního cyklu se tak značně zkracuje.



Obr. 18 Postup děrování na děrovacím lisu s pružným členem.

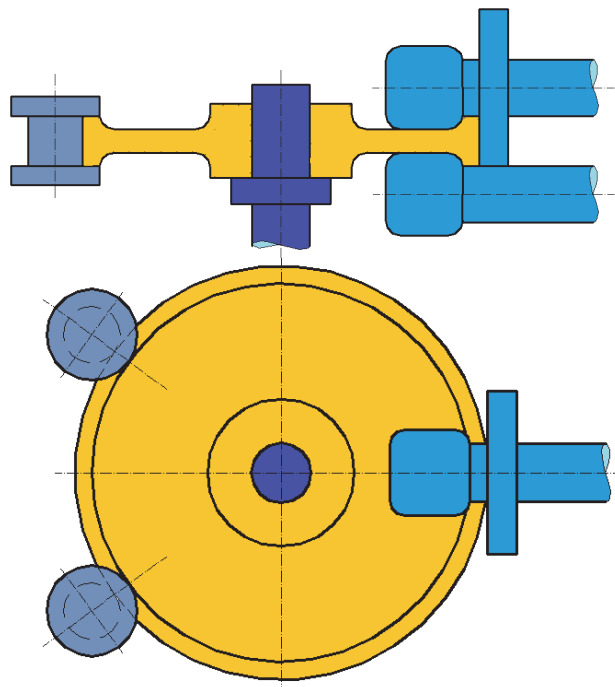
4. Výroba disků

Jak již bylo uvedeno, v 19. století se disky odlévaly z oceli a měly paprsky a ve 20. století se začaly používat ploché disky, které byly odlévané nebo tvářené. Příklad dnešního kola s plochým odlévaným diskem ukazuje obr. 19.

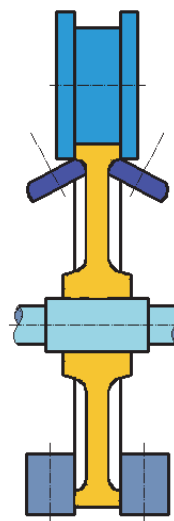


Obr. 19 Dvojkolí vymontované z lokomotivy; kola mají ploché disky z lité oceli

Postupně se však prosazovaly disky z tvářené oceli, která má lepší mechanické hodnoty než litá ocel, a dovoluje tudíž snížit hmotnost kol. Pro kola menších průměrů se kovou v zápustkách, pro větší průměry se válcují. Nejříve se využívaly vodorovné válcovačky podle obr. 20. Tloušťka desky se zmenšovala pomocí válců s rovnoběžnou osou a při válcování docházelo k prokluzu. Proto se přešlo na svislé válcovačky podle obr. 21, které ztenčují desku disku pomocí kuželových válců [4]. Kromě uvedených typů existují ještě další varianty.



Obr. 20 Horizontální válcovačka disků železničních kol



Obr. 21 Vertikální válcovačka disků železničních kol

Závěr

Výroba skládaných železničních kol probíhala po dobu delší než jedno století a je ukázkou uplatňování technických dovedností a celkového rozvoje techniky. Nedá se říci, že by byl vývoj výroby skládaných kol ukončen, i když dnes u vagonů i lokomotiv převažují celistvá kola.

Literatura

- [1] LIETZMANN, K. D., SCHLEGEL, J., HENSEL, A.: *Metallformung, Geschichte – Kunst – Technik*. Lipsko: VEB Deutsche Verlag für Grundstoffindustrie, 1987.
- [2] KRÁTKÝ, V., NOHAVCOVÁ, L., MAZNÝ, P.: *Kovárenství na Plzeňsku*. Plzeň: nakl. Starý most, 2009.
- [3] ŠIFRIN, M. Ju., SOLOMOVIČ, M. Ju.: *Proizvodstvo celokatanyh koles i bandažej*. Moskva: Metallurgizdat, 1954.

Společenská kronika

Odešel prof. Ing. Karel Matocha, CSc.

Dne 26. října 2018 v dopoledních hodinách se na chvíli zastavil čas. Stačilo stručné oznámení: „Pan Karel Matocha včera zemřel.“ Odešla uznávaná osobnost v oboru zkoušení materiálů a materiálového inženýrství, soudní znalec a garant metodiky nedestruktivních zkoušek materiálů.

