

ŽELEZARSKI ZBORNIK

VSEBINA

Stran

Zalar Bogdan, J. Wohinz,
A. Valant — Metalurški inštitut Ljubljana
PROBLEMATIKA UTRJEVANJA PIRITNIH
PELETOV PRI TEMPERATURAH PRAZENJA 109

Prešern Vasilij — Metalurški inštitut
Ljubljana
POGOJI NASTAJANJA IN IZLOCANJA OKSID-
NIH VKLJUČKOV IZ JEKLENE KOPELI . . . 117

Rodič Jože — Železarna Ravne
UPORABA RASTRSKE ELEKTRONSKE MI-
KROSKOPIJE PRI RAZISKAVAH LEDEBU-
RITNIH ORODNIH JEKEL 125

Rodič Jože — Železarna Ravne;
Vodopivec Franc, B. Ralič
Metalurški inštitut Ljubljana
PREISKAVE JEKLA C4850-OCR12 VM NA
ELEKTRONSKEM MIKROANALIZATORJU . 145

TEHNIČNE NOVICE

Pšeničnik Jože — Železarna Ravne
NOVO ORODNO JEKLO UTOP Mo4 ZA DELO
V VROCEM V PROIZVODNEM PROGRAMU
ZELEZARNE RAVNE 157

LETO 10 ŠT. 3 - 1976

ŽEZB BQ 10 (3) 109—160 (1976)

Vsebina

stran

Zalar Bogdan
J. Wohinz, A. Valant
**Problematika utrjevanja
piritnih peletov pri tem-
peraturah praženja** 109
UDK: 622.792
ASM/SLA: B15p, B16b

Prešern Vasilij
**Pogoji nastajanja in izlo-
čanja oksidnih vključ-
kov iz jeklene kopeli** 117
UDK: 621.746.62:620.18
ASM/SLA: M284, 9—69

Rodič Jože
**Uporaba rastrske elek-
tronske mikroskopije pri
raziskavah ledeburitnih
orodnih jekel** 125
UDK: 620.187:669.15.-194.58
ASM/SLA: TSh, M21e

Rodič Jože
Vodopivec Franc,
B. Ralič
**Preiskave jekla C.4850
OCR 12 VM na elektrons-
kem mikroanalizatorju** 145
UDK: 669.14.018.25;
669.15—196.58
ASM/SLA: M21e, TSh

Tehnične novice 157

Inhalt

Seite

Zalar Bogdan
J. Wohinz, A. Valant
**Problematik der Verfe-
stigung der Pyritpellets
bei den Rösttemperatu-
ren** 109
UDK: 622.792
ASM/SLA: B15p, B16b

Prešern Vasilij
**Bedingungen für die Ent-
stehung und Ausscheid-
ung oxydischer Ein-
schlüsse aus dem Stahl-
bad** 117
UDK: 621.746.62:620.18
ASM/SLA: M284, 9—69

Rodič Jože
**Die Anwendung der Ra-
sterelektronenmikrosko-
pio bei den Untersu-
chungen der ledeburiti-
schen Werkzeugstähle** 125
UDK: 620.187:669.15.-194.58
ASM/SLA: TSh, M21e

Rodič Jože
Vodopivec Franc,
B. Ralič
**Die Untersuchungen des
Stahles C.4850 — OCR
12 VM an dem Elektro-
nenmikroanalysator** 145
UDK: 669.14.018.25;
669.15—196.58
ASM/SLA: M21e, TSh

Technische nachrichten 157

Contents

Page

Zalar Bogdan
J. Wohinz, A. Valant
**Problematics in Harden-
ing Pyrite at the Roast-
ing Temperatures** 109
UDK: 622.792
ASM/SLA: B15p, B16b

Prešern Vasilij
**Conditions of Formation
and Precipitation of
Oxide Inclusions from
the Steel Melt** 117
UDK: 621.746.62:620.18
ASM/SLA: M284, 9—69

Rodič Jože
**Application of Scanning
Electron Microscopy in
Investigation of Ledebu-
rite Tool Steel** 125
UDK: 620.187:669.15.-194.58
ASM/SLA: TSh, M21e

Rodič Jože
Vodopivec Franc,
B. Ralič
**Investigation of C.4850
— OCR 12 VM Steel by
Electron Microanalyzer** 145
UDK: 669.14.018.25;
669.15—196.58
ASM/SLA: M21e, TSh

Technical News 157

Содержание

страница

Zalar Bogdan
J. Wohinz, A. Valant
**Проблематика упрочнения
пиритных окатышей при
температурах обжига.** 109
UDK: 622.792
ASM/SLA: B15p, B16b

Prešern Vasilij
**«Условия образования и
выделения включений оки-
сидов из расплавленной стали»** 117
UDK: 621.746.62:620.18
ASM/SLA: M284, 9—69

Rodič Jože
**Применение растровой элек-
тронной микроскопии при
исследовании ледебуритных
инструментальных сталей.** 125
UDK: 620.187:669.15.-194.58
ASM/SLA: TSh, M21e

Rodič Jože
Vodopivec Franc,
B. Ralič
**Исследования стали C. 4850
— OCR 12 VM электронным
микроанализатором.** 145
UDK: 669.14.018.25;
669.15—196.58
ASM/SLA: M21e, TSh

Технические новости 157

VSEBINA

UDK: 622.792

ASM/SLA: B15p, B16b

Metalurgija — priprava vsipa — izdelava peletov

B. Zalar, J. Wohinz, A. Valant.

»Problematika utrjevanja piritnih peletov pri temperaturah praženja«
 Zelezarski zbornik 10 (1976) 3 s 109—116

Izdelava zelenih peletov iz piritnih koncentratov je možna. Tudi trdnostne in sušilne lastnosti zelenih peletov ne odstopajo od normalno pričakovanih.

Pri temperaturah nad 400°C pa piritni peleti povsem izgubijo trdnostne lastnosti in so takšni za vsako nadaljnjo metalurško predelavo brez vrednosti. V članku so obravnavani rezultati raziskav postopnega ogrevanja in trenutne toplotne obremenitve v oksidacijski in nevtralni atmosferi, obdelani so rezultati raziskav dilatacij in rezultati raziskav na talilnem mikroskopu.

Vzrok porušitvi trdnostnih lastnosti je pripisati primarni spremeni pirita v pirotin, to je reakciji razkroja pirita v ciklusu vseh nastopajočih pražilnih reakcij. Takšen zaključek je obdelan tudi teoretsko in dokazan z mineraloško-mikroskopskimi raziskavami.

Avtorski izvleček

UDK: 621.746.62:620.18

ASM/SLA: M28h, 9—69

Metalurgija — strjevanje jekla — vključki v jeklu

V. Prešern:

»Pogoji nastajanja in izločanja oksidnih vključkov iz jeklene kopeli«
 Zelezarski zbornik 10 (1976) 3 s 117—124

Opisani so teoretični pogoji nastajanja, rasti in izločanja oksidnih vključkov iz tekočega jekla. Podani so termodinamični pogoji za nastajanje prvih kali in potrebne količine za nadaljnjo rast in izločanje oksidnih vključkov. Pri opisovanju izločanja vključkov so poleg kinetičnih pogojev upoštevani še vplivi različnih fizikalnih faktorjev kot oblika vključkov, agregatno stanje vključkov, adsorpcija površinsko aktivnih primesi, medfazne napetosti v sistemu jeklo-oksidni vključek — žilindra;

Avtorski izvleček

UDK: 620.187:669.15 — 194.58

ASM/SLA: Tsh, M21c

Metalurgija — Specialna jekla — Visokolegirana orodna jekla — Rastrska elektronska mikroskopija REM

J. Rodič

Uporaba rastrske elektronske mikroskopije pri raziskavah ledeburitnih orodnih jekel

Zelezarski zbornik 10 (1976) 3 s 125—144

Uporabnost REM pri raziskavah prelomov in mikrostruktur ledeburitnih orodnih jekel, karbidnih izolatov in površine prob po izolaciji v širokem območju kombinacij toplotne obdelave — žarjeno stanje, kaljeno s prenizkih, normalnih in previsokih temperatur do stopnje močnega pregretja, popuščanje od nizkih do visokih temperatur. Iz sistematičnega matričnega programa REM posnetkov pri različnih direktnih povečavah od 100× do 20.000× so prikazane le glavne značilnosti in zanimivosti.

Predlogi tipiziranih pogojev preiskav z REM v nadaljnjem raziskovanju visokolegiranih orodnih jekel.

Avtorski izvleček

UDK: 669.14.018:669.15 — 196.58

ASM/SLA: M21e; TSh

Metalurgija, specialna jekla — orodna jekla ledeburitnega tipa — preiskave z elektronskim mikroanalizatorjem

Rodič Jože, Zelezarna Ravne

Vodopivec Franc, Boško Ralič, Metalurški inštitut v Ljubljani

Preiskave jekla Č. 4850 — OCR 12 VM na elektronskem mikroanalizatorju

Zelezarski zbornik 10 (1976) 3 s 145—156

Visokolegirano orodno jeklo ledeburitnega tipa z 1,52 % C, 11,4 % Cr, 0,82 % Mo in 0,92 % V.

Raziskave z elektronskim mikroanalizatorjem — specifični X — posnetki koncentracij posameznih elementov, linijske analize profilov koncentracij in točkaste kvantitativne analize posameznih strukturnih faz. Analize vzorcev v različnih stanjih toplotne obdelave — mehko žarjeno, podkaljeno, normalno kaljeno, močno pregreto, visoko popuščano.

Avtorski izvleček

INHALT

UDK: 621.746.62:620.18
ASM-SLA: M28h, 9—69

Metallurgie-Erstarrung von Stahl
Nichtmetallische Einschlüsse im Stahl
V. Prešern:

Bedingungen für die Entstehung und Ausscheidung oxydischer Einschlüsse aus dem Stahlbad

Zelezarski zbornik 10 (1976) 3 S 117—124

Es sind die theoretischen Bedingungen für die Entstehung, das Wachsen und Ausschleiden der oxydischen Einschlüsse aus dem flüssigen Stahl beschrieben. Die thermodynamischen Bedingungen für die Entstehung der ersten Keime und die nötigen Umstände für das weitere Wachstum und die Ausscheidung oxydischer Einschlüsse.

Bei der Beschreibung der Ausscheidung der Einschlüsse sind neben der kinetischen Bedingungen auch die Einflüsse verschiedener physikalischen Faktoren, wie die Einschlussform, der Aggregatzustand der Einschlüsse, die Adsorption der oberflächen-aktiven Beimischungen, Zwischenphasenspannungen im System Stahl-oxydischer Einschluss-Schlacke berücksichtigt.

Auszug des Autors

UDK: 622.792

ASM-SLA: B15p, B16b

Metallurgie-Möllervorbereitung — Erzeugung von Pellets
B. Zalar, J. Wohinz, A. Valant

Problematik der Verfestigung der Pellets aus Pyritasche bei den Rösttemperaturen

Zelezarski zbornik 10 (1976) 3 s 109—116

Die Erzeugung der grünen Pellets aus Pyritkonzentraten ist möglich. Auch die Festigkeits- und Trocknungseigenschaften der grünen Pellets unterscheiden sich nicht von den normal erwarteten Werten.

Bei den Temperaturen über 400°C verlieren die Pyritpellets völlig die Festigkeitseigenschaften und sind in solchem Zustand für die weitere metallurgische Verarbeitung ohne Wert.

Die Untersuchungsergebnisse der progressiven Erwärmung und der augenblicklichen Wärmebeanspruchung in der oxydations- und neutralen Atmosphäre werden behandelt. Die Ergebnisse der Dehnungsuntersuchungen und der Untersuchungen am Schmelzmikroskop sind bearbeitet worden.

Der Grund für den Zusammenbruch der Festigkeitseigenschaften ist in der primären Umwandlung des Pyrites in Pyrofitin zuzuschreiben, das heisst, der Zersetzungsreaktion des Pyrites im Zyklus aller auftretenden Reaktionen beim Rösten. Solcher Abschluss ist auch theoretisch bearbeitet und mit mineralogisch-mikroskopischen Untersuchungen bewiesen.

Auszug des Autors

UDK: 669.14.018:669.15—196.58
ASM/SLA: M21e; TSh

Metallurgie-Sonderstähle-Edelstähle-Werkzeugstähle-Untersuchungen an dem Elektronenmikroanalysator

J. Rodič, F. Vodopivec, B. Ralič

Die Untersuchungen des Stahles C 4850-OCR 12 VM an dem Elektronenmikroanalysator

Zelezarski zbornik 10 (1976) 3 S 145—156

Ein hochlegierter ledeburitischer Werkzeugstahl mit der Zusammensetzung 1,52 % C, 11,4 % Cr, 0,82 % Mo und 0,92 % V ist untersucht worden.

Untersuchungen mit dem Elektronenmikroanalysator, die spezifischen X-Aufnahmen der Konzentration, der einzelnen Elemente, Linienanalyse der Konzentrationsprofile und der quantitativen Punktanalyse der einzelnen Gefügeausbildungen. Analyse der Proben im verschiedenen Zustand der Wärmebehandlung — weichgeglüht, unterhärtet, normalgehärtet, starküberhitzt, hoch nachgelassen.

Auszug des Autors

UDK: 620.187:669.15—194.58

ASM/SLA: Tsh, M21c

Metallurgie-Sonderstähle-Hochlegierte Werkzeugstähle-Rasterelektronenmikroskopie REM

J. Rodič:

Die Anwendung der Rasterelektronenmikroskopie bei den Untersuchungen der ledeburitischen Werkzeugstähle

Zelezarski zbornik, 10, 1976, 3 S 125—144

Die Anwendbarkeit der REM bei den Untersuchungen der Brüche und des Mikrogefüges der ledeburitischen Werkzeugstähle, der Karbidisierungen und der Probenoberfläche nach der Isolierung in einem breiten Bereich verschiedener Wärmebehandlung — geblüht, gehärtet von niedrigen normalen und zu hohen Temperaturen, bis zu einem Überhitzungsgrad, nachgelassen von niedrigen bis zu hohen Temperaturen, ist angegeben. Aus dem systematischen »matrix program« der REM Aufnahmen bei verschiedenen direkten Vergrößerungen von 100× bis 20000× sind nur die wichtigsten Eigenheiten und Interessantheiten gezeigt.

Die Vorschläge für die typisierenden Bedingungen bei den REM Untersuchungen bei der weiteren Forschung der hochlegierten Werkzeugstähle sind angegeben.

Auszug des Autors

CONTENTS

UDK: 622.792

ASM/SLA: B15p, B16b

Metallurgy preparate of burden — production of pellets

B. Zalar, J. Wohinz, A. Valant

Problematics in hardening pyrite pellets at the roasting temperatures

Zelezarski zbornik 10 (1976) 3 P 109—116

Production of green pellets from pyrite concentrate is possible. Also strength and drying properties of green pellets are as expected. Above 400°C pyrite pellets completely loose their strength and therefore they are worthless as such for further metallurgical manufacturing. Investigation results of gradual heating and heat loads in oxidative and neutral atmosphere are described in the paper, results of dilatation tests and results of investigations with high-temperature microscope are analyzed.

Reduction of strength can be attributed to primary transformation of pyrite into pyrrhotite, i.e. reaction of decomposition of pyrite occurring during all the roasting reactions. This finding is confirmed theoretically and by mineralogical-microscopical investigations.

Author's Abstract

UDK: 621.746.62:620.18

ASM/SLA: M28h, 9—69

Metallurgy — solidification of steel — non metallic inclusions in steel

V. Prešern:

Conditions of formation and precipitation of oxide inclusions from steel melt

Zelezarski zbornik 10 (1976) 3 P 117—124

Theoretical conditions of formation, growth, and precipitation of oxide inclusions from molten steel are described. Thermodynamical conditions for formation of first nuclei and necessary circumstances for their further growth, and precipitation of oxide inclusions are presented. Beside kinetic conditions also influences of various physical parameters like shape and state of inclusions, adsorption of surface active impurities, interphasial tensions in the steel-oxide inclusion-slag system are taken into account.

Author's Abstract

UDK: 620.187:669.15—194.58

ASM/SLA: Tsh, M21c

Metallurgy — special steels — high — alloy tool steels scanning electron microscopy

J. Rodić

Application of scanning electron microscopy in investigation of ledeburite tool steel

Zelezarski zbornik 10 (1976) 3 P 125—144

Applicability of SEM in investigation of fractures and microstructures of ledeburite tool steel, of carbide isolates, and of probe surfaces after isolation in a great variety of heat-treatment combinations — as annealed, quenched from too low, from normal and from too high temperatures to a step of high overheating, tempered from low and high temperatures. From a systematic matrix program of SEM pictures at various direct magnifications from 100 to 20,000 times, basic characteristics and curiosities can be seen.

Proposals for standardized conditions of SEM investigations in further research of high alloyed tool steel.

Author's Abstract

UDK: 669.14.018.25:669.15—196.58

ASM/SLA: M21e; TSh

Metallurgy — special steels — ledeburite type tool steels — investigation on electron microanalyser

J. Rodić

F. Vodopivec

Investigation of C. 4850 — OCR 12 VM steel by electron microanalyser

Zelezarski zbornik 10 (1976) P 145—156

High alloyed tool steel of ledeburite type with 1.52 % C, 11.4 % Cr, 0.82 % Mo, and 0.92 % V.

Investigations by electron microanalyser — specific X-ray pictures of concentrations of single elements, line analyses of concentration profiles and point quantitative analyses of single structural phases. Analyses of samples in various states of heat treatment — soft annealed, underquenched, normally quenched, highly overheated, tempered at high temperatures.

Author's Abstract

СОДЕРЖАНИЕ

УДК: 621.746.62:620.18
ASM/SLA: M28h, 9—69

Металлургия- затвердевание стали- включения в стали.
V. Prešern:

«Условия образования и выделения включений окислов из расплавленной стали»

Zelezarski zbornik 10 (1976) 3 с 117—124

Дано описание теоретических условий образования, роста и выделения оксидных включений из расплавленной стали. Приведены также термодинамические условия образования првх зародышей и необходимые условия для дальнейшего роста и выделения оксидных включений. При описании выделения включений взято, кроме кинетических условий, во внимание также влияние различных физических факторов, нпр.: форма и агрегатное состояние включений, адсорбционная способность поверхностно активных примесей, межфазовые напряжения в системе сталь — оксидное включение — шлак.

Автореф.

УДК: 622.792
ASM/SLA: B15p, B16b

Металлургия- приготовление шихты- изготовление окатышей.
B. Zalar, J. Wohinz, A. Valant

«Проблематика упрочнения пиритных окатышей при температурах обжига»

Zelezarski zbornik 10 (1976) 3 с 109—116

Изготовление сырых окатышей из концентратов пириты огарок возможны. Что касается прочности и способности к высыханию сырые окатыши не различаются от нормального изделия.

При температурах свыше 400° пиритные окатыши полностью теряют прочность и для дальнейшей любой металлургической переработки без ценности. В статье рассмотрены результаты исследований постепенного нагрева и мгновенной тепловой нагрузки в окислительной и центральной атмосфере, исследования с плавильным микроскопом и дилатации.

Причина разрушения механической прочности — примарное изменение пирита в пиритин, т. е. реакция разложения пирита во всех фазах обжига. Этот вывод обработан также теоретически минерально — микроскопическими исследованиями.

Автореф.

УДК: 669.14.018.25:669.15 — 196.58
ASM/SLA: M21e; TSh

Металлургия- специальные стали- инструментальные стали ледобуритного типа- исследования с электронным микроанализатором.
J. Rodič

F. Vodopivec

Исследования стали С.4850 — ОСР 12 ВМ с электронным микроанализатором.

Zelezarski zbornik 10 (1976) с 145—156

Исследования с электронным микроанализатором — специальный X — снимки концентраций отдельных элементов, линейные анализы профилей концентраций и точечный количественный анализ отдельных структурных фаз. Проанализированные образцы подобраны в различных состояниях термообработки — непожарено, закалено с недогревом, нормально закалено, сильно прогрето и образцы высокого отпуска.

Автореф.

УДК: 620.187:669.15 — 194.58
ASM/SLA: TSh, M21c

Металлургия - Специальные стали - Высоколегированные инструментальные стали - Растровая электронная микроскопия РЭМ.

J. Rodič

Применение растровой электронной микроскопии при исследовании ледобуритных инструментальных сталей.

Zelezarski zbornik 10 (1976) 3 с 125—144

РЭМ применимо при исследовании изломов и микроструктуры ледобуритных инструментальных сталей, изолированных карбидов и поверхности образцов после изоляции в широкой области комбинаций термической обработки начиная от состояния отжига, закалки при весьма низких, нормальных и очень высоких т-р до степени полного прогрева, также при отпуске от низких до высоких т-р. Из систематически составленной программы РЭМ снимков при непосредственных различных увеличениях в 100 до 20.000 раз приведены только главные характеристики и прочие подробности. Типовые условия для исследования при помощи РЭМ представляют собой составную часть программы дальнейшего исследования высоколегированных инструментальных сталей.

Автореф.

Problematika utrjevanja piritnih peletov pri temperaturah praženja

UDK: 622.792
ASM/SLA: B 15 p, B 16 b

B. Zalar, J. Wohinz, A. Valant

Članek ne obravnava izdelavo zelenih peletov iz piritnih koncentratov, ki ni tako problematična kot so procesi utrjevanja. Obravnavani so rezultati raziskav postopnega ogrevanja in trenutne toplotne obremenitve v oksidacijski in nevtralni atmosferi, obdelani so rezultati raziskav dilatacij in rezultati raziskav na talilnem mikroskopu. Pojavi nabrekanja in razpadanja piritnih peletov ob popolni izgubi trdnostnih lastnosti so pojasnjeni tudi z aspekta teoretičnih predpostavk.

UVOD

Po praženju piritnih koncentratov, pri čemer uporabimo sproščeni SO_2 za proizvodnjo žveplove kisline, so preostali piritni ogorki surovina za pridobivanje železa in drugih neželeznih kovin. Zelo uporabljana in tudi pri nas preizkušana tehnologija je peletiziranje ogorkov, utrjevanje dobljenih peletov z istočasnim odstranjevanjem ali pridobivanjem neželeznih in drugih prisotnih elementov ter, alternativno, tehnologija direktne redukcije do takoimenovanih metaliziranih peletov.