Prof. Ing. Karel Matocha, CSc. se narodil v roce 1948 v Přerově, v roce 1972 ukončil vysokoškolské studium na fakultě jaderné a fyzikálně inženýrské (FJFI) v Praze obor stavba a vlastnosti materiálů. Vzápětí nastoupil do výzkumného ústavu Vítkovických železáren jako výzkumný pracovník zabývající se především hodnocením únavových a křehkolomových vlastností konstrukčních materiálů. Zde pod vedením akademičky Hyspecké a prof. Mazance prohluboval a rozšiřoval své znalosti a stal se vědeckým pracovníkem.

V roce 1987 obhájil kandidátskou disertační práci na VŠB Ostrava. Od roku 1990 se ve vedoucích pozicích podílel na vybudování laboratoře, která zajišťuje hodnocení nekonvenčních vlastností s vysokou konkurenční schopností jak v České republice, tak i v zahraničí.

V roce 1991 byl Krajským soudem v Ostravě jmenován soudním znalcem v oboru hutnictví, specializace mezní stavby kovových materiálů. V tomtéž roce byl zvolen předsedou sekce koroze v energetice Asociace korozních inženýrů a sekce II. NDT ASI.

V roce 2006 se profesor Matocha na VŠB–TU Ostrava habilitoval v oboru materiálové vědy a inženýrství a v roce 2011 byl ve stejném oboru jmenován profesorem. Od roku 2007 byl na částečný pracovní úvazek zaměstnán na katedře materiálového inženýrství na fakultě metalurgie a materiálového inženýrství. Byl zapojen do vzdělávání studentů ve všech akreditovaných formách studia: bakalářském, magisterském i doktorském. Profesor Karel Matocha, CSc. předával své bohaté odborné znalosti v oblastech mezních stavů materiálů, lomové mechaniky a zkoušení mechanických vlastností studentům v několika odborných předmětech, které jsou součástí studijních oborů progresivní technické materiály a jsou akreditovány v bakalářském i navazujícím magisterském studijním programu materiálové inženýrství. Byl také odborným garantem předmětů základy technické normalizace, design konstrukčních částí a jejich řízené stárnutí a speciální zkušební metody. Pod jeho vedením byla úspěšně obhájena také řada závěrečných kvalifikačních prací



v rámci studijního doktorského programu Materiálové vědy a inženýrství.

„S Karlem Matochou jsem prožil v těsném pracovním kontaktu téměř 25 let,“ vzpomíná Ladislav Kander, ředitel společnosti MMV. „Poprvé jsme se potkali v roce 1994, kdy mi bylo umožněno v rámci disertační práce provádět zkoušky lomové houževnatosti v útvaru Laboratoře, který tehdy vedl. První setkání, jak už to bývá, bylo poněkud rozpačité, ale už po necelém půlroce mi Karel Matocha nabídl po ukončení studia pracovní místo. V tomto období v letech 1994 až 2000 se Karel věnoval zejména nově vznikajícímu přístupu hodnocení lomového chování v tranzitní oblasti koncepci Master Curve. Podařilo se mu zapojit pracoviště do velkého Round-robinu, který pořádala MAAE.

Jeho hlavní doménou však byla únava a koroze ve vodním prostředí za zvýšeného tlaku a teploty, zejména odolnost vůči koroznímu praskání, ale také vliv vodního prostředí na kinetiku růstu trhlin, touto problematikou se v roce 2006 habilitoval jako docent.

Intenzivně se snažil poskytnout laboratořím špičkové přístrojové vybavení, zasloužil se o vybavení laboratoří autoklávem, který slouží dodnes.“

Profesor Karel Matocha byl špičkovým odborníkem v oboru korozního praskání, publikoval řadu článků a účastnil se řešení mnohých problémů, které vznikaly při provozu našich jaderných elektráren. V letech 1998 až 2009 stál za všemi projekty, které souvisely s hodnocením různých materiálových faktorů na iniciaci a stabilní růst

trhliny v materiálech používaných v jaderné energetice, pracoviště dovybavil pro měření elektrochemických zkoušek a polarizačních křivek a velmi výrazně přispíval k řešení aktuálních praktických problémů, které na elektrárnách vznikaly. Jako odborník respektovaný ruskými jadernými kolegy stál za realizací atestačního programu technologie výroby oceli 10GN2MFA ve společnosti VÍTKOVICE v letech 2008-2009.

Zhruba od roku 2008 se Karel Matocha zaměřil na problematiku penetračních testů a v průběhu posledních deseti let přispěl celou řadou článků k významnému posunu této speciální zkušební metody až do fáze přípravy evropské normy, která by měla vyjít příští rok. K metodě penetračních testů přispěl opět řadou odborných publikací a článků zabývajících se vlivy tuhosti, navrhl konfiguraci tělesa s vrubem a byl rovněž u zrodu interní metodiky hodnocení zbytkové životnosti kritických komponent společnosti ČEZ, a.s., která uvedenou metodu hodnocení takto implementovala.