Študijo o predhodnem peletiziranju surovih piritnih koncentratov že pred praženjem pa je narekovala predvsem potreba po preureditvi peletizacijskih in pražilnih industrijskih naprav za praženje peletiziranih cinkovih koncentratov. Brez bistvenejših konstrukcijskih in tehnoloških sprememb naj bi izkoristili vse te obstoječe industrijske naprave za peletizacijo in praženje piritnih koncentratov. Namesto prašnatih piritnih ogorkov, ki jih običajno dobimo iz pražilnih naprav piritnih koncentratov, naj bi dobili ogorke že v obliki

manjših utrjenih peletov. S tem bi še nadalje lahko izkoriščali obstoječe, skoraj nove industrijske naprave in prihranili bi si eno fazo priprave ogorkov za nadaljnjo predelavo.

Raziskave so obsegale študije in poskuse številnih posameznih problemov: od kemijskih in fizikalnih vrednotenj piritnih koncentratov, preko določevanja najoptimalnejših veziv za peletiziranje, določanje optimalnih tehnoloških pogojev sušenja in žganja zelenih peletov ter vse ustrezne meritve fizikalnih lastnosti dobljenih peletov. V pričujočem prispevku navajamo samo poskuse sušenja, utrjevanja, oziroma praženja z ustreznimi rezultati, ker je le-to tako tehnološko kritično, da ni nobene možnosti praktične aplikacije. Nadaljnja študija vzrokov tega dejstva ni bila pomembna samo za razčiščenje konkretnega aplikativnega problema, temveč tudi za splošni prispevek k spoznavanju ponašanja železovih sulfidov v metalurških procesih.

KVALITATIVNE LASTNOSTI OBRAVNAVANIH PIRITNIH KONCENTRATOV

Z mineraloško mikroskopskimi raziskavami obruskov v odsevni svetlobi smo ugotovili, da je piritni koncentrat relativno zelo čist. Izmed rudnih mineralov je navzoč samo pirit. Zelo redko je bilo opaziti hematit, halkopirit in sfalerit. Mikroskopski pregled zbruska v presevalni svetlobi in pod navzkrižnimi nikoli je dokazal, da med nerudnimi minerali absolutno prevladuje kremen.

Iz omenjenih mikroskopskih analiz smo lahko predpostavili, da je od skupno prisotnega železa ca. 0,5 % vezanega v obliko hematitnega oksida. Če dalje predpostavimo, da je ves baker vezan na halkopirit in cink na sfalerit, lahko iz izdelanih kemičnih analiz določimo mineralno sestavo piritnega koncentrata; podana je v tabeli 1.

Mgr. Bogdan Zalar, dipl. ing. metalurgije, samostojni raziskovalec Metalurškega inštituta v Ljubljani

Janez Wohinz, dipl. ing. kemije, samostojni raziskovalec Metalurškega inštituta v Ljubljani

Anton Valant, dipl. tehnik, Metalurški inštitut Ljubljana

Tabela 1: Mineralna sestava glavnih rudnih komponent v obravnavanem piritnem koncentratu

Rud. komp. (%)	Fe (%)	Cu (%)	Zn (%)	S (%)	O (%)
FeS ₂	92,503	43,06		49,446	
Fe ₂ O ₃	0,710	0,50			0,21
CuFeS ₂	0,690	0,21	0,24	0,24	
ZnS	0,836		0,56	0,276	
	94,739	43,77	0,24	0,56	49,962
					0,21

Obravnavani piritni koncentrat je ruskega izvora in vsebuje zato tudi 0,16 % As. Od ostalih važnejših komponent omenjamo še 3,09 % SiO₂ in 0,95 odstotka Al₂O₃.

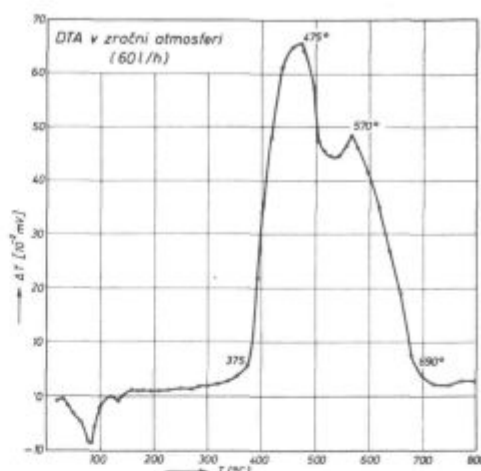
Zaradi flotacijskega postopka je piritni koncentrat prepojen s flotacijskim sredstvom, katerega substance so nalepljene na zrna koncentrata in povzročajo njegovo oleofilno lastnost. To je ovira za intimno navlaževanje zrn z vodo, koncentrat je hidrofoben.

Določitev zrnatosti je bila možna samo z mokrim sejanjem, ker so se sušeni fini delci zlepljali v rahlo sprijete grudice. Sejalne analize dokazujejo precejšnje variacije med posameznimi preiskovanimi vzorci. Tako se spreminja delež frakcij nad 100 μm od ca. 9 % do ca. 28 % in tudi delež frakcij pod 40 μm od ca. 46 % do 34 %.

Določitev specifične površine po Blainu je povzročalo težave. Sušenje koncentrata, ki je za točno določanje potrebno, ni po nobeni metodi dalo zaželenega efekta. Tudi poskus s H₂SO₄ ni uspel, ostanek vlage je bil stalno 4 %. Pri sušenju v termostatu pri 105° C so se vzorci piritnega koncentrata zlepljali in bi strtje grudic verjetno povzročalo večje izkrivljanje realnih rezultatov kot pa vsebnost 4 % H₂O. Specifična teža piritnega koncentrata je 4,5 g/cm³, specifična površina pa ca. 550 cm²/g. Popolnoma suh koncentrat bi imel verjetno večjo specifično površino.

Diferenčno termični analizi obravnavanih piritnih koncentratov v oksidacijski in nevtralni atmosferi posredujejo orientacijske podatke o poteku glavnih reakcij pri pražilnih procesih. Z ozirom na zgolj informativno kvalitativni značaj analize niso bile tako precizno izvajane, da bi jih mogli uporabiti tudi za kvantitativne določitve reakcij. Uporabljali smo cevno uporabno pečico s Ø = 2,3 cm; hitrost ogrevanja 10° C/min, posodica za vzorce iz Ni-folije, volumna vzorca in primerjalne snovi glinice približno enaka.

Na sliki 1 je prikazana krivulja DTA za piritni koncentrat, ogrevan v zračnem toku 10 l/h, kar daje z ozirom na premer reakcijske cevi hitrost pretoka 4,04 cm s⁻¹. Temperaturo ca. 375° C lahko smatramo za začetek reakcij oksidacije Fe-sulfi-

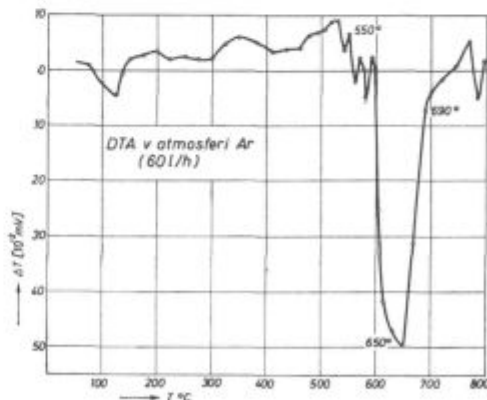


Slika 1 Orientacijsko kvalitativna DTA obravnavanega piritnega koncentrata v pretoku zraka hitrosti 4,04 cm s⁻¹

Fig. 1 Approximate qualitative DTA of the investigated pyrite concentrate in air flow rate 4.04 cm/s

dov. Rezultati obširnih in podrobnih mineraloških analiz piritnih koncentratov pri višjih temperaturah v oksidacijski atmosferi pa so dokazali pojav površinske reakcije oksidacije piritna skoraj sočasno z razkrojem piritna v pirotin in žveplo. Tem ugotovitvam ustrezno si je možno razlagati padec krivulje in ponovni rahli dvig pri ca. 570° C z endotermnim vplivom razkrojne reakcije (iz slike 2 je možno ugotoviti začetek endotermnega razkroja pri ca. 550° C) in z dodatno oksidacijo nastalega žvepla.

Na sliki 2 prikazujemo krivuljo DTA za piritni koncentrat, ogrevan v istem pretoku argona. Začetni minimalni eksotermni odkloni za obravnavo problema niso bistveni. Pri ca. 550° C se začne reakcija razkroja FeS₂ z maksimalnim endotermnim odklonom pri ca. 650° C in zaključkom reakcije pri temperaturi okoli 690° C.



Slika 2 Orientacijsko kvalitativna DTA obravnavanega piritnega koncentrata v pretoku argona hitrosti 4,04 cm s⁻¹

Fig. 2 Approximate qualitative DTA of the investigated pyrite concentrate in argon flow rate 4.04 cm/s

REZULTATI PREISKAV FIZIKALNIH LASTNOSTI PIRITNIH PELETOV

Osnovna zahteva vsake tehnologije priprave peletov za nadaljnje predelave v metalurških agregatih so primerne fizikalne lastnosti. Trdnost peletov mora biti tolikšna, da prenese vse mehanske obremenitve nadaljnjih procesov predelave, optimalna poroznost mora ostati tudi pri takšnih utrjenih peletih, zadovoljive morajo biti reakcijske sposobnosti, toplotne in električne prevodnosti.

Kljub zelo neugodni specifični površini (ca. 550 cm²/g), ki je precej pod potrebnim minimumom (1200 cm²/g) in kljub hidrofobnosti obravnavanih piritnih koncentratov ni problematično formiranje zelenih peletov z bentonitnim vezivom (1 %-ni dodatek) brez vsakega dodatka drugih primesi in vode. Trdnosti zelenih peletov se ne razlikuje od običajnih normalnih vrednosti (4,9—11,8 N/pelet ali 0,5—1,2 kp/pelet). Sušenje zelenih peletov poteka običajno v temperaturnem območju do 300° C. Dobljene trdnostne lastnosti piritnih peletov v tem območju sušenja so zadovoljive (do ca. 39,2 N/pelet ali ca. 4,0 kp/pelet).

Procesi utrjevanja peletov, s katerimi je potrebno doseči trdnosti od 784—980 N/pelet (80—100 kp/pelet), potekajo pri temperaturah, pri katerih se pojavljajo začetki sintranja posameznih zrn, vendar ne še občutnejše nataljevanje. Običajno je potrebno za vsak material te temperature posebej določiti in so relativno precej visoke (1000—1250° C in več).

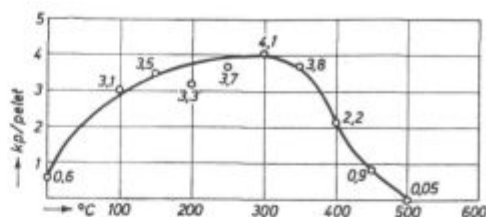
Preiskave trenutne toplotne obremenitve

Obstojnost predhodno posušenih (pri 250° C) piritnih peletov proti trenutnim toplotnim obremenitvam pri 1000° C in 900° C je skoraj nična. Dоследno se pojavlja razpad peletov. Razpokanje nastopi skoraj v trenutku ob vstavitvi v peč ali pa po zelo kratkem času. Vrsta veziva nima na ta pojav nobenega vpliva. Le peleti, izdelani z vezivom NaCl, so bili sicer počeni, vendar že intenzivneje zataljeni. Tudi velikost posameznih peletov, ki sicer precej vplivajo na trdnostne lastnosti, ne vpliva na njih obstojnost.

Preiskave postopne toplotne obremenitve

Poskuse obstojnosti piritnih peletov v postopni toplotni obremenitvi smo delali v normalni zračni in dušikovi atmosferi (dušik pred vstopom v peč smo vodili skozi na 150° C ogrevano cevko, napolnjeno s Cu-opilki, z namenom zmanjšanja morebitne prisotnosti kisika na minimum). Pri naraščanju temperature od 20° C do 1000° C v času 150 minut so vsi peleti razpokali, oziroma razpadli v zračni in duškovni atmosferi. Dobljeni rezultati dokazujejo, da vzrok razpada peletov ni samo trenutna toplotna obremenitev. Takšna obremenitev lahko verjetno proces le pospeši, sicer pa pri postopnem naraščanju temperature razpokanje peletov ravno tako nastopa.

Trdnostne lastnosti peletov (slika 3) v zračni atmosferi od približno 350° C naprej padajo, kar pomeni začetke deformacije mehanske zgradbe peleta. Pri 500° C nastopi skoraj že popolna izguba trdnosti.



Slika 3

Povprečne trdnosti piritnih peletov pri postopnem ogrevanju (5—10° C/min) v zračni atmosferi

Fig. 3

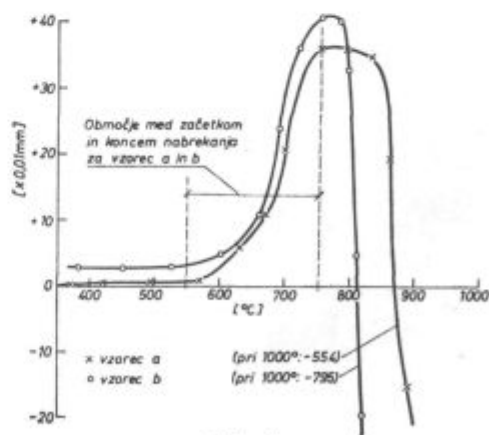
Average strengths of pyrite pellets during gradual heating (5—10° C/min) in air

Med 500° C in 600° C se začenja deformacija tudi v dušikovi atmosferi. S tem smo že pri teh začetnih poskusih ugotovili, da že premena piritna v pirotin povzroča nabrekanje, pokanje in razpadanje piritnih peletov.

Preiskave dilatacije pri višjih temperaturah

Poleg končnega razpada piritnih peletov pri višjih temperaturah je bilo opaziti v začetku ogrevanja precejšnje naraščanje volumna peletov. Rezultati informativnih raziskav dilatacije v odvisnosti od temperature so v obliki krivulj prikazani na sliki 4.

Vzorci piritnega koncentrata smo vstavili v kvarčno cevko z zaprtim dnom premera 8,5 mm. Pri vseh paralelnih poskusih smo nasuli vzorce 32 mm visoko in jih stisnili s silo 19,61 N (2 kp). Zgornja ploskev vzorca je bila preko premičnega bata vezana z mernim instrumentom, umerjenim na skalo občutljivosti 10⁻² mm. Kvarčno cevko z vzorcem smo vstavili v zaščitno cev in okoli nje



Slika 4

Krivulje vertikalnih dilatacij obravnavanega piritnega koncentrata v odvisnosti od temperature

Fig. 4

Curves of vertical dilatations of the investigated pyrite concentrate as a function of temperature

namestili uporovno pečico. Vse vzorce smo predhodno sušili pri 250° C. Kontrolirali smo tudi upor merilnega instrumenta in ugotovili, da ne narašča z naraščanjem pritiska nanj. Naraščanje temperature pri vseh poskusih je bilo 50° C na minuto.

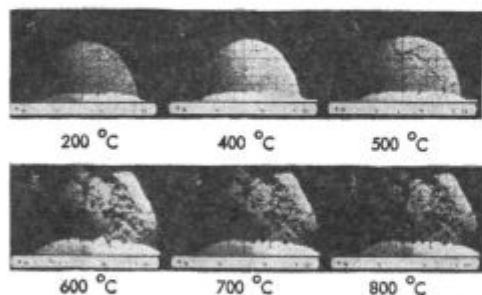
Z oziroma na izvedbo aparature dilatacijskih merjenj izkazujejo rezultati povečevanje volumna v vertikalni smeri (pri čemer je zavestno z ozirom na zgolj informativni značaj preiskave izključen vpliv dilatacijskih sil v drugih smereh). Začetek naraščanja je pri temperaturi ca 550° C in je od ca. 650° C naraščanje zelo intenzivno. Reakcije so v primeru tega poskusa potekale v izraziti lastni atmosferi. Temperature začetnih dilatacij so višje od temperatur začetka padanja trdnosti, ki smo jih dobili s poskusi v intenzivni zračni atmosferi. To je razumljivo zaradi tega, ker smo pri trdnostnih poskusih pelete obremenjevali z zunanjo silo, pri teh pa je silo povzročal sam proces dilatacije. Malo nad 700° C naraščanje pojema in od 800° C naprej volumen naglo pada.

Preiskave na talilnem mikroskopu

Potrditev dosedanjih ugotovitev popolne izgube trdnostnih lastnosti piritnih peletov pri višjih temperaturah so dale preiskave na Leitzovem talilnem mikroskopu. Naraščanje temperature je bilo 10° C/min. Peiskave smo naredili v zračnem pretoku 60 l/h in v pretoku argona (60 oziroma 100 l/h). Rezultati so razvidni iz slik 5 in 6.

Slika 5 prikazuje ponašanje piritnih peletov pri poviševanju temperature v zračnem pretoku. Podrobnejša primerjava peleta pri 400° C s peletom pri 200° C že nakazuje rahlo nabrekanje peleta pri 400° C, predvsem v spodnjem desnem robu. Pri 500° C so razpoke že močno vidne, pri 580° C pa pelet že kaže znake razpadanja.

V nevtralnii atmosferi se pri poviševanju temperature prvi rahli znaki nabrekanja kažejo pri 500° C, vendar zelo nezazvano. Pri 600° C so ti znaki že znatnejši, pri 620° C precej vidni. Razpoke nastopajo pri 650° C in se s poviševanjem temperature večajo.

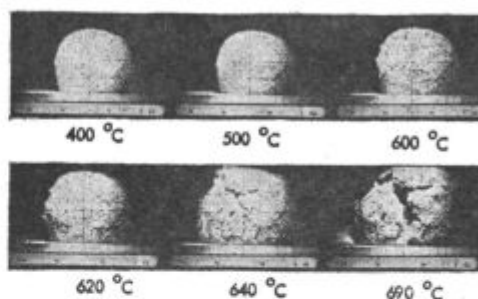


Slika 5

Ponašanje piritnih peletov ob naraščajoči temperaturi (10° C/min) v pretoku zraka (60 l/h)

Fig. 5

Behaviour of pyrite pellets during heating (10° C/min) in air flow (60 l/h)



Slika 6

Ponašanje piritnih peletov ob naraščajoči temperaturi (10° C/min) v pretoku argona (100 l/h)

Fig. 6

Behaviour of pyrite pellets during heating (10° C/min) in argon flow (100 l/h)

Preiskave sprememb vsebnosti Fe in S v odvisnosti od temperature

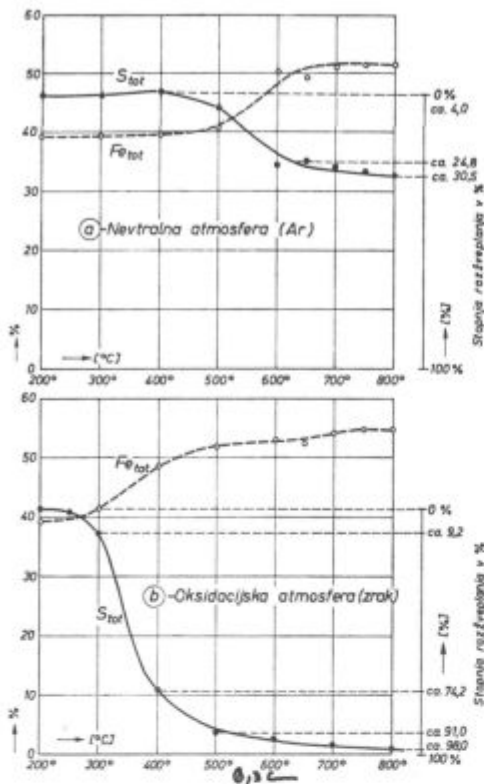
Preiskave smo delali v pretoku zraka in argona (200 l/h, ali z ozirom na premer reakcijske cevi 2,6 cm hitrost pretoka 10,42 cms⁻¹) v cevni laboratorijski pečici, opremljeni s termoregulatorjem za zagotovitev izotemnih pogojev pri temperaturah 200° C, 300° C, 400° C, 500° C, 600° C, 650° C, 700° C 750° C in 800° C. Po posameznih poskusih (60 minut) smo izpražene piritne pelete v pretoku zraka ohlajevali na zraku, medtem ko smo izpražene pelete v pretoku argona ohlajevali na izhodu reakcijske cevi pečice v povečanem pretoku argona.

Vizuelne spremembe kompaktnosti tako dobljenih poskusnih peletov (površinsko razpokani in hematitno rdeče obravani) se začenjajo v zračni atmosferi pojavljati v temperaturnem območju okoli 400° C, v nevtralnii atmosferi argona (samo razpoke) pa med 500° C in 600° C. Spreminjanje vsebnosti Fe in S v posameznih vzorcih ponazarjajo krivulje na slikah 7 a in b, kjer je posebej označena tudi stopnja razžveplanja.

V pretoku argona so začetki razkroja pirita opazi tik pred 500° C; v območju med 500° C in 600° C reakcija že precej hitro poteka. V pretoku zraka pripisujemo razžveplanje med 250° C in 300° C izključno površinskim reakcijam oksidacije. V območju okoli 400° C domnevamo (kar potrjujejo ustrezne mineraloško mikroskopske raziskave), da poteka razžveplanje tudi že po reakcijah razkroja pirita v pirotin, oziroma po reakcijah, ki razkroju sledijo.

Povzetek preiskav lastnosti piritnih peletov

Rezultati raziskav fizikalnih lastnosti jasno dokazujejo, da zelenim piritnim peletom termično ni možno poboljšati fizikalnih lastnosti. Nasprotno, že pri relativno nizkih temperaturah popolno-



Slika 7

Odvisnost vsebnosti Fe in S od temperature (čas trajanja 60 min) v obravnavanih piritnih peletih

Fig. 7

Relationship between the iron and sulphur content and the temperature (duration 60 min) in the investigated pyrite pellets

ma izgubijo trdnostne lastnosti in takšni nimajo za nadaljnjo metalurško obdelavo nobene vrednosti.

Naraščanje volumna in razpadanje piritnih peletov že pri temperaturah, ki so dosti nižje od običajnih pražilnih temperatur, lahko precej istovetimo s problematiko nabrekanja pri procesih redukcije železovih oksidov. Ta pojav je v strokovni literaturi precej obdelan, čeprav obstaja še vedno več hipotez o pravih vzrokih. Nič ali izredno skromno je obdelan ta pojav za obravnavano problematiko (W. Wenzel³, Waeser¹⁹).

Vse preiskave, tako diferenčno-termična analiza kot preiskave vpliva temperature na trdnosti, na dilatacijo, na stopnje razžveplanja in raziskave na talilnem mikroskopu, potrjujejo domnevo, da je glavni vzrok porušitve zgradbe piritnega peleta pojav premene pirita v pirotin. Osnova tej domnevi je dejstvo, da razpade pelet tudi v nevtralni atmosferi, kjer je ta premena edina, ki se pojavlja v procesu ogrevanja. Kot bomo pojasnili v naslednjem poglavju, poteka tudi oksidacija pirita preko primarne premene v pirotin, kar pomeni, da je ta reakcija razkroja tudi v oksidacijskih pogojih praženja ključnega pomena za ugotovljeno razvrednotenje fizikalnih lastnosti piritnih peletov.

POJASNITEV VZROKOV RAZPADA PIRITNIH PELETOV

Iz dvofaznega diagrama Fe-S¹ je razvidno, da čista trdna piritna faza sestave FeS₂ peritektsko razpade pri 689°C v trdno fazo pirotina in plinsko fazo žvepla, katere tlak z nadaljnjo naraščajočo temperaturo hitro raste. To dejstvo lahko v kratkem času močno povečuje možnost porušitve zgradbe piritnih peletov.

Za oksidacijske pogoje so iz študije ravnotežnega diagrama stanja Fe-O-S^{11,12} dokazane sukcesivne faze premene pirita: pri temperaturah pod 689°C poteka prehod FeS₂ preko Fe₃O₄ do Fe₂O₃, pri temperaturah nad 689°C pa poteka prehod FeS₂ preko FeS in Fe₃O₄ do Fe₂O₃; torej je primarnost reakcije razkroja pri ustreznih temperaturah tudi teoretsko ugotovljena. Izračuni prostih reakcijskih entalpij tudi potrjujejo pri navedenih temperaturnih pogojih primarnost razkroja FeS₂.

Vse opisane raziskave, predvsem pa mineraloško mikroskopske raziskave faznih premen v odvisnosti od temperature, pa potrjujejo prisotnost faze pirotina pri nižjih temperaturah od navedenih teoretskih: v nevtralnih pogojih pri nižjih temperaturah za ca. 150°C, to je v območju 550°C, do 600°C, v oksidacijskih pogojih pa za ca. 280°C, torej v območju nad 400°C.

Mineraloško mikroskopske raziskave so dalje dokazale izredno voluminozno in gobasto porozno obliko pirotinske faze. V oksidacijskih pogojih se pojavljajo pri ca. 400°C le v obrobni predelih peleta skorjasto porozne lupine železovih oksidov okoli piritnih zrn, medtem ko se v notranjosti istočasno pojavljajo gobasto porozne pirotinske faze. To dejstvo potrjujejo teoretske študije kinetike reakcij oksidacije in razkroja pirita^{9,15}. Reakcija oksidacije je izrazito difuzijsko kontrolirana (aktivacijska energija Q_a = 2–5 kcal/mol, reakcijska entalpija ΔH₂₉₈ = -198 kcal/mol). Ta reakcija je zato na površini peleta možna, v notranjosti pa je tok zunanje toplote in dodatne toplote eksotermne oksidacijske reakcije domnevno hitrejši od difuzijske hitrosti reaktantov. Tako dovedena toplota v notranjost pa je, kot dokazujejo mikroskopski izvidi, verjetno zadostna za razkroj pirita, ki ni difuzijsko kontroliran (aktivacijska energija Q_a = 30–40 kcal/mol, reakcijska entalpija ΔH = 35,1 kcal/mol) in je odvisen od ustreznega toka toplote. Poleg že omenjenega znatnega tlaka nastale plinske faze žvepla se v notranjosti peleta po teh dokazih in teoretskih domnevah pojavlja še izrazito porozna mineralna faza pirotina, ki tudi vpliva na porušitev peleta.

Obširna strokovna literatura, ki obravnava in analizira vzroke pojavov nabrekanja in s tem v zvezi poslabšanja fizikalnih lastnosti hematitnih peletov pri redukcijskih procesih^{2–7}, med drugimi vzroki tudi omenja, da ima porušitev prvotne kristalne mreže in ponovna orientacija nove za posledico tvorbe risov, razpok in naraščanja volumnov. Takšne »namestitvene anomalije« nastopajo

tudi v obravnavanem primeru. Pri premeni pirita v pirotin moramo računati s pregrupacijami prostorskih kristalnih mrež, oziroma njenih atomov iz ploskovno centrirane kubične strukture pirita v gosto zloženo heksagonalno strukturo pirotina. Vendar tega nismo teoretsko toliko obdelali, da bi lahko naredili kakršnekoli pomembnejše zaključke.

ZAKLJUČKI

Izdelava zelenih peletov iz piritnih koncentratov je možna. Tudi trdnostne in sušilne lastnosti zelenih peletov ne odstopajo od normalno pričakovanih.

Pri temperaturah nad 400°C pa piritni peleti povsem izgubijo trdnostne lastnosti in so takšni za vsako nadaljnjo metalurško predelavo brez vrednosti.

Vzrok porušitve trdnostnih lastnosti je pripisati primarni premeni pirita v pirotin, to je reakciji razkroja pirita v ciklusu vseh nastopajočih prazilnih reakcij.

Osnovni namen raziskav, to je uvedba predhodnega peletiziranja piritnih koncentratov pred procesom praženja, nima praktične aplikativne vrednosti.

Literatura:

1. G. Kullerud, H. Yoder, Pyrite Stability Relations in the Fe-S System, *Economic Geology*, Vol. 54, No 4, 1959, 533—572
2. N. Burghardt, H. Kortmann, B. Grover, Einfluss der mineralischen Zusammensetzung auf die Güte von Eisenerzpellets, *Stahl u. Eisen*, 90, H. 13, 1970, 661—666
3. W. Wenzel, H. W. Gudenau, Massnahmen zur Verhinderung des Schwellens von Eisenerzpellets, *Stahl u. Eisen*, 90, H. 13, 1970, 689—694; *Erörterungsbeiträge*, 694—697

4. H. Ende, K. Grebe, S. Thomalla, Aussergewöhnliches Schwellen bei der Reduktion von Eisenerzpellets mit Kalkzusätzen, *Stahl u. Eisen*, 91, H. 14, 1971, 815—824
5. K. Grebe, Gefügeveränderungen während der Reduktion von Hämatit-Sinterkörpern, *Stahl u. Eisen*, 90, H. 13, 1970, 704—705
6. H. Kortman, O. Burghardt, Qualitätsmerkmale von Eisenerzpellets, *Aufbereitungstechnik*, 12, 1973, 803—810
7. Š. Statnikov, G. Bratčikov, M. Maizel, Issledovanie upročnenia železozorudnih granul v processe termičeskoj obrabotki, *Metally*, 4, 1973, 3—9
8. J. Heizman, P. Becker, R. Baro, Kinetik und Strukturumwandlung bei der Reduktion von Hämatit in Magnetit, *Arch. Eisenhüttenwesen*, 45, Nr. 11, 1974, 765—770
9. G. M. Schwab, J. Philinis, Reactions of Iron Pyrite: Its Thermal Decomposition, Reduction by Hydrogen and Air Oxidation, *J. Am. Chem. Soc.*, V. 69, Nov. 1947, 2588—2596
10. W. Morawietz, Die thermische Oxydation von Eisensulfid mit Schwefeldioxyd zu Elementarschwefel, *Z. Electrochemie*, 57, No. 7, 1953, 539—548
11. N. G. Schmahl, Das System Fe-S-O und seine Bedeutung als Grundlage der Umsetzungen von Fe-Sulfiden mit SO₂ zu Fe-Oxyden und S-Dampf, *Arch. Eisenhüttenwesen*, 15, H. 7/8, 1954, 315—319
12. J. Gaube, O. Knacke, H. Pohl, Metallurgische Zustandbilder von Eisenverbindungen, *Arch. Eisenhüttenwesen*, 34, H. 9, 1963, 653—658
13. H. Winterhager, R. Kammel, K. Pretzch, Über die Thermodynamik und Kinetik der Röftung von Cu- und Co-haltigem Pyrrhotin, *Erzmetall*, 26, H. 3, 1973, 125—132, *Erzmetall*, 27, H. 5, 1974
14. N. D. Ganguly, A. C. Banerjee, Recovery of Sulfur from Iron Pyrite, *Ind. Eng. Chem. Process Des. Develop.*, 12, No. 1, 1973, 56—61
15. P. B. Linkson, Experimental Sintering of Iron Pyrites, *Ind. Eng. Chem. Process Des. Develop.*, 9, No. 3, 1970, 379—385
16. L. A. Taylor, Phase-Equilibrium of Natural and Synthetic Sulfide Systems, *Ann. Rep. of the Director Geophysical Lab., Carnegie Institutions*, 1970-71, 287—292
17. S. Yamazaki, Z. Asaki, Y. Kondo, Thermal Decomposition of Pyrite in a Fluidized Bed, *Trans. Metall. Soc. AIME*, 242, May 1968, 896—902
18. B. Waeser, *Die Schwefelsäurefabrikation*, (knjiga), Braunschweig 1961

ZUSAMMENFASSUNG

Die Untersuchungen über die Möglichkeit der Verfestigung der grünen Pellets aus Pyrit sind durch die Forderung nach einer komplexen Untersuchung über die Ausbeutung der Eisensubstanz aus den Pyritkonzentrat und das Verlangen der möglichen Anwendung solcher Technologie in die bestehenden Industrieanlagen bedingt.

Die Festigkeit der grünen Pellets unterscheidet sich nicht von den üblichen normalen Werten. Das Trocknen bis zu der Temperatur von 350°C vergrössert die Festigkeit bis etwa 4 kp/Pellet.

Bei den Temperaturen zwischen 400° und 600° C fangen die Pellets anzuschwellen und beträchtliche Risse treten auf.

Mit der ansteigenden Temperatur vergrössert sich das Volumen beim gleichzeitigen Zerfall der Pellets, bei vollkommenem Verlust der Festigkeit. Auf den Prozess des Zerfalles bei höheren Temperaturen hat die Auswahl des Bindemittels bei der Erzeugung der grünen Pellets aus Pyrit, so wie die Grösse der Pellets keinen Einfluss.

Von allen chemischen Reaktionen der Entschwefelung von Pyrit und der Entschwefelungsprodukte beim Ver-

festigungsprozess bzw. beim Rösten ist von wesentlicher Bedeutung für Anschwellen und für den Zerfall der Pellets der Zerfall des Pyrites in Pyrotin.

Mit den beschriebenen mineralogisch mikroskopischen Untersuchungen ist die primäre Anwesenheit von Pyrotin im inneren der Pellets auch bei den oxydierenden Bedingungen beim Rösten bewiesen. Die Folge davon ist eine ungebundene Gasphase des Pyritzerfalles, welche bei den Rösttemperaturen hohe Spannungen p_g, sehr voluminöse und grobkörnige Formen der entstehenden Pyrotinphase, und nicht zuletzt auch die Umstellung der Raumkristallgitter bei der Umwandlung verursacht.

Eine Zusammenfassung aller dieser Ereignisse im inneren der Pellets ist genügend für dessen Zusammenbruch.

Der Grundzweck dieser Untersuchungen, die Einführung der vorgehenden Pelletisierung der Pyritkonzentrate vor dem Röstprozess hat praktisch keine aplikative Bedeutung.

SUMMARY

Investigations on possibility of hardening green pyrite pellets were made because of complex research on applicability of iron substance in pyrite concentrates, and by a possible application of such technology in existent industrial plants.

Strength of green pellets does not differ from the values expected. Drying up to 350°C increases strength to about 4 kp/pellet. In the temperature interval between 400 and 600°C pellets start to swell, and perceptible cracks appear. Volume of pellets further increases with the increasing temperature at simultaneous disintegration of pellets and complete loss of their strength. Neither the binding agent in green pellets nor pellet size influence the disintegration process at high temperatures.

The most important chemical reaction for swelling

and disintegration of pellets in the process of desulphurisation of pyrite and oxydation of these products is the transformation of pyrite into pyrrhotite.

The described tests and mineralogical microscope investigations confirm primary presence of pyrrhotite inside the pellet also in oxidative conditions of roasting. Transformation reaction causes evolution of gas, thus high pressure P_{S_2} appears at the roasting temperatures influencing formation of voluminous and coarse-grained pyrrhotite phases and finally also rearrangement of space lattices. The sum of these phenomena inside the pellet is sufficient to disintegrate it.

Basic intention of investigations to apply pelletizing of pyrite concentrates before roasting has no practical industrial value.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследования о возможности упрочнения сырых пиритных окатышей представляет собой отдал требования совокупного исследования использования Fe-материи из концентратов пиритных огарок при возможности применения такой технологии, которая даст возможность пользования имеющихся соответственных промышленных установок.

Прочность сырых окатышей не отличается от обыкновенных нормальных величин. Осущение окатышей до темп-ры 350° повышает их прочность до прибл. 4 кг/окатыш. При темп-ах между 400—600° начинается набухание окатышей с образованием заметных трещин. С повышением темп-ры увеличение объема окатышей продолжается, их распадение при полной потери сопротивления на разрушение ускоряется. На процесс распадаения при высоких темп-ах выбор вязущего вещества при изготовлении сырых окатышей не имеет влияние, также и величина окатышей.

Сравнивая влияние химических реакций т. е. десульфурацию ширита и оксидирование продуктов десульфурации при процессе

упрочнения, относ. отжига с процессом разложения ширита в пирротин, именно последний имеет существенное значение на набухание окатышей.

С описанными и, при помощи минералогическо-микроскопическими исследованиями доказано наличие пирротена в внутренней окатышей также при условиях окислительного отжига. Набухание представляет собой результат освобождения газовой фазы при разложении ширита в связи с появлением значительных напряжений P_{S_2} , объемистой и крупнозернистой формы образовавшейся фазы пирротена и, между остальным, также перегруширование пространственных кристаллических решеток при преобразовании сети. Сочетание всех этих явлений во внутренней окатышей достаточно для их разложения.

Выполненными исследованиями доказано, что введение пеллетирования как процесс предшествующий отжигу концентратов ширита не имеет значение для применения и промышленности.



Proizvaja:

debelo, srednjo in tanko pločevino

dinamo trakove

hladno valjane trakove

vlečeno, brušeno in luščeno jeklo

vlečeno žico

vlečeno žico — patentirano

pleteno patentirano žico za prednapeti beton

hladno oblikovane profile

cestne varnostne ograje

jeklene podboje za vrata

dodajni material za varjenje:

- oplaščene nelegirane elektrode za obločno varjenje
- oplaščene nizkolegirane elektrode za obločno varjenje
- oplaščene visokolegirane elektrode za obločno varjenje
- oplaščene elektrode za navarjanje
- oplaščene posebne elektrode za obločno varjenje
- žice za plamensko varjenje
- žice za varjenje v zaščitnem plinu
- žice za avtomatsko obločno varjenje pod praškom
- praški za avtomatsko varjenje
- tehnični plin ARGON

žičnike

jekleni sekanec

Pogoji nastajanja in izločanja oksidnih vključkov iz jeklene kopeli

UDK: 621.746.62 : 620.18
ASM/SLA: M 284, 9-69

Vasilij Prešern

V članku so opisani teoretični pogoji nastajanja, rasti in izločanja oksidnih vključkov iz tekočega jekla. Podani so termodinamični pogoji za nastajanje prvih kali in potrebne okoliščine za nadaljnjo rast in izločanje oksidnih vključkov. Pri opisovanju izločanja vključkov so poleg kinematičnih pogojev upoštevani še vplivi različnih fizikalnih dejavnikov, kot oblika vključkov, agregatno stanje vključkov, adsorbcija površinsko aktivnih primesi, medfazne napetosti v sistemu tekoče jeklo-oksadni vključek-žlindra, ...

Teoretične študije so ponekod dopolnjene s praktičnimi primeri.

UVOD

Po dodajanju dezoksidantov v jeklo se tvorijo oksidi kot dezoksidacijski produkti. Najpogostejše oblike teh oksidov so Al_2O_3 , SiO_2 , MnO , TiO_2 , ...

Da dosežemo dobro kvaliteto jekla, je potrebno, da se večina teh oksidov odstrani. O mehanizmu nastajanja vključkov in o njihovem odstranjevanju je precej različnih mnenj. Jasno pa je, da so to kompleksni problemi in prav zato je verjetno zelo težko postaviti neke teoretične parametre, ki bi upoštevali vse možne vplive. Na obnašanje vključkov pa predvsem vplivajo temperatura taline, oziroma njena viskoznost, agregatno stanje vključka in površinske napetosti med vključki in talino, oziroma žlindro.

V nadaljevanju so opisane teoretične osnove nastajanja, rasti in izločanja oksidnih vključkov, površinske napetosti na faznih mejah, ... na izločanje vključkov.

1. Nukleacija oksidnih vključkov v tekočem jeklu

Po klasični teoriji je potrebno delo, da lahko nastane delec, naslednje:

$$\Delta G = 4\pi r^2\sigma + \frac{4}{3}\pi r^3 \cdot \frac{\Delta G_0}{V} \quad (1)$$

σ = površinska napetost med osnovo in novo fazo
 r = polmer delca

ΔG_0 = razlika v Gibbsovi prosti entalpiji med osnovo in novo fazo

V = molarni volumen nove faze

Na sliki 1 je prikazana odvisnost proste tvorbene entalpije od velikosti delca. Kritični polmer r^+

je polmer najmanjšega skupka molekul nove faze, ki bo spontano rasla. Ta radij dobimo z odvajanjem enačbe (1) v ekstremu krivulje $\Delta G(r)$:

$$r^+ = -\frac{2\sigma V}{\Delta G_0} \text{ pri } \frac{dG}{dr} = 0 \quad (2)$$

Potrebno delo za nastanek takega delca pa je:

$$\Delta G^+ = \frac{16\pi\sigma^3 V^2}{3 \cdot \Delta G_0^2} \quad (3)$$

Minimalno delo, ki je potrebno, da se tvori kritični prvi delec iz taline je ΔG^+ .

Nova faza se lahko tvori le v prenasičeni talini. Po Doringu in Buckleju, katerih trditve privzemajo tudi drugi avtorji^{1,2,3,4}, je potrebna stopnja prenasičenja podana z izrazom:

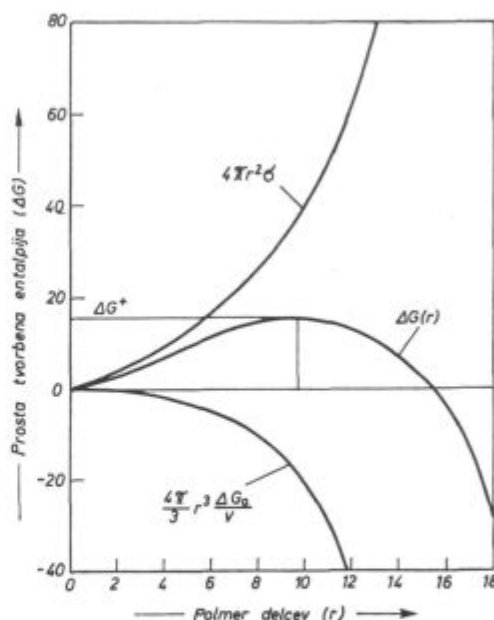
$$I = A_0 \exp(-\Delta G^+ / kT) \quad (4)$$

kjer pomeni:

I = nukleoni/cm³ · s

A_0 = konstanta ($\sim 10^{27}$ /cm³ · s)

k = Boltzmannova konstanta (erg · st⁻¹)



Slika 1
Odvisnost proste tvorbene entalpije od velikosti delca

Fig. 1
Relationship between free enthalpy of formation and the particle size

Mgr. Vasilij Prešern, dipl. inž. metalurgije, samostojni raziskovalec Metalurškega inštituta v Ljubljani.

Za heterogene nukleacije, to je kadar se tvorijo kali s pomočjo drugih vrst delcev, veljajo spremenjene enačbe^{1, 4, 5}:

$$\Delta G_{\text{het}}^+ = \Delta G^+ \cdot f(\Theta) \quad (5)$$

Stični kot med nukleonom in podlago je Θ :

$$f(\Theta) = \frac{1}{4} \cdot (2 + \cos \Theta) (1 - \cos \Theta)^2 \quad (6)$$

Število nukleonov je sedaj:

$$I_{\text{het}} = B \cdot f(\Theta)^{1/6} \exp(-\Delta G_{\text{het}}^+ / k \cdot T) \quad (7)$$

Stopnjo prenasíčenja taline dobimo s pomočjo naslednje enačbe⁶:

$$\Delta G_{\text{kali}} = -RT \ln \frac{K_a}{K} \quad (8)$$

K — topnostni produkt dejanske reakcije dezoksidacije

K_a — topnostni produkt prenasíčene raztopine

Ze majhne spremembe v stopnji prenasíčenja $\frac{K_a}{K}$

povzročajo veliko večje spremembe v pogostosti nukleacije.

V odvisnosti od stopnje prenasíčenja je Knüppel⁶ podal srednji polmer kali r_k :

$$r_k = \frac{2\sigma_{s1} \cdot M}{\rho \cdot RT \ln(c_r/c)} \quad (9)$$

c_r/c = prenasíčenje

ρ = gostota vključka (gcm^{-3} — še v tekoči fazi)

σ_{s1} = srednja specifična prosta površinska energija med talino in kaljo (ergcm^{-2})

Zaradi medfaznih napetosti imajo kristalčki v primerjavi z večjimi kristali višji kemični potencial in torej prej lahko tvorijo kal.

Iz enačbe (9) je razvidno, da je srednji polmer r_k kali tem manjši in zato verjetnost tvorbe kali tem večja, čim večje je prenasíčenje.

Predpostavimo, da se v eni sekundi tvori en kubični centimeter taline en nukleon ($I = 1$); tedaj lahko dobimo ΔG_o za kritično prenasíčenje:

$$\Delta G^+ = \frac{16\pi \sigma^3 V^2}{3 \cdot \Delta G_o^2}$$

$$I = 1 = A_o \exp(-\Delta G^+ / k \cdot T)$$

in sledi, da je

$$\Delta G^+ = \frac{k \cdot T \cdot \log A_o}{2,303} \quad (10)$$

S kombiniranjem enačb (3) in (10) dobimo:

$$\Delta G_o = -6,2 \cdot V \cdot \left(\frac{\sigma^3}{k \cdot T \cdot \log A_o} \right)^{1/2} \quad (11)$$

(minus je zato, ker ima le negativen ΔG fizikalni pomen)

Z vstavitvijo enačbe (11) v enačbo za prenasíčenje (8) dobimo:

$$\log \frac{K_a}{K} = \frac{2,7 \cdot V}{RT} \cdot \left(\frac{\sigma^3}{k \cdot T \cdot \log A_o} \right)^{1/2} \quad (12)$$

Iz enačbe se vidi, kako važne so površinske napetosti med talino in kaljo, saj je potrebno prenasíčenje raztopine odvisno od tretje potence površinskih napetosti.