V posledních letech svého působení ve společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM

s.r.o. se věnoval intenzivní mezinárodní spolupráci v oblasti SPT testů, zejména s East China University of Science and Technology v Šanghaji.

V rámci své dlouholeté praxe se orientoval zejména na praktické využití znalostí a poznatků na aplikovaný výzkum podložený precizně a kvalitně provedenými experimenty. Jako hlavní řešitel působil v celé řadě projektů poskytovaných různými donátory, při jejichž řešení se vždy orientoval na konkrétní praktický výstup a aplikační význam dosažených výsledků.

Na výčet všech aktivit a vzpomínek na profesora Karla Matochu pár řádků v časopise nestačí. Není možné poskládat mozaiku z nekonečného počtu drobných střípků, které zůstaly v paměti každého, kdo jej znal. Je však jisté, že celkový obraz na jeho osobu bude přezívat i po jeho odchodu

Čest jeho památce!

Vedení společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM

Poděkování za časopis Hutnické listy

Ani nejkrásnější nekrolog nikomu neprodlouží život, řekl kdysi klasik Imre Forbáth. Ale může být tím nejkrásnějším poděkováním za všechno, co pro nás člověk, se kterým se loučíme, udělal... Prof. Ing. Karel Matocha, CSc. se stal v roce 2008 spoluvlastníkem společnosti OCELOT, a tím se zasloužil o zachování časopisu Hutnické listy, kterému po šedesáti letech hrozil konec vydávání. Dalších 11 let pak působil v dozorčí radě společnosti, byl členem redakční rady a také autorem a recenzentem několika desítek odborných článků. Nejen svým profesionálním přístupem, zkušenostmi a poznatky z aplikovaného výzkumu, ale také tím správným patriotismem k hutnictví a stavovskou ctí se podílel na zvyšování obsahové kvality časopisu a snažil se o zařazení časopisu do mezinárodní databáze scopus.

Karel Matocha sice odešel, ale jeho odkaz zůstane už navždycky vytištěn právě na stránkách našeho časopisu. Pane profesore, děkujeme!

*Šárka Seidlerová,
vedoucí redaktorka časopisu Hutnické listy*



Z Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství se stala Fakulta materiálově-technologická.

Druhá nejstarší fakulta VŠB – Technické univerzity Ostrava nese od 23. října 2018 nový název. „Nové jméno fakulty by mělo lépe vyjádřit její současné zaměření,“ zdůvodňuje potřebu změny její děkanka prof. Jana Dobrovská. Původně Hutnická fakulta se skoro před třiceti lety přejmenovala na Fakultu metalurgie a materiálového inženýrství. Od této doby se však oborově rozrostla a tento název neodpovídal celé šíři jejího zaměření. Jako jediná z fakult VŠB-TUO se zabývá i technologiemi chemickými a nový název toto lépe vyjadřuje. I pro potenciální nové studenty by měl být pochopitelnější. „Studenti si u nás mohou vybrat z rozsáhlé nabídky studijních oborů. Technologie jdou v dnešní době rychle dopředu a my jsme součástí tohoto vývoje na úrovni základního výzkumu i při aplikacích v průmyslu,“ shrnuje podstatu fakulty její děkanka. Součástí fakulty je i unikátní pracoviště Regionální materiálově-technologické výzkumné centrum zaměřené na přípravu vysoce čistých materiálů, speciálních slitin, biomedicínských materiálů, vývoj materiálů pro vysokoteplotní aplikace a energetiku a dalších řešení materiálově technologické problematiky.

Změna názvu fakulty je poměrně náročný legislativní úkon. Jemu však ještě předcházela dlouhá diskuse uvnitř samotné akademické obce fakulty. Z více variant nakonec zvítězila právě Fakulta materiálově-technologická. Poté proběhlo schválení na akademickém senátu fakulty, později i na „velkém“ senátu univerzity a nakonec byla změna odsouhlasena i na MŠMT. Nový název fakulty tak nabyl platnosti dne 23. 10. 2018.



170 let tradice.

Jedinečnost v České republice.

Špičkové technologické zázemí pro výuku i výzkum.

Perspektivní studijní obory integrující technologie a inženýrství spolu s ekonomickými a ekologickými aspekty.

Možnost studia v zahraničí.

Spolupráce s průmyslem.

Možnost studia v oblastech:

**Materiálové inženýrství • Chemické a environmentální inženýrství
Ekonomika a řízení průmyslových systémů • Metalurgické
inženýrství**

Fakulta materiálově-technologická (FMT)

17. listopadu 2172/15

708 00 Ostrava-Poruba

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

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

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



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

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