2. Rast vključkov

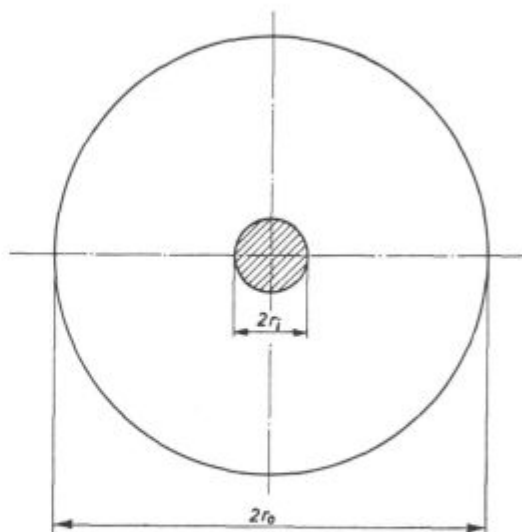
Ko vključek prične rasti, to je pri $t = 0$, sta kisik in dodani dezoksidant homogeno razporejena po tekočem jeklu. Domnevamo, da so vsi nukleoni enaki po velikosti in enakomerno razporejeni. Že kratek hip po nukleaciji se na fazni meji med vključkom in talino vzpostavi ravnotežje. Rast vključka bo od tega trenutka dalje odvisna le od difuzije reaktantov na površino vključka. Naj bo število rastočih vključkov konstantno (Z na $\text{cm}^3 = \text{konst.}$) in vsak vključek naj ima svoje krožno difuzijsko območje z radijem r_o (slika 2):

$$r_o = \left(\frac{3}{4\pi Z} \right)^{1/3} \cong 0,62 \cdot Z^{-1/3} \quad (13)$$

Turkdogan² je postavil naslednje mejne pogoje za difuzijski proces:

- (i) $C = C_o, r_1 < r < r_o, t = 0$
- (ii) $C = C_i, r = r_i, t > 0$
- (iii) $\frac{dc}{dr} = 0, r = r_o, t > 0$

r_i - trenutni polmer rastočega vključka
 r_o - polmer krožne difuzijske celice



Slika 2
Difuzijsko območje (s polmerom r_o) rastočega delca (s polmerom r_i)

Fig. 2
Diffusion region (radius r_o) of growing particle (radius r_i)

kjer pomeni:

C = koncentracija kisika v jeklu (gatom kisika cm^{-3}), indeks o je za začetno sestavo, indeks i pa za koncentracijo v ravnotežju z dezoksidacijskim produktom

r = krožna razdalja od sredine naraščajočega vključka

Ham⁷ je s pomočjo teh mejnih pogojev dobil enačbo:

$$r_i = r_o \left(\frac{C_o - C_m}{C_s} \right)^{1/3} \quad (14)$$

C_s = koncentracija kisika v vključku (gatom kisika cm^{-3})

C_m = koncentracija snovi, ki difundira (velja, da je $r_i \ll r_o$)

Ham je za C_s privzel neko srednjo vrednost za oksidni vključek $C_s = 0.08$ gatomov kisika cm^{-3} . Če namesto koncentracije kisika v gatomih cm^{-3} uporabimo kar utežne odstotke in enačbo primerno preuredimo, dobimo:

$$r_i = 0,379 \cdot r_o \cdot (\% O_o - \% O_m)^{1/3} / \text{cm} \quad (15)$$

kjer je $\% O_o - \% O_m$ zmanjšanje koncentracije kisika v času t .

3. Izločanje vključkov

Kadar v talini ni močnih konvektivnih premešavanj ($Re < 1$), se hitrost dvigovanja trdnih vključkov določa s Stokesovo enačbo^{2, 8, 9}:

$$v = \frac{2}{9} \cdot \frac{\rho_m - \rho_{vklj}}{\eta} \cdot g \cdot r^2 \quad (16)$$

g = pospešek prostega pada

$\rho_m - \rho_{vklj}$ = razlika v gostotah med tekočim jeklom in vključkom

η = viskoznost jekla

r = polmer vključka

Gurevič in Stroganov⁸ sta za vključke z $r = 20 \cdot 10^{-4}$ cm izračunala $v = 2,18 \cdot 10^{-2}$ cm/sek, za vključke z $r = 2,5 \cdot 10^{-4}$ pa $v = 0,034 \cdot 10^{-2}$ cm/sek, če sta v enačbo (16) vstavila:

$$g = 981 \text{ cm/sek}^{-2}$$

$$\rho_m = 6,9 \text{ g cm}^{-3}$$

$$\rho_{vklj} = 3,9 \text{ g cm}^{-3}$$

$$\eta_m = 0,030 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{sek}^{-1}$$

Ista avtorja sta podala tudi izraz za izračun hitrosti, kadar gre za konvektivna premešavanja ($1 < Re < 5$). Minimalna hitrost toka kopeli, ki je potreben, da je možno odnašanje vključkov s premerom d_{vklj} , je:

$$v^2 = \frac{4}{3} \cdot \frac{1}{f} \cdot g \cdot d_{vklj} \cdot \frac{\rho_m - \rho_{vklj}}{\rho_m} \quad (17)$$

Pri turbolentnem gibanju ($Re > 5$) pa velja enačba:

$$v^2 = k \cdot \left[\frac{g \cdot (\rho_{vklj} - \rho_m)}{\rho_{vklj}} \right]^{1/2} \quad (18)$$

Za velike vključke je po Leviču¹⁰ hitrost dvigovanja:

$$v = \left(\frac{4 \cdot \rho_{vklj} \cdot g \cdot \sigma}{k \cdot \rho_m^2} \right)^{1/2} \quad (19)$$

σ = medfazna napetost na meji jeklo — vključek

k = koeficient, ki ureja enote

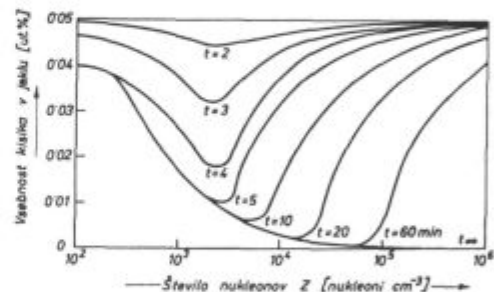
Hitrost dvigovanja v tem primeru torej sploh ni odvisna od velikosti vključka, močno pa je odvisna od medfazne napetosti, ki je odvisna predvsem od vrste, pa tudi od oblike vključka.

3.1 Vpliv oblike vključka

S Stokesovim zakonom računamo hitrost okroglih delcev. Drugačne oblike delcev pa imajo različne hitrosti, kajti upor, ki ga delec pri izločanju povzroča, je zelo odvisen od geometrijske oblike delca. Najmanjši upor je pri okroglih delcih; oglati in ploščati imajo večji upor in zato tudi manjše hitrosti dvigovanja. Vpliv oblike vključka pa je odvisen tudi od velikosti vključka. Pri manjših vključkih je vpliv oblike površine bistveno večji kot pri večjih vključkih.

3.2 Vpliv kritičnega števila nukleonov na izločanje vključkov

Oksidni nukleoni se tvorijo pri reakciji dezoksidacije s procesom homogene nukleacije v predelih, ki so bogati z raztopljenim dezoksidantom. Prenasičenje v jeklu po dodatku dezoksidanta ni primerno za homogeno nukleacijo vključkov in zato se v primeru, da je $Z < Z_m$ (Z_m = kritično število nukleonov), tvorijo relativno veliki vključki, ki hitro splavajo iz taline, vendar ostane v talini še precej nevezanega kisika. Odnos med Z_m , poprečnim kisikom v jeklu in časom po dodatku dezoksidanta je po Turkdoganu² prikazan na sliki 3.



Slika 3
Odnosnost celotne vsebnosti kisika v jeklu od števila nukleonov in časom po dodatku dezoksidanta²

Fig. 3
Relationship between the overall oxygen content in steel and the number of nucleation sites and the time after the deoxidant was added²

ka velja za začetno vsebnost kisika v jeklu 0,05 % in globino jeklene kopeli $L_0 = 200$ cm.

Kritično število nukleonov je ustrezno minimumu na sliki 3. V primeru, da je $Z < Z_m$, so levo od minimuma vsebnosti prostega kisika v jeklu skoraj brez vključkov.

V primeru, da je $Z > Z_m$, pa vključki relativno hitro dosežejo končno velikost. Vendar so majhni in zato flotacija težko in počasi poteka (po Stokesovem zakonu je hitrost proporcionalna kvadratu polmera vključkov). Zato ostane v jeklu veliko vključkov. Krivulje desno od minimuma pomenijo torej poprečno vsebnost kisika v vključkih, če je bilo jeklo dezoksidirano do ravnotežja.

Na število nukleonov Z se da vplivati s količino dezoksidanta, ali je dezoksidant dodan kot ferozlitina ali kot čista kovina; kritično število nukleonov je odvisno tudi od globine kopeli, razpoložljivega časa, kisika, ki ga je potrebno odstraniti ter tudi od medfaznih napetosti med jeklom in vključkom. Dejstvo pa je, da lahko učinkovitost dezoksidacije in s tem boljšo odpravo predvsem manjših vključkov dosežemo tudi z umetno ustvarjenim gibanjem taline.

3.3 Vpliv agregatnega stanja

Izločanje tekočih okroglih vključkov v enokomponentni talini poteka po enačbi⁹:

$$v = \frac{2}{3} \cdot \frac{(\rho_m - \rho_{vklj}) \cdot g \cdot r^2}{\eta} \cdot \frac{\eta + \eta'}{2\eta + 3\eta'} \quad (20)$$

Viskoznost tekočih oksidnih vključkov je večja kot viskoznost železa in pri $\eta' \geq 1P$ dobimo iz enačb (16) in (20) približno enake hitrosti. Hitrost nekaterih zelo dobro tekočih silikatov železa in mangana ($\eta' \cong 0,05 P$) je po enačbi (20) za ca. 20 % večja kot po enačbi (16).

3.4 Vpliv površinsko aktivnih primesi

Adsorbcija površinsko aktivnih primesi, ki so prisotne v jeklu, npr. S, P, Mn, Si, C, ... vpliva na hitrost izločanja tekočih vključkov. Vpliv se vidi iz enačbe⁹:

$$v = \frac{2}{3} \cdot \frac{(\rho_m - \rho_{vklj}) \cdot g \cdot r^2}{\eta} \cdot \frac{\eta + \eta' + \gamma}{2\eta + 3\eta' + 3\gamma} \quad (21)$$

γ = koeficient zaviranja

V odvisnosti od velikosti in hitrosti adsorbcije ima koeficient zaviranja vrednosti od $\gamma = 0$ do $\gamma \gg \eta + \eta'$, to je, kadar se tekoče kapljice dvigujejo kot trden delček.

Odvisnost γ od površinskih lastnosti in od hitrosti adsorbcije podaja naslednja zveza:

$$\gamma = \frac{2 \cdot \Gamma_0}{3 \cdot \alpha \cdot r} \cdot \frac{d\sigma}{d\Gamma_0} \quad (21 a)$$

Γ_0 = ravnotežna adsorbcija pri koncentraciji površinsko aktivne snovi C_0

α = skupna hitrost adsorbcije, določena z razliko med hitrostjo adsorbcije $\frac{dQ_1}{d\tau}$ in desorbcije $\frac{dQ_2}{d\tau}$

Po Gibbsu je:

$$\Gamma_0 = - \frac{C_0}{R \cdot T} \cdot \frac{d\sigma}{dC_0} \quad (22)$$

in:

$$d\sigma = - \Gamma_0 \cdot R \cdot T \cdot \frac{dC_0}{C_0} \quad (23)$$

S kombinacijo enačb (21 a) in (23) dobimo:

$$\gamma = \frac{2}{3} \cdot \frac{\Gamma_0^2 \cdot R \cdot T}{\alpha \cdot r \cdot C_0} \cdot \frac{dC_0}{d\Gamma_0} \quad (24)$$

4. Vpliv medfaznih napetosti na zmanjšanje nekovinskih vključkov v jeklu

Ker imamo opravka s tekočo kovino, z žlindro in z vključki, nastopajo napetosti med kovino in nekovinskimi vključki, med kovino in žlindro ter med žlindro in nekovinskimi vključki.

4.1 Sistem kovina-nekovinski vključek

Medfazne napetosti določujemo po enačbi:

$$\sigma_{vklj-k} = \sigma_{vklj} - \sigma_k \cdot \cos \Theta_1 \quad (25)$$

Površinske napetosti vključkov so za razne okside zelo različne^{11, 12, 13}:

$$\sigma_{SiO_2} = 245 \text{ erg} \cdot \text{cm}^{-2}$$

$$\sigma_{Al_2O_3} = 900 \text{ do } 945 \text{ erg} \cdot \text{cm}^{-2}$$

$$\sigma_{ZrO_2} = 640 \text{ erg} \cdot \text{cm}^{-2}$$

Kot Θ_1 med vključkom in kovino je sorazmerno velik in je npr. za vključke SiO_2 , ZrO_2 v jeklu, bogatemu z Ni, med 82° do 92° . Za vključek sestave $FeO-MnO-Fe_2O_3$ je medfazna napetost med jeklom in vključkom $180 \text{ erg} \cdot \text{cm}^{-2}$, za vključke $FeO-MnO-SiO_2$ (do 25 %) je $\sigma = 500 \text{ erg} \cdot \text{cm}^{-2}$, za vključke $CaO-Al_2O_3-SiO_2$ pa tudi 1000 in več $\text{erg} \cdot \text{cm}^{-2}$.

Medfazna napetost med jeklom in vključkom ima velik vpliv na hitrost izločanja manjših vključkov. Prav medfazna napetost je vzrok, da se vključki na bazi Al_2O_3 bolje izločajo kot SiO_2 , ker imajo vključki Al_2O_3 v primerjavi s SiO_2 na fazni meji vključek — jeklo večje medfazne napetosti, čeprav ima Al_2O_3 večjo gostoto in bi se moral po Stokesovem zakonu slabše, oziroma počasneje izločati. Povečanje medfazne napetosti in zmanjšanje adhezije na površini vključka omogočata povečanje hitrosti dvigovanja vključka, ker se zmanjša trenje.

4.2 Sistem kovina-žlindra

Medfazne napetosti lahko določujemo z enačbo^{14, 15}:

$$\sigma_{k-z} = (\sigma_k^2 + \sigma_z^2 - 2 \cdot \sigma_k \cdot \sigma_z \cdot \cos \Theta_2)^{1/2} \quad (26)$$

nekateri avtorji¹⁵ pa računajo z enačbo:

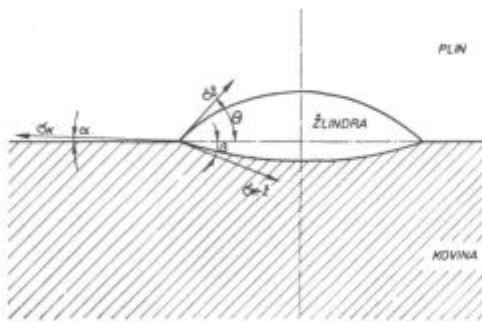
$$\sigma_{k-z} = \sigma_k - \sigma_z \cdot \cos \Theta_2 \quad (27)$$

Grafičen prikaz enačbe (27) je na sliki 4 — vendar smo predpostavili, da je stična ploskev med kovino in žlindro ravna in da je zato kot $\beta = 0$.

Površinske napetosti za nekatere žlindre so:

$\sigma_{\text{CaO-Al}_2\text{O}_3}$	= 520 — 660 erg . cm ⁻²
$\sigma_{\text{ANF-6 (EPZ - žindra)}}$	= 260 erg . cm ⁻²
$\sigma_{\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2 (10 \%)}$	= 515 erg . cm ⁻²
$\sigma_{\text{bele žlin. EP}}$	= 400 erg . cm ⁻²

Stični kot Θ_2 med jeklom in žlindro je navadno oster in je npr. za bele žlindre iz elektro peči med 44 in 53°.



Slika 4

Shema površinskih napetosti med žlindro in tekočo kovino

Fig. 4

Scheme of surface tensions between the slag and the molten metal

4.3 Sistem nekovinski vključek-žlindra

Medfazno napetost med vključkom in žlindro računamo po enačbi:

$$\sigma_{\text{vklj-z}} = \sigma_v - \sigma_z \cdot \cos \Theta_3 \quad (28)$$

Kot med žlindro in površino trdnega vključka je vedno oster in vedno zelo majhen v primeru oksidnih vključkov. Zato enačbo (28) lahko poenostavimo in pišemo¹⁷:

$$\sigma_{\text{vklj-z}} = \sigma_v - \sigma_z \quad (29)$$

Za vključke Al_2O_3 v žlindrah¹⁷ s CaO , Al_2O_3 in dodatki TiO_2 , ZrO_2 , MgO in NaF je kot Θ_3 med 0 in 13°, za SiO_2 vključke pa med 0 in 18°.

4.4 Sistem jeklo-nekovinski vključek-žlindra

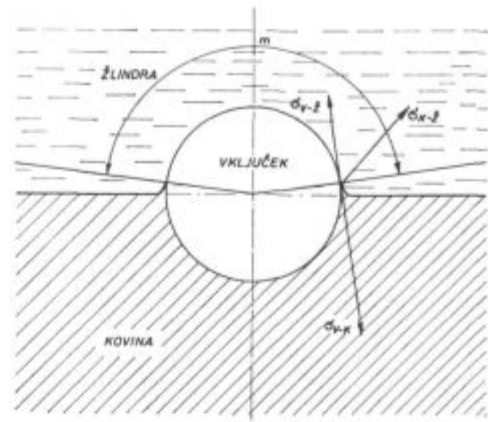
Žlindre lahko sprejmejo vključke le, če je sprememba proste energije ΔG negativna. Sistem jeklo — nekovinski vključek — žlindra je shematsko prikazan na sliki 5 in za tak sistem velja:

$$\Delta G = -4 \cdot \pi \cdot r^2 \cdot m (\sigma_{\text{vklj-k}} + \sigma_{k-z} - \sigma_{\text{vklj-z}}) \quad (30)$$

m = del površine vključka, ki je v kontaktu z žlindro

Z vstavitvijo enačb (25), (27) in (29) v enačbo (30) dobimo:

$$\Delta G = -4 \cdot \pi \cdot r^2 \cdot m (\sigma_{k-z} - \sigma_k \cdot \cos \Theta_1 + \sigma_z) \quad (31)$$



Slika 5

Shematski prikaz sistema jeklo-nekovinski vključek-žlindra.

Fig. 5

Schematic diagram of the steel-nonmetallic inclusion — slag system

Iz enačbe sledi, da je prehod vključka v žlindro mogoč le, če je $\sigma_{\text{vklj-k}} + \sigma_{k-z} > \sigma_{\text{vklj-z}}$ oziroma, ko je $\sigma_{k-z} - \sigma_k \cdot \cos \Theta_1 + \sigma_z > 0$. Prehod je lažji, če je kontakt med žlindro in vključkom večji, vidi pa se tudi precejšen vpliv velikosti vključka na vrednost za spremembo proste energije.

ZAKLJUČEK

V članku so opisane teoretične osnove za nukleacijo, rast in izločanje oksidnih vključkov. Prikazane so termodinamične zahteve, da pride do nukleacije, podane so difuzijske enačbe in mejni pogoji, ki narekujejo rast vključkov.

V mirni homogeni talini se vključki izločajo po Stokesovem zakonu in je hitrost dvigovanja odvisna predvsem od velikosti vključkov; pri $Re > 1$ pa vpliv velikosti vključkov ni več tako pomemben in prav zato je potrebno premešavanje taline — lahko že v pečeh z indukcijskimi mešalci ali pa v ponovci, npr. z argonom, da dosežemo boljše izločanje majhnih vključkov.

Prikazali smo vpliv števila nukleonov na rast in število vključkov, s tem pa tudi na končno vsebnost skupnega kisika v jeklu. Iz slike 3 je razvidno, da je npr., pri globini jeklene kopeli 200 cm in začetni vsebnosti kisika 0,05 % potrebno število kali $10^4/\text{cm}^3$ in čas po dodatku dezoksidanta ca. 20 minut, da je končna vsebnost kisika v jeklu ca. 0,001 %.

V nadaljevanju so opisani vplivi raznih dejavnikov na izločanje vključkov: oblika vključkov, agregatno stanje vključkov in vpliv površinsko aktivnih primesi v jeklu, kot so S, P, Mn, Si, C, ki zmanjšujejo hitrost izločanja vključkov.

V zadnjem poglavju pa so prikazani vplivi medfaznih napetosti na zmanjšanje nekovinskih vključkov. Proučili smo te napetosti v sistemu kovina — nekovinski vključek, kovina — žlindra in sistemu jeklo — nekovinski vključek — žlindra. Prehod vključka iz jekla v žlindro je mogoč le, če je $\sigma_{\text{vklj-k}} + \sigma_{k-z} > \sigma_{\text{vklj-z}}$.

Literatura:

1. Turpin M. L., Elliot J. F.: Nucleation of oxide inclusions in iron melts, *Journal of the Iron and Steel Institute* (London), March 1966, 217—225.
2. Turkdogan E. T.: Nucleation, growth, and flotation of oxide inclusions in liquid steel, *Journal of the Iron and Steel Institute*, September 1966, 914—919.
3. Povolockij D. J., Kožurov V. A., Rošin V. E.: O vlijanii poverhnostnih svojstv na udalenie nemetalličeskikh vključenij iz židkoy stali, *Izvestija visših učebnijh zavedenij, Černaja metallurgija* (Moskva), 1967, No 11, 20—24.
4. Lacmann R.: Volmersche Keimbildungstheorie, *Kinetik metallurgischer Vorgänge bei der Stahlherstellung* (Düsseldorf) Verlag Stahleisen M. B. H., 1972, 400—420.
5. Hirth J. P., G. M. Pound: *Condensation and evaporation. Nucleation and growth Kinetics*, Oxford Press, 1963.
6. Knüppel H.: Desoxydation und vakuumbehandlung von Stahlschmelzen, Verlag Stahleisen M. B. H., Düsseldorf, 1970.
7. Ham F. S.: *J. Phys. Chem. Solids*, 1958, No 6, 335—351.
8. Gurevič J. G., Stroganov A. I.: Izmenenie soderžanija nemetalličeskikh vključenij v židkoy stali v processe ih vsplivanija, *Izvestija visših učebnijh zavedenij, Černaja metallurgija* (Moskva), 1967, No 7, 41—45.
9. Popel S. I., Derjabin A. A.: Faktori, vlijajošie na skorost vsplivanija vključenij v stali, *Izvestija visših učebnijh zavedenij, Černaja metallurgija* (Moskva), 1967, No 4, 25—29.
10. Levič V. G.: *Fiziko-himičeskaja gidrodinamika*, Moskva, Fizmatgiz, 1959.
11. Kingery W. D.: Role of Surface Energies and Wetting in Metal-Ceramic Sealing, *American Ceramic Society Bulletin*, 1956, 35, No 3, 108—112.
12. Allen B. C., Kingery W. D.: *Tran. AIME*, 215, 1959, 30.
13. Kozakevič P., Olette M.: Rôle des phénomènes superficiels dans le mécanisme d'élimination des inclusions solides, *Revue de Métallurgie* (Paris), Octobre 1971, 635—646.
14. Akira Adachi, Kazami Ogino, Naoshi Inone: Measurement of Interfacial Tension between Molten Graphite Saturated Iron and CaO-SiO₂-Al₂O₃ Slags, *Journal of The Iron and Steel Institute Japan* (Tokio), 1963, 49, No 10, 1331—1332.
15. Smoljarenko V. D., Jakušev A. M., Edneral F. P.: Mežfaznoe natjaženie na granice železo-izvestkovno-glinozemistie šlaki s dobavkami SiO₂, MgO, i Na₃AlF₆ pri 1600° C, *Izvestija visših učebnijh zavedenij, Černaja metallurgija* (Moskva), 1965, No 3, 36—40.
16. Jakušev A. M., Smoljarenko V. D., Edneral F. P.: Mežfaznoe natjaženie židkoy stali na granice s beljim šlakom elektroplovki, *Izvestija visših učebnijh zavedenij, Černaja metallurgija* (Moskva), 1966, No 11, 35—38.
17. Evseev P. P., Filippov S. F.: Vlijanie mežfaznih javlenij na očišćenie metalla ot nemetalličeskikh vključenij, *Izvestija Akademii Nauk SSSR, Metalli* (Moskva), 1968, No 3, 57—64.

ZUSAMMENFASSUNG

Im Artikel sind die theoretischen Bedingungen für die Entstehung, das Wachsen und Ausscheiden oxydischer Einschlüsse beschrieben. Nach den thermodynamischen Gesetzen ist der kritische Halbmesser, das heisst der kleinste Durchmesser einer Molekülgruppe, welche spontan aufwächst gleich:

$$r^* = - \frac{2 \cdot \sigma \cdot V}{\Delta G_0}$$

Die nötige Arbeit für die Entstehung eines solchen Teilchens ist

$$G^* = \frac{16 \cdot \Pi \cdot \sigma^3 \cdot V^2}{3 \Delta G_0^2}$$

Das Wachsen des Einschlusses ist nach der beendigten Nucleation nur von der Diffusion der Reaktante auf die Oberfläche des Einschlusses abhängig. Es hat sich gezeigt, dass für einen vorübergehenden Halbmesser eines wachsenden Einschlusses die folgende Abhängigkeit gilt:

$$r_1 = r_0 \left(\frac{C_0 - C_m}{C_s} \right)^{1/3}$$

Paper describes theoretical conditions of formation, growth, and precipitation of oxide inclusions. From thermodynamic relations, the critical radius, i. e. the smallest radius of gathered molecules which will spontaneously grow into nuclei, was determined:

$$r^* = - \frac{2 \cdot \sigma \cdot V}{\Delta G_0}$$

The necessary work of formation is thus:

$$G^* = \frac{16 \cdot \Pi \cdot \sigma^3 \cdot V^2}{3 \Delta G_0^2}$$

Die Ausscheidungsgeschwindigkeit der Einschlüsse ist vor allem von der Grösse der Zahl für Re abhängig. Bei $Re < 1$ gilt die Gleichung (16) bei $1 < Re < 5$ gilt die Gleichung (17) bei der turbulenten Radbewegung $Re > 5$ die Abhängigkeit (18).

Der Einfluss der Form, des Aggregatzustandes des Einschlusses und der oberflächenactiven Elemente (S, P, Mn, Si, C...), welche alle die Ausscheidungsgeschwindigkeit der Einschlüsse behindern, ist gezeigt.

Am Ende des Artikels ist der Einfluss der Zwischenphasenspannung auf die Verminderung der nichtmetallischen Einschlüsse im flüssigen Stahl gezeigt. Die Schlacke kann die Einschlüsse aufnehmen, wenn die Umänderung der freien Energie negativ ist:

$$\Delta G = -4 \cdot \Pi \cdot r^2 \cdot m (\sigma_{\text{einsc-m}} + \sigma_{\text{m-s}} - \sigma_{\text{einsc-s}})$$

Es folgt aus der Gleichung, dass ein Übergang des Einschlusses aus flüssigem Stahl in die Schlacke nur möglich ist, wenn $\sigma_{\text{einsc-m}} + \sigma_{\text{m-s}} > \sigma_{\text{einsc-s}}$.

SUMMARY

Growth of the inclusion after completed nucleation depends only on diffusion of reactants to the inclusion surface. The following relationship was found for variation of radius of the growing inclusion:

$$r_1 = r_0 \left(\frac{C_0 - C_m}{C_s} \right)^{1/3}$$

Precipitation rate of inclusions depends mainly on the Reynolds number. When $Re < 1$ equation (16) is valid, for $1 < Re < 5$ equation (17), and in turbulent motion of the melt ($Re > 5$) relationship (18) can be applied.

Influence of the inclusion shape, of its state, and of surface active impurities in steel (S, P, Mn, Si, C...) inhibiting precipitation of inclusions is presented.

At the end of the paper, influence of interphase pressure on reduction of non-metallic inclusions in molten

steel is shown. Slag can accept inclusions if the change of free energy is negative:

$$\Delta G = -4 \cdot \Pi \cdot r^3 \cdot m (\sigma_{\text{incl.-m}} + \sigma_{\text{m-s}} - \sigma_{\text{incl.-s}})$$

The above equation shows that inclusion can go from molten steel into slag only when $\sigma_{\text{incl.-m}} + \sigma_{\text{m-s}} > \sigma_{\text{incl.-s}}$.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В статье рассмотрены теоретические условия образования, роста и выделения оксидных включений. При помощи термодинамических закономерностей определено, что критический радиус, т. е. наименьший радиус накопления молекул равняется:

$$r^* = -\frac{2 \cdot \sigma \cdot V}{\Delta G_0}$$

Затрата работы, необходимая для образования такой частицы составляет:

$$G^* = \frac{16 \cdot \Pi \cdot \sigma^3 \cdot V^2}{3 \Delta G_0^2}$$

Рост оксидного включения по окончании нуклеации зависит только от диффузии частиц на поверхность включения. Установлено, что для моментального радиуса во время роста действительна следующая зависимость:

$$r_1 = r_0 \left(\frac{C_0 - C_m}{C_s} \right)^{1/3}$$

Быстрота выделения включений зависит главным образом от величины числа Re. При $Re < 1$ действительно уравнение (16), при $1 < Re < 5$ - уравнение (17), а при турбулентном движении расплава ($Re > 5$) - зависимость (18). На выделение оксидных включений рассмотрены также влияния: форма включения, агрегатное состояние и состояние поверхности активных примесей в стали (S, P, Mn, Si, C...), которые все без исключения препятствуют быстрой выделению оксидных включений.

Приведено влияние межфазовых напряжений на снижение неметаллических включений в расплавленной стали. Шлак в состоянии абсорбировать включения если изменение свободной энергии отрицательное.

$$\Delta G = -4 \cdot \Pi \cdot r^3 \cdot m (\sigma_{\text{вкл.-расп.}} + \sigma_{\text{расп.-шлак}} - \sigma_{\text{вкл.-шлак}})$$

Из уравнения следует, что переход включения из расплавленной стали в шлак возможен только в случае если:

$$\sigma_{\text{вкл.-расп.}} + \sigma_{\text{расп.-шлак}} > \sigma_{\text{вкл.-шлак}}$$

SLOVENSKE
ŽELEZARNE

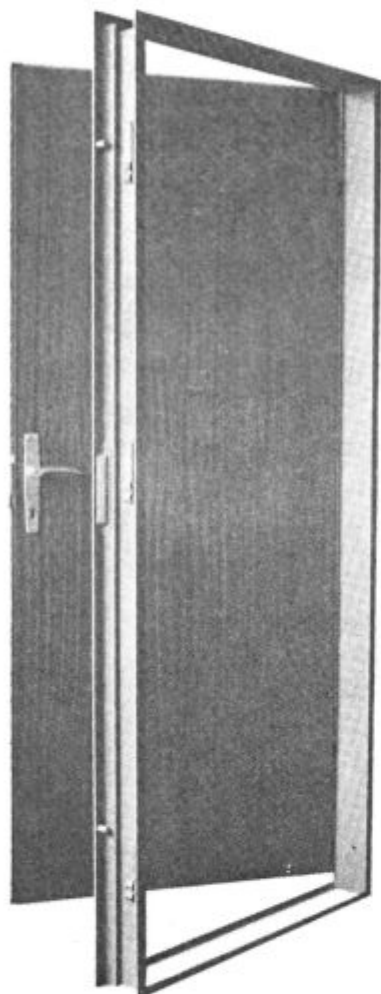


ŽELEZARNA JESENICE

KOVINSKI PODBOJ ZA VRATA

NOVI IZDELEK

ARHITEKTI !
PROJEKTANTI !
INVESTITORJI !
GRADBENIKI !



UPORABA KOVINSKIH PODBOJEV

Sodobna tehnika v gradbeništvu, posebne zahteve na specializiranih objektih, ter ne nazadnje vse večje pomanjkanje lesa so bili osnovni vzroki, da so gospodarsko razvite države vpeljale in vse bolj uporabljajo kovinske vratne podboje.

Največji porast je narekovala gradnja večjih stanovanjskih naselij, ki omogočajo uporabo moderne tehnologije in s tem pocenitev gradnje. Pri tem se znatno zmanjšujejo obrtniška dela.

Veliko prednost pri gradnji imajo kovinski podboji. Pri uporabi kovinskih in drugih opažev in predvsem tunelskih, se kovinski podboj vgradi med opaž, nato se zalivajo stene in stropi z betonom. Vлага pri tem ne škoduje podboju, saj je protikorozijsko zaščiten s plastjo fosfatov in osnovnega laka. Zapiranje vrat pri kovinskih podbojih je mehko in neslišno, ker krilo nalega na tesnilo iz gume.

Zahteva po kovinskem podboju se pokaže tudi pri zgradbah za posebne namene kot so:

- bolnišnice
- zdravstveni domovi
- šole in varstveni domovi
- javne zgradbe in drugo.

V teh primerih se kažejo prednosti kovinskih podbojev, zaradi:

- lažjega čiščenja in dezinficiranja
- onemogočajo možnosti razmnoževanja zajedalcev, plesni, mikrobov itd., ker imajo podboji boljši stik z zidom
- večje odpornosti proti mehanskim poškodbam.

Po posebni zahtevi je možno izdelati tudi podboje iz nerjavečega jekla.

Naštete prednosti nudijo zadovoljstvo tudi pri vgradnji v stanovanjske objekte.

Kovinske podboje izdelujemo na modernih linijah, ki omogočajo točne dimenzije podbojev.

Mokromontažni, tunelski in sestavljivi podboj je razvit v našem razvojnem oddelku v sodelovanju z vodilnimi evropskimi proizvajalci, kakor tudi naše lesne in gradbene industrije, ter projektantskimi organizacijami. Razvoj seveda ni končan in zato vas prosimo za sodelovanje pri razvijanju še boljših kovinskih podbojev.

Kovinske vratne podboje izdelujemo v različnih variantah, predvsem pa: navadne (mokromontažne) tunelsko in suhomontažne, po želji tudi z nadsvetlobo

Uporaba rastrske elektronske mikroskopije pri raziskavah ledeburitnih orodnih jekel

UDK: 620.187 : 669.15-194.58

ASM/SLA: TSh, M 21 e

Jože Rodič

Rastrska elektronska mikroskopija (REM) predstavlja novo in zelo zanimivo področje, ki ima velik pomen za raziskave visokolegiranih orodnih jekel ledeburitnega tipa.

Opisana je uporabnost REM pri raziskavah značilnosti in morfologije prelomov, pri raziskavah mikrostruktur na jedkanih metalografskih obrusih, pri študiju karbidnih izolatov in konfiguracije površine preizkušancev po elektrolitski izolaciji.

Za povezavo z dokumentacijo klasičnih metalografskih preiskav so bile izvršene REM preiskave po sistemu matričnega programa za vse variante toplotne obdelave, od žarjenega in izrazitega podkaljenega stanja do popolnega pregretja na izjemno visokih temperaturah avstenitizacije, od nizkotemperaturnega do visokotemperaturnega popuščanja pri enakih stopnjah direktne povečave.

V članku so navedene samo glavne zanimivosti iz tega obširnega programa in podani predlogi za tipizacijo pogojev preiskovanja pri nadaljnjih raziskavah tovrstnih jekel.

UVOD

Najpomembnejša prednost rastrske elektronske mikroskopije je velika globinska ostrina tudi pri velikih povečavah, ki nam pri posnetkih prelomnih površin mikromorfoloških preiskav odkriva značilnosti morfologije v odvisnosti od makro in mikrostrukture. Razumljivo je, da je že zaradi tega želja po uporabi te metodike upravičena posebno pri raziskavah ledeburitnih orodnih jekel, pri katerih je stopnja heterogenosti strukture zelo odvisna od pogojev izdelave, predelave in toplotne obdelave jekla. Podobne možnosti nudi pri mikrofraktografskih preiskavah tudi presevani elektronski mikroskop, ki ima celotno prednost, vendar je rastrski elektronski mikroskop večkrat primernejši zaradi preprostejše priprave preizkusnih vzorcev in možnosti neposrednega opazovanja večjih površin, kar predstavlja veliko prednost v neposredni povezavi s klasičnimi metalografskimi preiskavami.

Zgradbo in način delovanja rastrskega elektronskega mikroskopa je v *Železarskem zborniku*¹ že

opisal S. Kimoto, zato lahko povzamemo¹⁻⁴ le nekaj najpomembnejših ugotovitev in osnovnih informacij:

Rastrski elektronski mikroskop, ki ga bomo v nadaljnjem imenovali kar s kratico REM (nemško: Raster Elektronen Mikroskop, angleško: Scanning electron microscope, francosko: Microscope électronique par balayage), deluje v principu enako kot nam bolj poznani elektronski mikroanalizator. REM lahko postane elektronski mikroanalizator v splošnem pomenu, če omogoča rentgensko spektroskopijo.

Začetki razvoja REM segajo skoraj tako daleč nazaj kot razvoj običajnega transmisijskega elektronskega mikroskopa. Kljub temu pa je REM postal trgovsko uporaben instrument mnogo kasneje kot elektronski mikroanalizator in se širše uporablja šele v obdobju zadnjega desetletja.

V REM bombardiramo vzorec s finim fokusiranim elektronskim snopom, katerega presek zmanjšujeta elektromagnetni leči. Snop s premerom reda velikosti 100 Å ali manj udarja le ob eno točko vzorca, zato moramo zbrati podatke s številnih točk, da dobimo podobo površine vzorca.

Bistveni signal, ki ga daje bombardiranje vzorca z elektronskim snopom, so pri REM sekundarni elektroni, pri elektronskem mikroanalizatorju pa rentgenski žarki.

Med običajnimi načini delovanja je rastriranje elektronskega snopa po površini vzorca. Hkrati poteka tudi rastriranje na katodni cevi, ki je sinhronizirana z elektronskim snopom tako, da vsaka točka na katodni cevi ustreza točki na vzorcu.

Imamo seveda različne načine delovanja — črtno rastriranje, stacionarno obsevanje določenega mesta, ipd. — ki so bistveni za rentgensko mikroanalizo kot dopolnilo rastriranju. Vse možnosti uporabe REM podrobno obravnavata Reimer in Pfeferkorn³.

Pri različnih izvedbah aparatov imamo detektorje za več različnih vrst informacij po izbiri. Dvoje katodnih cevi za prikazovanje različnih slik ene poleg druge lahko zelo olajša interpretacijo, ko primerjamo različne vrste informacij.

S stališča ločilne zmožnosti ca 50 — 200 Å je REM most med optičnim mikroskopom in običajnim transmisijskim elektronskim mikroskopom, vendar je popolnoma edinstven instrument za stereoskopsko tridimenzionalno opazovanje z veliko globinsko ostrino in mnogostranostjo.

Jože Rodič je diplomirani inženir metalurgije in vodja službe za razvoj tehnologije, izdelkov in metalurške raziskave v Železarni Ravne.

Pri preiskavi hrapave površine je REM nepogrešljiv. Ne zahteva nobene priprave vzorca, oziroma kvečjemu, da naparimo tanko (100 Å) plast kovine in tako omogočimo prevajanje na izolacijski površini. Zamudna tehnika replik za običajni transmisijski mikroskop ne daje boljše ločljivosti, ampak pogosto povzroča popačenje. Te tehnike pa tudi ne moremo uporabiti pri zelo hrapavih, drobljivih in posebnih površinah.

REM lahko dodamo še napravo, ki omogoča rentgensko mikroanalizo. To odpira še nove možnosti izredno zanimivih raziskav.

PREISKAVE JEKLA Č 4850 — OCR 12 VM Z RASTRSKIM ELEKTRONSKIM MIKROSKOPOM*

Z rastrskim elektronskim mikroskopom (REM) smo izvršili sistematične preiskave ledeburitnega orodnega jekla Č.4850 — OCR 12 VM v okviru širokega programa raziskovalno razvojnega projekta ledeburitnih orodnih jekel v Železarni Ravne. Program raziskovalne naloge za uvajanje rastrske elektronske mikroskopije na področju metalografije orodnih jekel je obsegal preiskave.

- prelomnih ploskev,
- metalografskih obruskov,
- izoliranih karbidov in
- površine preizkušancev po elektrolitski izolaciji karbidov.

Za te preiskave smo izbrali vzorce v različnih stanjih toplotne obdelave, ki jih podaja tabela 1.

Tabela 1 — Pregled oznak vzorcev »P« Č.4850 — OCR 12 VM pri preiskavah na rastrskem elektronskem mikroskopu

Temperatura kaljenja °C	Kaljeno stanje	Popuščano 1 uro na:			
		250° C	500° C	600° C	700° C
900	P 1	P 4	P 7	P 9	P 10
980	P 21	P 24	P 27	P 29	P 30
1040	P 51	P 54	P 57	P 59	P 60
1080	P 61				
1240	P 101	P 104	P 107	P 109	P 110

PZ 5 — mehko žarjeno stanje

Sestava jekla: 1,52 % C, 11,4 % Cr, 0,82 % Mo, 0,92 % V

Ta izbira vzorcev, s katerimi so bile izvršene preiskave vplivov toplotne obdelave na trdoto in

*REM posnetke na prelomnih ploskvah in na jedkanih metalografskih obruskah je izvršil mag. Vili Bukošek, dipl. inž. z rastrskim elektronskim mikroskopom JEOL JSM-U 2 na Inštitutu za tekstilno tehnologijo Univerze v Ljubljani. Za ta pomemben prispevek k raziskovalnemu projektu ledeburitnih orodnih jekel se mu ob tej priliki posebej zahvaljujemo.

žilavost ter karakteristike mikrostruktur, omogoča neposredno povezavo vseh ugotovitev mehaniških in metalografskih preiskav v okviru omenjenega raziskovalnega projekta.

Rastrska elektronska mikroskopija je bila pri nas na tem področju prvič uporabljena, zato smo poleg omenjenih ciljev raziskave to priliko izkoristili predvsem za ustrezen razvoj metodike tovrstnih preiskav. Želeli smo izbrati optimalne preiskovalne pogoje in izdelati nekake primerjalne standarde, ki bi pri bodočih preiskavah te skupine jekel lahko služili kot solidna osnova na čimkrajši poti do zanesljivih ugotovitev. V nadaljevanju bomo podali le kratek povzetek tega obsežnega dokumentacijskega gradiva.

Prelome žilavostnih preizkušancev smo preiskovali neposredno ter poskrbeli za kontinuirno povezavo s klasičnimi fotografskimi posnetki prelomov v merilu 1 : 1 in pri povečavah 5× in 10×. Pri REM posnetkih smo uporabili povečave 100×, 300×, 1.000×, 3.000×, (6.000×), 10.000× in 20.000×. S sistematičnim povečevanjem detajlov je zagotovljena zelena povezava s klasičnimi preiskavami, obenem pa je bilo mogoče izbrati optimalne povečave, ki naj bi jih uporabili pri nadaljnjih preiskavah, tako da bi bili stroški v bodoče čim manjši in čas preiskave čim krajši. Z nadaljnjo vsebino in z zaključki bo dokumentirano, v kolikšni meri nam je to uspelo.

Podobno smo postopali pri REM posnetkih metalografskih obruskov. Preizkusili smo različne načine jedkanja in ugotovili, da jedkanje z nitalom in z Vilello, ki ga uporabljamo pri standardni metalografski tehniki tovrstnih jekel, povsem ustreza tudi za REM preiskave mikrostruktur. Če želimo posebej raziskovati karbide, njihovo velikost in obliko ter količino, pa je zelo primerno jedkalo Groesbeck (glej sliko 25).

Za povezavo s klasično metalografijo smo na istih obrusih izdelali posnetke mikrostruktur z navadnim optičnim mikroskopom pri povečavah 100×, 300×, 500× in 1000×, nato pa nadaljevali z REM pri povečavah 300×, 1.000×, 3.000×, (6.000×), 10.000× in 20.000×. Tudi ta dokumentacija omogoča interesantne primerjave in predstavlja solidno primerjalno osnovo za bodoče posebne raziskave ter hitro rutinsko preiskovanje.

Poizkusili smo tudi uporabnost REM pri raziskavah in razvoju tehnike elektrolitske izolacije karbidov. Izvršenih je bilo le nekaj uvodnih preiskav karbidnih izolatov in površine vzorcev po elektrolitski izolaciji karbidov, ki jih bomo za ilustracijo prikazali. Raziskave na tem področju bomo nadaljevali. Posebno zanimive ugotovitve pričakujemo z nadaljnjimi REM preiskavami površine vzorcev po izvršeni izolaciji karbidov v povezavi s preiskavami na elektronskem mikroanalizatorju in z rezultati mikrokemijskih analiz izolatov.

Vsi REM posnetki so bili izdelani pri direktni povečavi. Uporabljena je bila tehnika opazovanja

s sekundarnimi elektroni pri naslednjih pogojih opazovanja:

- pospeševalna napetost 25 kV (10 kV),
- vpadni kot — naklon 45° (20°),
- delovna razdalja 12 mm.

Slika 1 kaže prelomno ploskev po zlomu žilavostnega vzorca v mehko žarjenem stanju. Makrostruktura prelomne ploskve je na tisti strani preizkušanca, ki je izpostavljena udarcu kladiva, do-

kaj enakomerna in kaže značilnosti prelomne ploskve, nastale pri trganju pod vplivom nateznih napetosti.

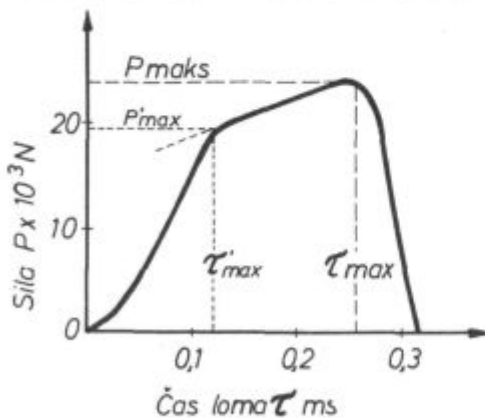
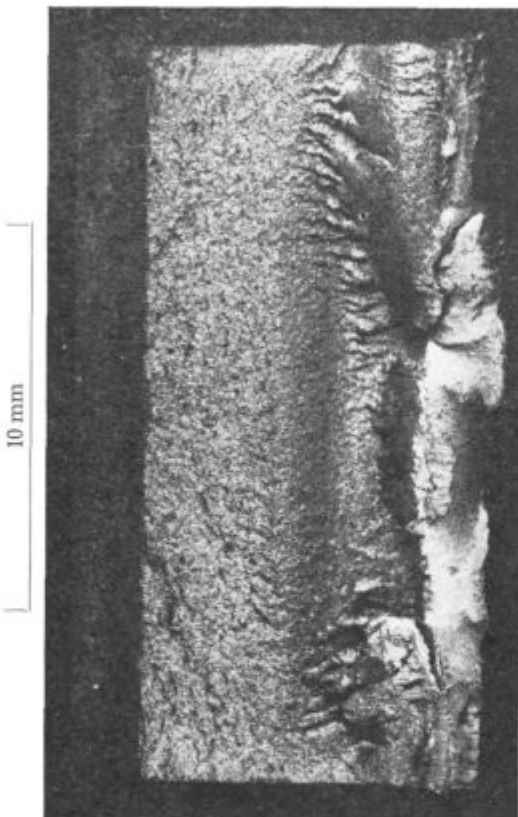
Druga polovica prelomne ploskve je močno deformirana in ima globoke razpoke, visoke ter ostre grebene, iztrganine in velike deformirane ter odrgnjene ploskve z jasno nakazano smerjo deformacij. To so značilnosti preloma pri upogibanju, ki s trenjem in deformiranjem porabi veliko delo, največja sila loma pa je razmeroma majhna in časovni potek sile loma kaže značilno obliko z dvema fazama v časovnem poteku loma.

V prvi fazi narašča sila do pojava prve porušitve — razpoke (P'_{max} , τ'_{max}), druga faza pa kaže naraščanje sile pri lomljenju preizkušanca, za kar je potrebno premagati odpor plastičnega deformiranja in trenje pri upogibanju. Pri sili P_{max} in po času τ_{max} se preizkušanec dokončno prelomi.

Za žilavost preizkušanca je vsekakor merodajna sila P'_{max} in čas τ'_{max} , saj izmerjena največja sila in celotna poraba dela za zlom že prej nepravilno porušenega vzorca nima nikakršnega pomena, ker je po prvem inicialu porušitve dokončen zlom le še vprašanje časa, je pa neizogiben.

Vse te ugotovitve pri makroskopskem pregledu prelomne ploskve moramo z vso pozornostjo upoštevati ob preiskavi z rastrsko elektronsko mikroskopijo pri večjih povečavah. Pri pregledu prelomne ploskve ali pa na klasičnem makroskopskem posnetku moramo izbrati in ustrezno identificirati tisto mesto, ki ga preiskujemo z REM. Brez take identifikacijske povezave so lahko ob takih razlikah na prelomnih ploskvah REM preiskave z večjimi povečavami povsem nesmiselne in nas lahko zavedejo tudi do napačnih ugotovitev.

Poglejmo samo primer na sliki 2. V zvezi s komentarjem k sliki 1 kažeta REM posnetka dve mesti na prelomni ploskvi istega preizkušanca zlomljenega v mehko žarjenem stanju. Ti dve mesti sta si v neposredni bližini v srednjem območju prelomne ploskve na sliki 1, vendar sta posnetka zelo različna kljub razmeroma majhni povečavi. Levi posnetek kaže enakomerno površino preloma, desni pa eno od manjših razpok ob grebenih.

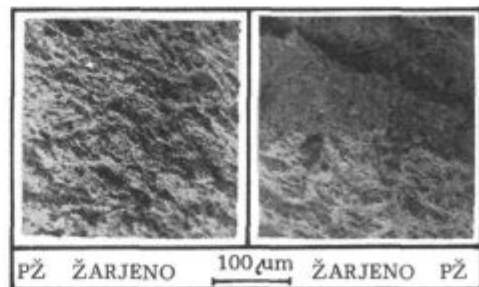


Slika 1

Prelomna ploskev probe za preizkušanje žilavosti in krivulja časovnega poteka sile pri lomu te probe v žarjenem stanju po metodi Železarne Ravne (Trdota 220 HB - 18 HRC)

Fig. 1

Fracture surface of the probe for toughness test, and the time-force curve during breaking the probe, as annealed, according to the method by Ravne Ironworks



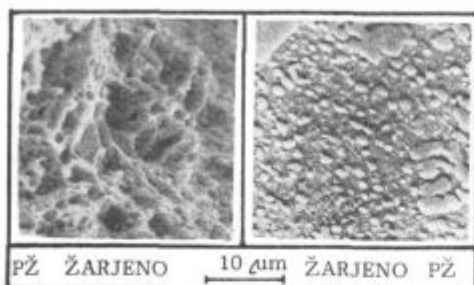
Slika 2

REM posnetka na dveh mestih prelomne ploskve probe zlomljene v žarjenem stanju.

Fig. 2

SEM picture of two spots of the fracture surface of the probe broken, as annealed

Ob razpoki je ploskev odrgnjena zaradi iztrgavanja in trenja pri upogibanju preizkušanca med potekom loma. Nesistematično povečevanje takih detajlov bi nam pri velikih povečavah povsem onemogočilo kakršne koli medsebojne primerjave ali pa bi nas lahko privedlo do napačnih ali neupravičenih sklepov.



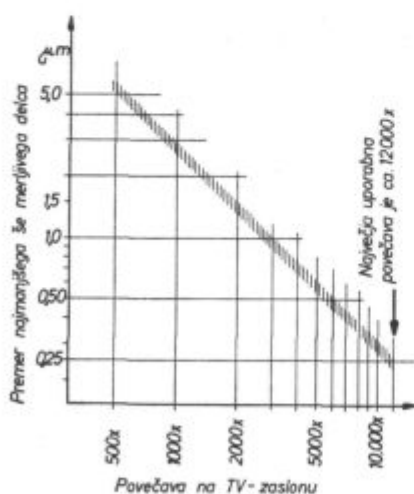
Slika 3

REM posnetka preloma in metallografskega obrusa probe v mehko žarjenem stanju.

Fig. 3

SEM picture of the fracture and the metallographic specimen of the soft annealed probe

Levi REM posnetek na sliki 3 kaže pri originalni povečavi $3000\times$ tipično sliko prelomne ploskve dokaj žilavega vzorca v žarjenem stanju. Razmeroma zelo mehka osnova se pri poružitvi deformira — razpotegne pri iztrgavanju karbidnih zrn, ki večinoma ostanejo v jamicah, na vrhovih pa ostanejo vdolbine v obliki kraterjev. Trdnost osnove je premajhna, da bi v kraterjih vrhov obdržala karbide, zato jih na tem mestu opazimo le izjemno. Karbidi, ki niso dovolj trdno obdani z osnovo, v kateri so vloženi, izpadejo med lomljenjem preizkušanca. Pri večji trdoti kaljenih in



Slika 4

Velikost najmanjših še merljivih delcev v odvisnosti od povečave.

Fig. 4

The size of the smallest still detectable particles depending on magnification

kaljenih ter popuščanih vzorcev bomo v potrditev te domneve opazili mnogo karbidov, ki so ostali v kraterjih vrhov.

Na desni strani slike 3 REM posnetek metalografskega obrusa pri enaki povečavi kaže razporeditev karbidov. Jamice in kraterji na vrhovih zelo dobro ustrezajo razporeditvi in različnim velikostim karbidov.

Ob tem posnetku dobimo tudi pojasnilo za presenetljivo majhno količino karbidov, ki smo jo določili pri preiskavah teh jekel na kvantitativnem mikroskopu⁵. Pri meritvah z različnimi povečavami na TV zaslonu smo lahko detektirali samo karbide, ki so večji od premerov, podanih na sliki 4, npr. $1\mu\text{m}$ pri povečavi $3000\times$. Če te velikosti najmanjših še merljivih karbidov primerjamo z merilom na sliki 3, vidimo, da ostane zelo velika količina karbidov zunaj območja sposobnosti detektiranja, in je razumljivo, da so ugotovljene količine karbidov zelo nerealne in mnogo manjše od dejanskih. Ob tako drobnih karbidih bi se samo z največjimi možnimi povečavami približali ugotavljanju realne količine karbidov. To pa je zopet zvezano s številnimi drugimi težavami⁵. Zato lahko trdimo na osnovi številnih ugotovitev, da določanje absolutne količine karbidov v teh jeklih s kvantitativnim mikroskopom nima praktičnega pomena, v kolikor ne izvajamo meritev z določeno omejitvijo, s katero določamo količino karbidov, ki je »nad neko mejno velikostjo karbidov«. Le tako lahko ugotovljene relativne količine primerjamo. Zelo interesantne pa so vsekakor meritve s klasifikacijo karbidov po velikosti.

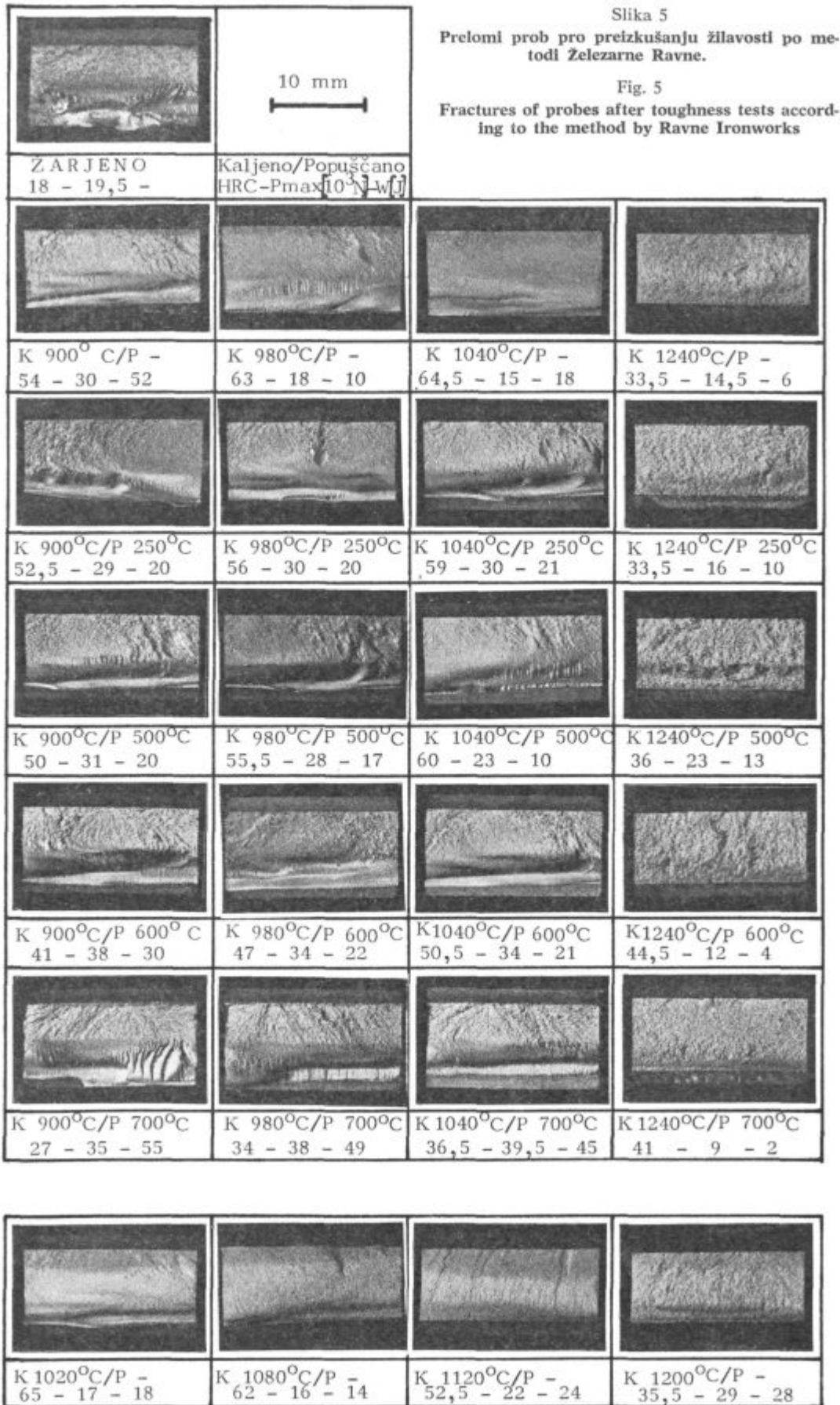
Slika 5 podaja primerjavo izbranih prelomov v različnih toplotno obdelanih stanjih.

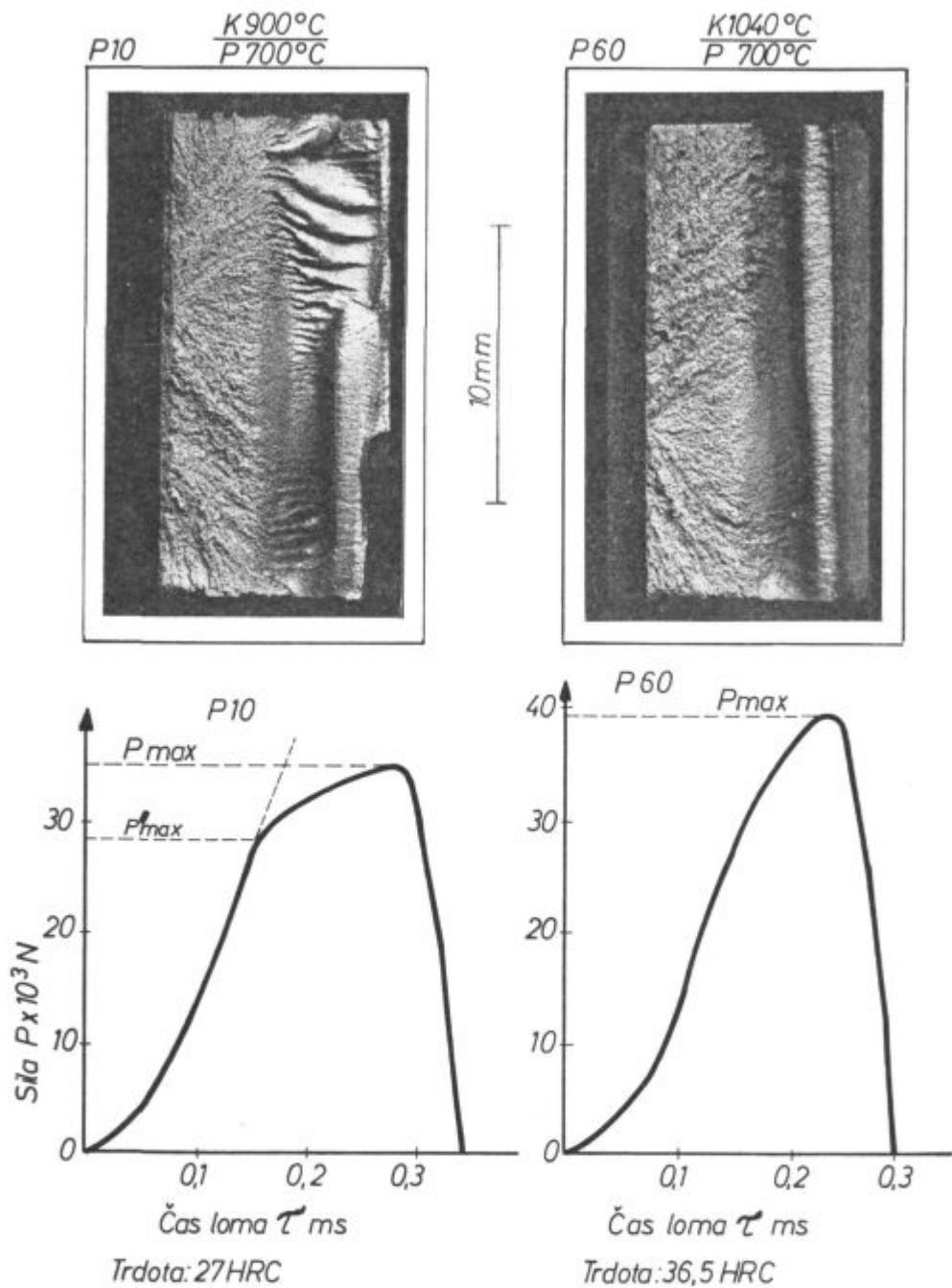
Primerjava prelomov v kaljenem stanju nazorno prikazuje vpliv temperature kaljenja na zrna-tost in konfiguracijo prelomne ploskve.

Pri ledeburitnih jeklih z močnimi karbidnimi izcejami ne moremo pričakovati tako finih »žametnih« prelomov kot pri nelegiranih in malolegiranih orodnih jeklih. Med izbranimi prelomi jasno vidimo, da je kalilna temperatura 900°C prenizka, 980°C pa že precej sprejemljiva, čeprav je prelom pri 1040°C očitno finejši. Kaljenje 1080°C daje še tudi povsem normalen videz preloma v kaljenem stanju, pri 1120°C postane prelom že nekoliko bolj grob, pri 1200°C pa so jasni znaki pregretja, medtem ko je prelom pri 1240°C zelo grobozrnat.

Prelomi pri nižjih temperaturah kaljenja in visokih temperaturah popuščanja, npr. $900^\circ\text{C}/700^\circ\text{C}$ in $980^\circ\text{C}/700^\circ\text{C}$, tako po videzu kot po karakterističnem poteku sile v odvisnosti od časa (glej P 10 na sliki 6) spominjajo na karakteristike preloma preizkušancev v žarjenem stanju (slika 1). Za oceno žilavosti je odločilna sila P_{max} , ki jo označuje odklon od premice naraščanja sile v prvi fazi loma.

Pri višjih temperaturah kaljenja tega značilnega pojava ne opazimo več v taki obliki niti pri visokem popuščanju (glej P 60 na sliki 6).





Slika 6
popuščanju na 700° C.
Značilnosti prelomov in meritev žilavosti podkaljene in normalno kaljene probe po visokem

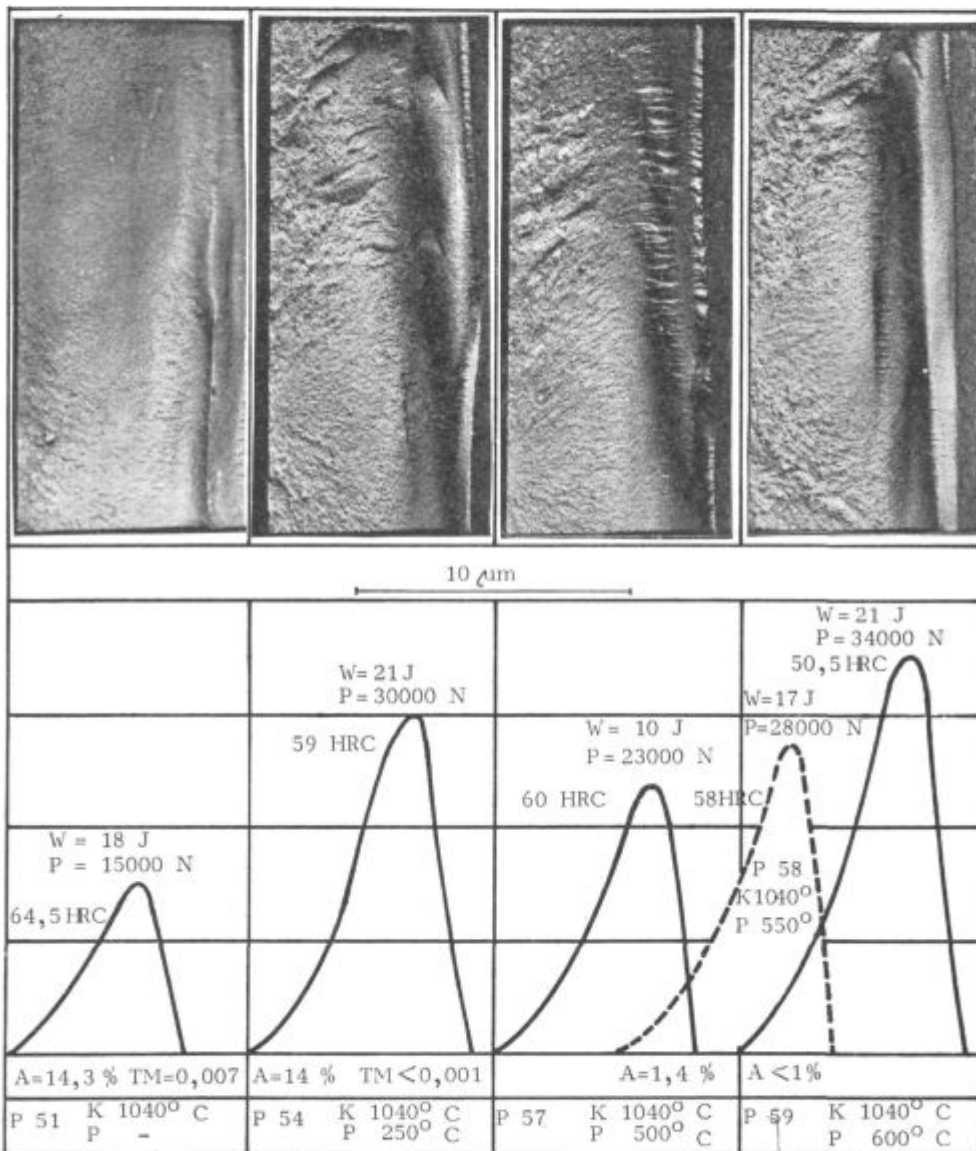
Fig. 6
Characteristics of fractures and toughness measurements of probes, underquenched and normally quenched and tempered at 700° C

Žilavost normalno kaljenih preizkušancev je v kaljenem stanju nizka. Maksimalna sila loma P je manjša od 20000 N in porabljeno delo W je manjše od 20 J (glej P 51 na sliki 7). Že popuščanje na 250°C poveča maksimalno silo loma kar na dvojno vrednost. Porabljeno delo se ne poveča enako, kar potrjuje znano dejstvo, da je jeklo v kaljenem stanju izredno krhko (glej P 54 na sliki 7). Na sliki 7 so podane še primerjave za preizkušance, popuščane na višjih temperaturah. Pri tem moramo seveda upoštevati tudi spremembe trdot. Žilavost je pri popuščanju na 500°C nekoliko manjša, zelo nizka vrednost porabljenega dela pa nas posebej opozarja na pojav krhkosti v območju maksima sekundarne trdote. Že na

550°C je v splošnem žilavost zopet boljša. Pri 600°C pa že trdota preveč pade. V glavnem daje nizko temperaturno popuščanje nekoliko boljše splošne karakteristike žilavosti in je zato ugodnejše od visokotemperaturnega popuščanja.

Preizkušanci v območju normalne toplotne obdelave

Na REM posnetkih prelomov v kaljenem stanju in v nizko ter visoko popuščanem stanju do 600°C ni opaziti bistvenih razlik v tipu preloma niti pri direktni povečavi 300× niti pri 3000×. V tem področju variacij toplotne obdelave je tudi klasična metalografska preiskava pokazala, da ve-



Slika 7

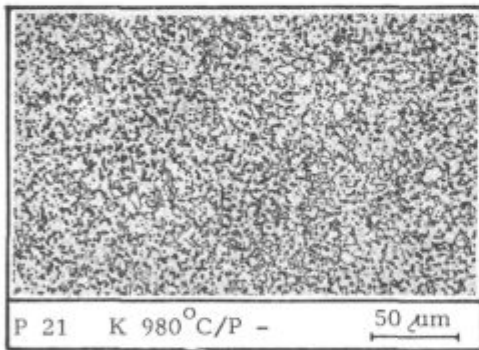
Značilnosti prelomov in meritev žilavosti prob kaljenih na 1040°C v olju in popuščanih na različne temperature v območju normalnih delovnih trdot.

Fig. 7

Characteristic of fractures and toughness measurements of probes, quenched from 1040°C in oil and tempered at various temperatures in the interval of normal production hardnesses

likost avstenitnega zrna ni izražena z izrazitimi mejami (slika 8).

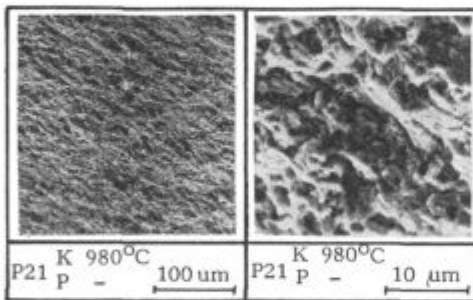
Zato v tem področju toplotne obdelave ne gre za razlikovanje interkristalnega ali intrakristalnega poteka preloma, ampak o konfiguraciji prelomne ploskve in doseženih lastnostih pri prelomu preizkušanca odloča mehanizem iztrgavanja karbidov iz bolj ali manj žilave, oziroma trdne osnove.



Slika 8
Klasičen metalografski posnetek mikrostrukture po kaljenju 980°C v olju.

Fig. 8
Usual metallographic picture of the microstructure after quenching from 980°C in oil

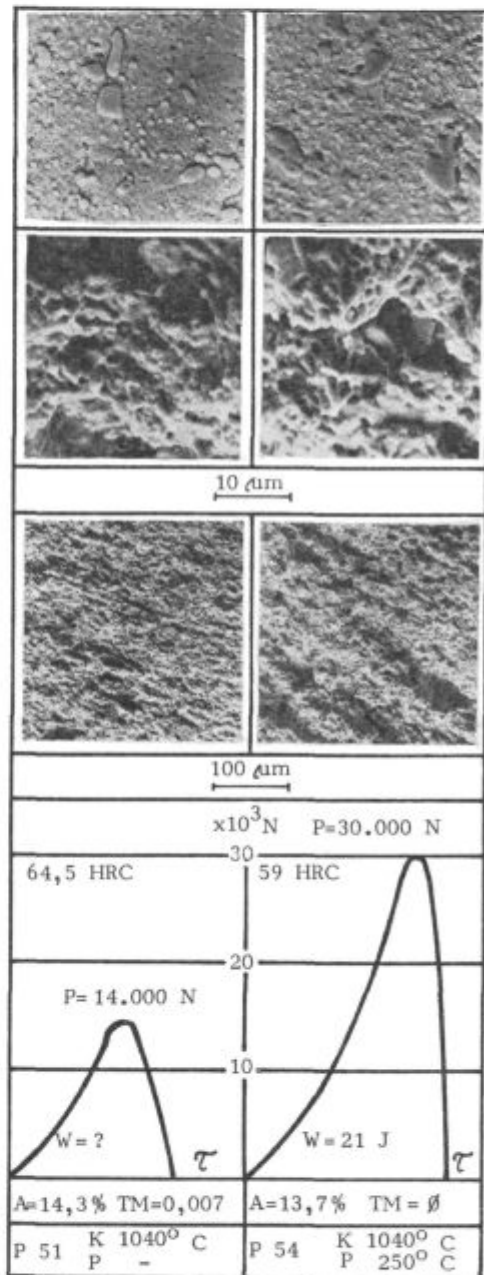
Ločljivost pri direktni povečavi 300 × je premajhna, da bi na prelomih pokazala bistvene značilnosti in odkrila ležišča karbidnih zrn. Ta so pri teh preizkušancih izredno fina ter vložena v vdolbinah in kraterjih vrhov ali grebenov, kar lepo pokaže REM posnetek pri večji direktni povečavi 3000 × (primerjaj levi in desni posnetek na sliki 9). Na mnogih mestih so vidni drobni karbidi, ponekod pa so vdolbinice prazne, ker so se karbidi izluščili in izpadli. Za podrobnejše raziskave značilnih konfiguracij prelomne ploskve je direktna povečava 300 × večinoma premajhna. Edino, kar pri teh povečavah lahko z neposrednimi primerjavami REM posnetkov že zaznamo, so manjše razlike finosti preloma pri različnih kalilnih temperaturah, ki potrjujejo pričakovano in že poznano odvisnost.



Slika 9
REM posnetka prelomne ploskve probe kaljene z 980°C v olju.

Fig. 9
SEM pictures of the fracture surface of probe, quenched from 980°C in oil

Posamezne primerjave prelomov lahko tudi prav dobro povezujemo z ugotovljeno žilavostjo in trdoto. Tako ima npr. preizkušanelec, ki je zlomljen v kaljenem stanju, gladek prelom, visoko trdoto in majhno žilavost, popuščanje na 250°C pa je nekoliko znižalo trdoto in močno povečalo žilavost preizkušanca. Te razlike potrjuje primerjava REM posnetkov vzorcev P 51 in P 54 na sliki 10 že pri manjši povečavi. Pri popuščanem vzorcu je bila potrebna za zlom večja sila in porabljeno je bilo večje delo. Tak zlom je vsekakor bolj žilav od



Slika 10
Primerjava dveh prob v kaljenem in nizko popuščenem stanju.

Fig. 10
Comparison of two probes, as quenched, and tempered at low temperatures

tistega z enakomerno gladko prelomno ploskvijo. Na nekaterih drugih posnetkih so vidne še bolj izrazite razpoke. Po njihovem videzu bi sklepali, da je potekal lom intergranularno — po mejah zrn. Tega pa z metalografsko preiskavo ni bilo mogoče potrditi. Zato lahko sklepamo, da ciklasti potek razpok nastane tako, da razpoka »išče svojo pot« skozi šibka mesta od karbida do karbida. Za ta dva primerjana vzorca sta prikazana na sliki 10 v zgornjem delu še REM posnetka prelomov pri večji povečavi in REM posnetka mikrostruktur na metalografskem obrusu, prav tako pri direktni povečavi 3000 ×.

Medtem ko vidimo pri REM posnetkih s povečavo 300 × le osnovno obliko prelomne ploskve, nam povečava 3000 × odkrije zanimive detajle z ležišči karbidov, ki jih lahko neposredno povežemo s karbidi na REM posnetkih metalografskih obrusov. REM posnetki jedkanih metalografskih obrusov pa nam odkrijejo še zanimive spremembe osnovne mikrostrukture. V prikazanem primeru je s spremembo osnovne mikrostrukture neposredno izražena odprava tetragonalnosti martenzita (TM) pri popuščanju na 250° C, ki smo jo izmerili z rentgenskim difraktometrom⁶. Mimogrede naj omenimo, da pri popuščanju na 200—250° C nastopijo tudi znatne dimenzijske spremembe⁷ (glej slika 11), ki jih zaradi skrčka lahko povežemo z omenjeno spremembo kaljenega martenzita pri nizkotemperaturnem popuščanju. Iglasto strukturo, ki smo jo opazili po normalnem kaljenju pri popuščanju na 250° C na sliki 10, smo še bolj jasno identificirali pri povečavi 10000 ×. Iglasta oblika osnovne mikrostrukture je vidna še

pri popuščanju na 500° C, vendar se pri tej temperaturi že kaže ob iglah začetek sferoidizacije. Pri popuščanju na 600° C imamo že zgornji, popolnoma sferoidizirani popuščni bainit.

Popuščanje na 700° C v območju normalnih kalilnih temperatur zaradi nizke trdote niti pri orodjih za delo v vročem nima praktičnega pomena, zato naj omenimo samo to, da pri tako visokem popuščanju prelomi kažejo zopet rahlo izražene značilnosti preloma v žarjenem stanju, le da so v splošnem zaradi postopka poboljšanja po videzu finejši in imajo znatno večjo žilavost. Karakteristike so toliko bližje žarjenemu stanju, kolikor je kalilna temperatura nižja in učinek poboljšanja šibkejši.

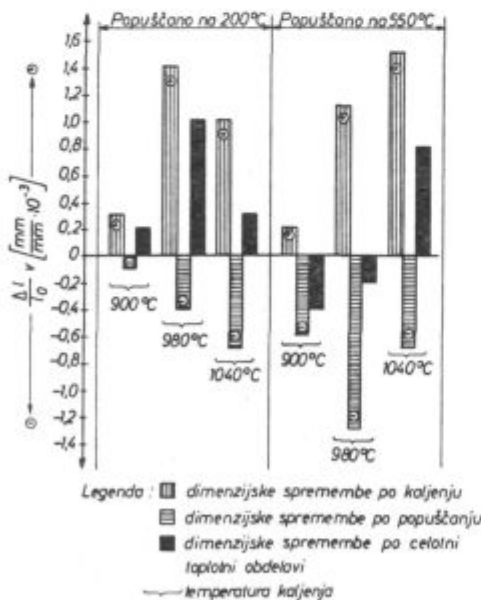
REM posnetki mikrostruktur na jedkanih metalografskih obrusih pri 3000 × direktni povečavi zelo jasno kažejo vpliv temperature kaljenja na stopnjo raztapljanja drobnih karbidov v osnovi med avstenitizacijo. Pri temperaturi kaljenja 900° C, ki je daleč prenizka (podkaljeno!), ostane ogromna količina neraztopljenih drobnih karbidov v slabo legirani osnovni matici. Pri temperaturah kaljenja v normalnem območju je neraztopljenih drobnih karbidov bistveno manj. Najboljša je med preizkušanimi temperaturami 1040° C, pri čemer moramo omeniti, da temperatur 1060 in 1080° C nismo preizkušali. V visoko pregretih mikrostrukturah, razen v ledeburitnem evtektiku, skoraj ni več neraztopljenih karbidov.

Pri visokotemperaturnem popuščanju je opaziti povečanje količine drobnih karbidov zaradi izločanja pri popuščanju. To pa opažamo samo pri večjih povečavah, pri čemer bi morali za povprečne ugotovitve izdelati veliko število posnetkov, ker so razlike med posnetki na različnih mestih precej velike in predstavljajo v bistvu posnetke detajlov. Pri višjih temperaturah popuščanja nad 500° C v odvisnosti od različnih kalilnih temperatur ni bistvenih razlik v količini drobnih karbidov zato, ker se raztopljeni karbidi pri višji kalilni temperaturi ob višjih popuščnih temperaturah zopet v večji količini izločajo.

Preizkušanci kaljeni s 1240° C

Teoretično zanimiva je raziskava prelomov pri vzorcih, ki so bili kaljeni z ekstremno visoko temperaturo avstenitizacije:

Serija dilatometrskih meritev⁷ na sliki 12 je pokazala vpliv temperature avstenitizacije v območju od 900° C do 1090° C na temperaturo začetka tvorbe martenzita — točko M_s . Ta točka je pri normalni temperaturi kaljenja 1040° C pri ca. 180° C. Že pri temperaturi kaljenja ca 1150° C pa z ekstrapoliranjem pričakujemo temperaturo M_s okrog 0° C, pri višjih temperaturah kaljenja pa se temperatura točke M_s še dalje znižuje, tako da je pri avstenitizaciji 1240° C daleč pod sobno temperaturo. Tako je povsem razumljivo, da je po taki avstenitizaciji v mikrostrukturi poleg ledebu-



Slika 11

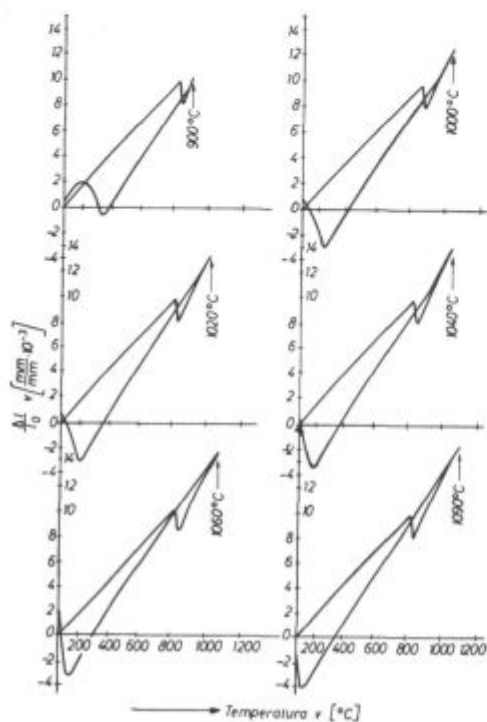
Dimenzijske spremembe jekla Č.4850 — OCR 12 VM pri toplotni obdelavi.

Fig. 11

Dimensional changes of Č.4850 — OCR 12 VM steel in heat treatment

ritnih karbidov 80—85 % zaostalega avstenita, ki je tudi zelo stabilen do visokih temperatur popuščanja⁶. (Slika 13)

Slika 14 z dilatometrijskimi meritvami popuščnih efektov⁷ kaže območje razpada zaostalega avstenita, ki se z zviševanjem temperature kaljenja pomika k višjemu temperaturnemu območju popuščanja.

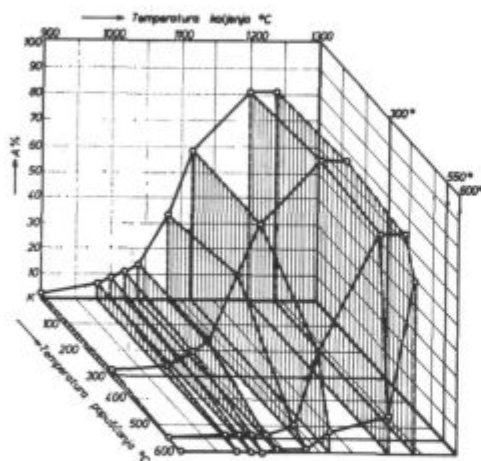


Slika 12

Dilatometrijske krivulje jekla Č.4850 — OCR 12 VM za različne temperature avstenitizacije.

Fig. 12

Dilatometric curves of Č.4850 — OCR 12 VM steel for various temperatures of austenitization



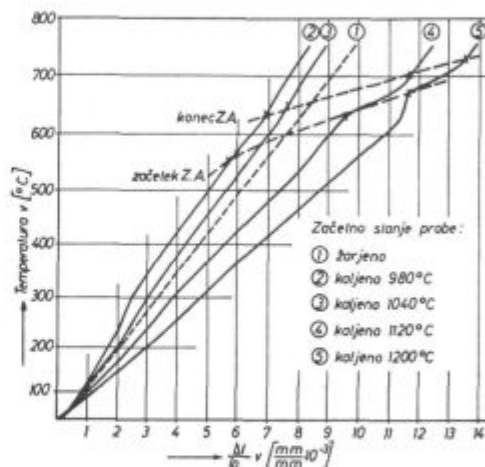
Slika 13

Zaostali avstenit v jeklu Č.4850 — OCR 12 VM (probe skupne P).

Fig. 13

Retained austenite in Č.4850 — OCR 12 VM steel (probes of group P)

REM posnetki preloma preizkušanca, kaljenega s 1240^o C pri različnih povečavah na sliki 15 kažejo zrna zaostalega avstenita, obdana s krhkim

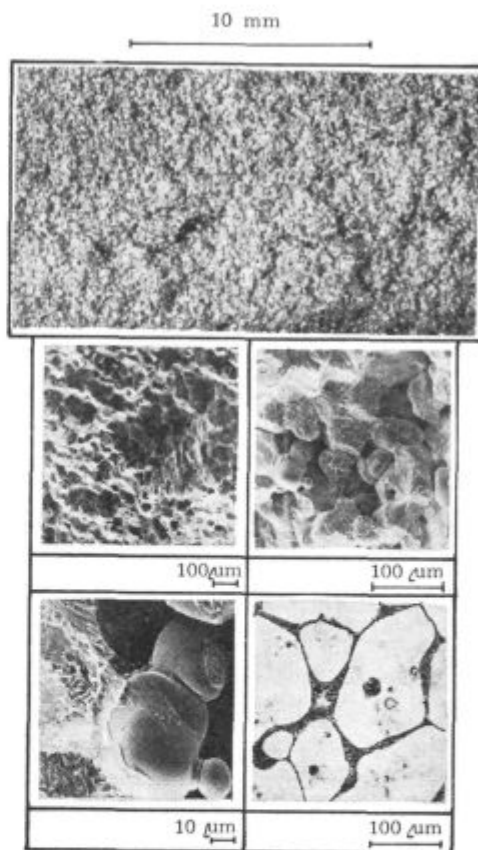


Slika 14

Dilatometrijske krivulje popuščnih efektov za jeklo Č.4850 — OCR 12 VM z območjem spremembe zaostalega avstenita.

Fig. 14

Dilatometric curves of tempering effects in Č.4850 — OCR 12 VM steel in the interval of changed amount of retained austenite



Slika 15

REM posnetki preloma in mikrostruktura probe P 101, kaljene s 1240^o C v olju.

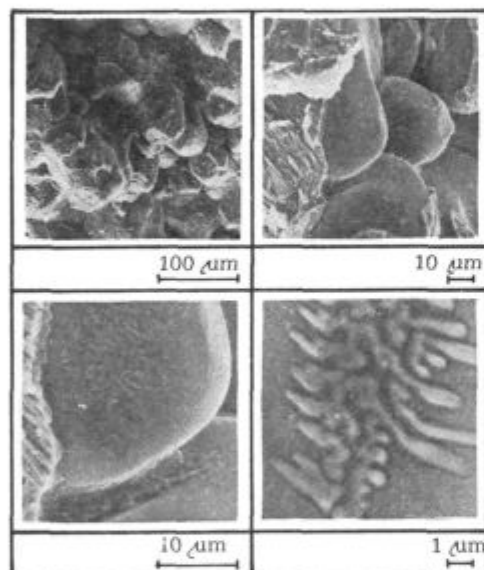
Fig. 15

SEM pictures of the fracture and the microstructure of the P 101 probe, quenched from 1240^o C in oil

ledeburitnim evtektikom, po katerem tudi poteka prelom izključno interkristalno. Jasno vidimo, kako se pri prelomu zrna ločijo po mreži evtektika, s katero so zrna popolnoma obdana, ker je ob pregretju pri kaljenju prišlo do nataljevanja evtektika po mejah avstenitnih zrn.

Pri ločenju zrn z razpokami med potekom preloma ledeburitni evtektik ostane na površini enega od obeh sosednjih zrn, drugo avstenitno zrno pa kaže svojo površino povsem gladko — čisto. Kjer je plast evtektika po mejah zrn oz. evtektična mreža debelejša, lahko poteka razpoka tudi po karbidnih vejah evtektika v notranjosti mreže, tako da sta na prelomni ploskvi površini obeh sosednjih avstenitnih zrn obdani s plastjo evtektika.

Kako poteka lom z luščenjem in drobljenjem evtektika ter odkrivanjem čistih površin posameznih avstenitnih zrn, kažejo detajli preloma preiz-



Slika 16

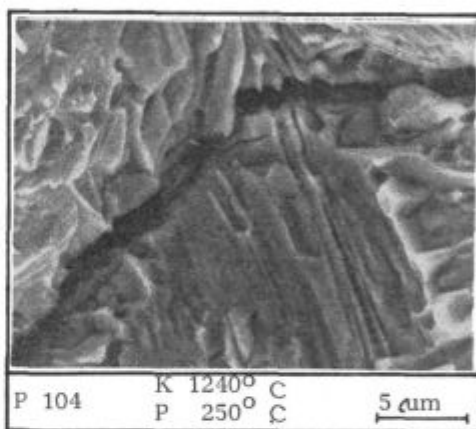
REM posnetki detajlov prelomne ploskve na probi P 104, kaljeni s 1240° C v olju in popuščani na 250° C.

Fig. 16

SEM pictures of details of the fracture surface of the P 104 probe, quenched from 1240° C in oil and tempered at 250° C

kušanca kaljenega s 1240° C in popuščanega na 250° C pri različnih povečavah na sliki 16. Lepo je viden tudi potek razpok med zrn. Na površini avstenitnega zrna vidimo značilno obliko evtektika. To bi bil lahko odtisek evtektika na površini avstenitnega zrna, vendar je po primerjavi s številnimi drugimi oblikami in predvsem na osnovi posnetka pri večji povečavi bolj verjetno, da je to na površini zrna ostanek gama faze kot sestavnega dela tistega evtektika, ki je zrno neposredno obdajal.

REM posnetek preloma preizkušanca, kaljenega s 1240° C in popuščanega na 250° C prikazuje na sliki 17 pri povečavi 3000 × zanimiv primer, kako poteka intergranularni prelom z razpoko po stičiščih evtektičnih oblog, ki obdajajo avstenitna zrna.



Slika 17

REM posnetek preloma probe kaljene s 1240° C in popuščane 250° C.

Fig. 17

SEM picture of the fracture of probe, quenched from 1240° C and tempered at 250° C

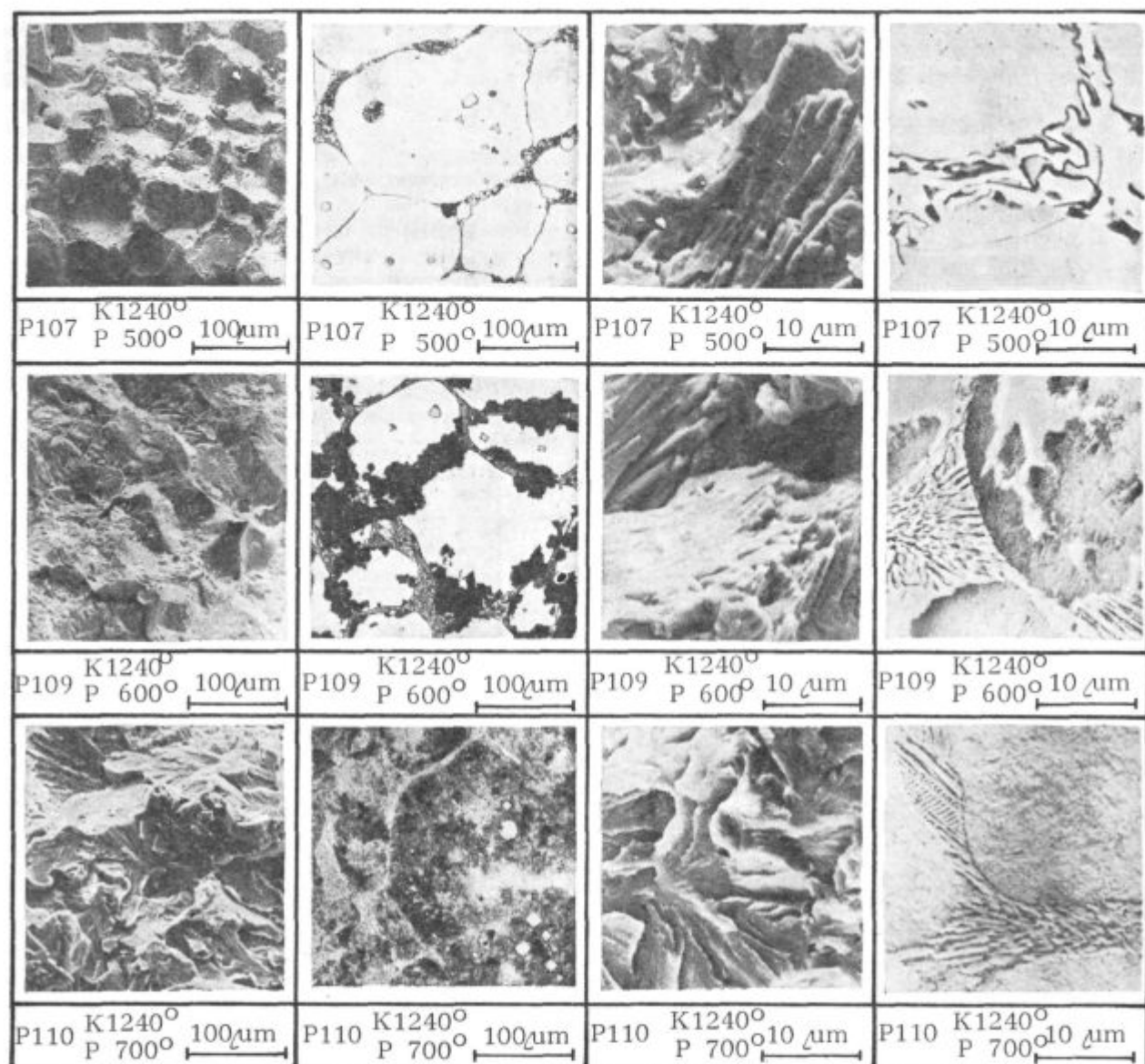
Zaradi krhkega ledeburita po mejah zrn je pri kalilni temperaturi 1240° C žilavost zelo majhna kljub nizki trdoti in veliki količini zaostalega avstenita.

Žilavost teh preizkušancev je največja pri popuščanju na 500° C, kar je razumljivo v zvezi z naslednjimi rezultati meritev:

	Kaljeno 1240° C	Popuščano				
		250° C	500° C	600° C	650° C	700° C
Trdota (HRC)	33,5	33,5	36	44,5	52	41
Sila P _{max} (N × 10 ³)	14,5	17	23	12	—	9,5
Avstenit A (%)	81	81	80	72,2	?	?
Tetragonalnost martenzita	0,025	0,019 (300° C)	0,004	nič	—	—

Tudi pri preizkušancih, popuščanih do 500° C, poteka prelom izključno po mejah zrn, oziroma po mreži ledeburitnega evtektika med zrn. To kaže konfiguracija preloma, ki zavzema izrazito

obliko avstenitnih zrn, čeprav ponekod ni odkrita njihova čista površina (glej P 107 na sliki 18), še bolj pa to trditev potrjujejo številne tipične intergranularne razpoke.



Slika 18

Primerjava prelomov in mikrostruktur prob kaljenih s 1240° C v olju in popuščanih v območju 500—700° C.

Fig. 18

Comparison of fractures and microstructures of probes, quenched from 1240° C in oil and tempered in the interval 500—700° C

Pri popuščanju na 600° C je prelom kljub znatno spremenjenemu videzu še vedno pretežno intergranularen, kar lahko trdimo delno zaradi prej omenjene konfiguracije prelomne površine, bolj zanesljivo pa na osnovi poteka številnih opazovanih razpok in primerjav s klasičnimi metalografskimi posnetki. Ti namreč kažejo nastajanje popuščenega bainita ob mejah avstenitnih zrn. Zato seveda ni mogoče več pričakovati tako gladke površine avstenitnih zrn na površini prelomne ploskve (glej P 109 na sliki 18).

Popuščni diagrami so popolnoma potrdili ta zapažanja: pri temperaturi kaljenja 1240° C začne pri popuščanju na 600° C trdota naraščati in doseže zelo izrazit vrh pojava sekundarne trdote v zelo ozkem področju pri 650° C, kjer se izvrši

popoln razpad zaostalega avstenita v martenzit, ki se že na tej in malo višji temperaturi intenzivno popušča.

Pri popuščanju na 700° C je v notranjosti zrn popuščni martenzit. Razlike trdote in žilavosti, oz. krhkosti med ledeburitno mrežo in notranjostjo zrn so se znatno zmanjšale, zato je pojav intrakristalnega loma pri tej temperaturi popuščenja povsem razumljiv. Delno zapažamo še vedno tudi interkristalni prelom na tistih mestih, kjer je mreža eutektika zelo izrazita in popolnoma sklenjena, kar je tudi razumljivo. REM posnetki prelomov v neposredni povezavi s klasičnimi metalografskimi posnetki pri enakih povečavah 300 × oz. 3000 × to domnevo lepo ilustrirajo (glej P 110 na sliki 18).

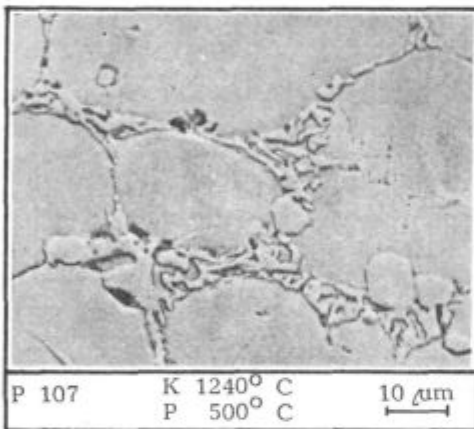
REM posnetki v desni koloni slike 18 na jedkanih metalografskih obrusih dopolnjujejo ugotovitve klasičnega mikroskopiranja in kažejo zanimive detajle:

- P 107 — čisti zaostali avstenit in evtektik,
- P 109 — zaostali avstenit, popuščni bainit in evtektik,
- P 110 — popuščni bainit in evtektik.

K REM posnetku preizkušanca P 107 na metalografskem obrusu, prikazanem na sliki 18 dodajamo še posnetek istega mesta pri manjši direktni povečavi 1000 ×, ki prikazuje na sliki 19 celotno ledeburitno mrežo v tipični obliki.

K metalografskemu posnetku preizkušanca P 109 na sliki 18 podajamo na sliki 20 levo za ilustracijo še klasičen mikroskopski posnetek podobnega mesta z bolj izrazitimi iglami v notranjosti zrna in na sliki 20 desno dodatno še posnetek pri večji povečavi z ledeburitnim karbidom v notranjosti zrna.

REM posnetka pri povečavi 1000 × na sliki 21 kažeta k sliki 18 nekaj dodatnih detajlov preizku-

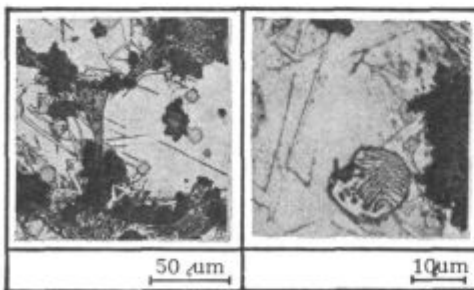


Slika 19

REM posnetek detajla mikrostrukture na sliki 18 pri manjši povečavi.

Fig. 19

SEM picture of a microstructure detail in Fig. 18 at lower magnification

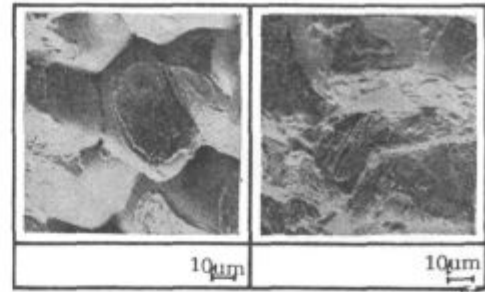


Slika 20

Mikrostruktura dveh detajlov na probl P 109 kaljeni s 1240° C in popuščani na 600° C.

Fig. 20

Microstructure of two details in the P 109 probe, quenched from 1240° C and tempered at 600° C

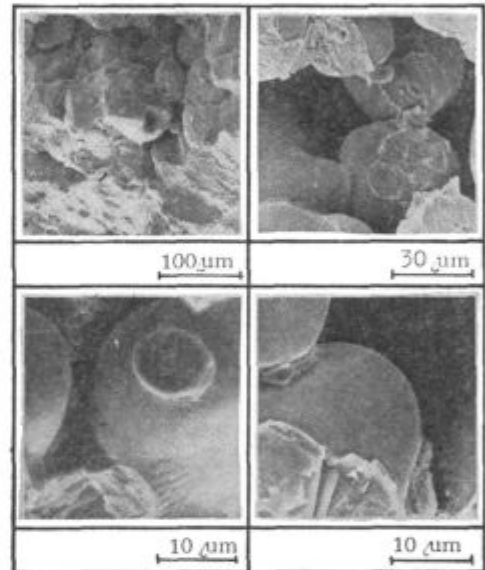


Slika 21

Primerjava dveh detajlov na prelomni ploskvi iste probe P 107 kaljene s 1240° C in popuščane na 500° C.

Fig. 21

Comparison of two details on the fracture surface of the same P 107 probe, quenched from 1240° C and tempered at 500° C

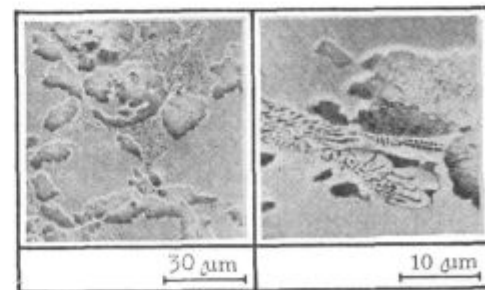


Slika 22

Nekaj detajlov preloma probe P 109 kaljene s 1240° C v olju in popuščane na 600° C.

Fig. 22

Some details of the fracture of the P 109 probe, quenched from 1240° C in oil and tempered at 600° C



Slika 23

REM posnetka mikrostrukture probe P 109 kaljene s 1240° C in popuščane na 600° C.

Fig. 23

SEM pictures of the microstructure of the P 109 probe, quenched from 1240° C and tempered at 600° C



a) 300 x



b) 300 x



c) 3000 x

Slika 24

REM posnetki prelomne ploskve jekla Č.4850 — OCR 12 VM v surovem litem stanju (EPZ ingot Ø 110 mm). Posnetka a in b predstavljata dve različni mesti na prelomu pri enaki povečavi 300 x, posnetek c pa je detajl posnetka b pri večji povečavi 3000 x.

Fig. 24

SEM pictures of the fracture surface of Č. 4850 — OCR 12 VM steel as cast (ESR ingot Ø 110 mm). Pictures a. and b. present two different spots on the fracture at the same magnification 300 x, picture c. is a detail from picture b. at magnification 3,000 x

šanca P 107 na drugih mestih. Vidimo torej, da imamo na tem preizkušancu zelo različne detajle s čistimi avstenitnimi zrni in z oblogo evtektika.

Prav tako kaže slika 22 nekaj REM detajlov preizkušanca P 109, kaljenega na 1240^o C in popuščanega na 600^o C pri različnih povečavah na drugem tipičnem mestu.

Dodatno k REM posnetku metalografskega obrusa preizkušanca P 109 na sliki 18 predstavljata zanimivo ilustracijo popuščenega bainita ob mejah zrn še dva posnetka na sliki 23.

Za primerjavo z opisanimi REM posnetki prelomov smo izvršili še preiskavo prelomnih ploskev v surovem litem — nepredelanem stanju. Na sliki 24 je nekaj značilnih detajlov pri različnih povečavah.

Jedkanje metalografskih obrusov za preiskave z REM

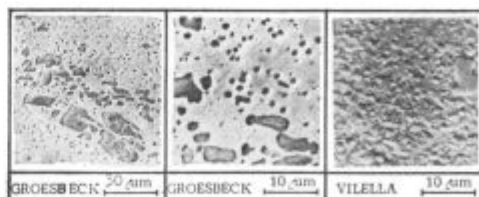
Pri REM posnetkih mikrostruktur na metalografskih obrusih smo preizkusili različne načine jedkanja. Ker je bil osnovni namen teh preiskav, da bi čimbolj neposredno navezali REM na klasično normalno uporabljano metodo metalografskih preiskav, smo najprej preizkusili standardna jedkala, ki jih uporabljamo v metalografski tehniki za to vrsto jekla. Ugotovili smo, da običajno jedkanje z nitalom in z Vilello povsem ustreza tudi za REM preiskave mikrostruktur.

Če želimo posebej raziskovati karbide, ne glede na značilnosti osnovne mikrostrukture, pa je priporočljivo uporabiti jedkalo Groesbeck.

Primerjave mikrostrukture istega obrusa po različnem jedkanju kaže slika 25.

Jedkalo Groesbeck (4 g kalijevega permanganata, 4 g natrijevega hidroksida, 100 ml destilirane vode) pusti osnovno strukturo skoraj popolnoma nedotaknjeno, kar kažejo ostanki raz na obrusu, ki so tako tanke, da jih pri 1000-kratni povečavi skoraj ne opazimo, pri 3000-kratni povečavi pa so jasno vidne. Karbidi so po jedkanju temni in zelo jasno izraženi. Zato je to jedkalo zelo primerno za raziskave količine karbidov, oblike in klasifikacije po velikosti s pomočjo kvantitativne mikroskopije.

Jedkalo Vilella (1 g pikrinske kisline, 5 ml perklorne kisline, 100 ml alkohola) lepo pokaže detajle osnovne mikrostrukture in obliko karbidov, zato je za splošne raziskave mikrostruktur primernejše jedkalo in smo ga uporabljali pri vseh opisanih preiskavah.



Slika 25

Primerjava mikrostrukture istega obrusa po različnem jedkanju.

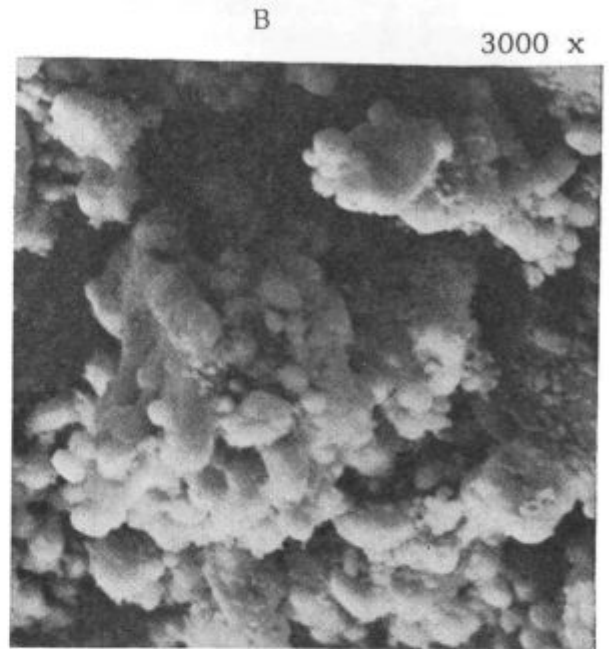
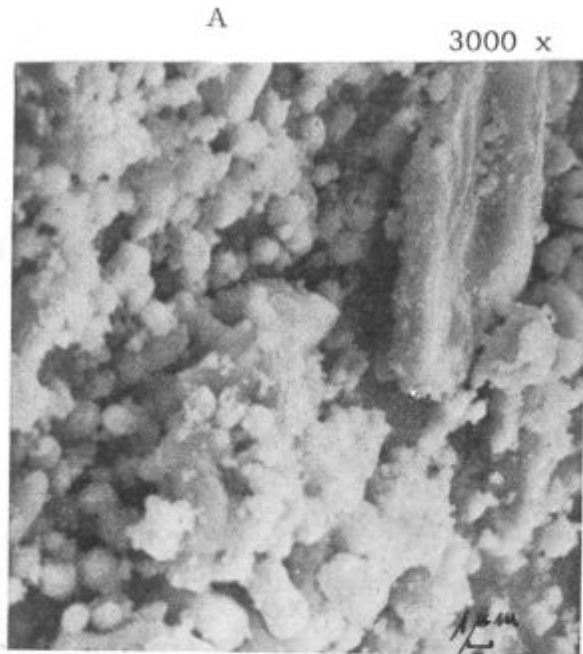
Fig. 25

Comparison of microstructures of the same specimen at different etching

REM preiskave izoliranih karbidov

V povezavi z raziskovalno nalogo razvoja optimalne tehnike elektrolitske izolacije karbidov, ki jo izvajata metalurški inštitut v Ljubljani in železarna Ravne, smo izvršili nekaj preiskav karbidnih izolatov z REM. S temi uvodnimi preiskavami smo želeli samo preizkusiti uporabnost REM in smisel-

nost vključitve tovrstnih preiskav v nadaljnji program omenjene raziskovalne naloge o izolaciji karbidov. Po različnih kriterijih smo izbrali nekaj ekstremnih vzorcev in pod REM opazovali razlike izoliranih karbidov po videzu. Z naslednjimi slikami podajamo le s tem namenom nekaj primerov za ilustracijo, komentar pa prepuščamo kasnejšim publikacijam s področja izolacije karbidov, ko bo



10000 x

10000 x

Slika 26

Izolat karbidov jekla C.4850 — OCR 12 VM v žarjenem stanju A — proba JŽ, pogoji izolacije uporabljeni na MI 3. 2. 1975.
B — proba JŽ, pogoji izolacije uporabljeni v Z. R. 5. 2. 1975.

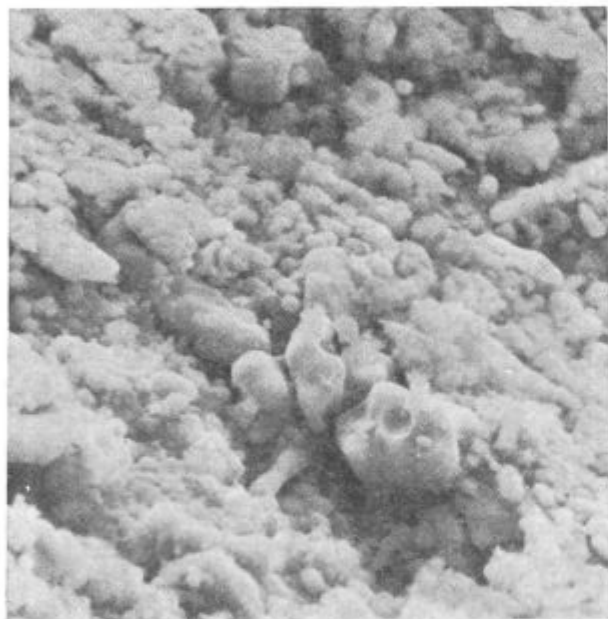
Fig. 26

Carbide isolate of C. 4850 — OCR 12 VM steel, as annealed. A — JŽ probe, isolation made at MI on February 3, 1975
B — JŽ probe, isolation made in R. I. on February 5, 1975

izvršenih še več sistematičnih preiskav. Vsekakor značilnosti in ugotovljene razlike med izolati karbidov opravičujejo primerno vključitev REM v raziskovalni program.

Na sliki 26 lahko primerjamo izolata, pridobljena iz istega preizkušanca po dveh različnih postopkih A in B, preizkušanih v toku raziskovanja optimalne metode.

Slika 27 kaže karbidni izolat preizkušanca, kaljenega z 900^o C. Zelo nizka temperatura kaljenja še ne omogoča zadovoljive stopnje raztapljanja drobnih karbidov v avstenitu, zato najdemo v izolatu veliko količino zelo finih karbidnih zrn.



3000 ×



10.000 ×

Slika 27

REM posnetka karbidnega izolata probe P 1 kaljene z 900^o C v olju pri dveh različnih povečavah. Jeklo Č.4850 — OCR 12 VM.

Fig. 27

SEM pictures of carbide isolate of the P 1 probe, quenched from 900^o C in oil, two different magnifications. Č. 4850 — OCR 12 VM steel

Slika 28 kaže zelo zanimivo primerjavo izolatov za štiri različno toplotno obdelane preizkušance pri enaki povečavi. Za pravilno komentiranje takih razlik bo potrebno več sistematičnih preiskav in primerjanje rezultatov mikrokemijskih ter rentgenskih analiz ter meritev količin.

Izolati za REM preiskavo so bili neparjeni s C + Au, pospeševalna napetost je bila 25 kV, vpadni kot — naklon 45^o in delovna razdalja 12 mm.

Med različnimi povečavami sta bili najprimernejši direktni povečavi 3000 × in 10.000 ×, ki jih bomo uporabili tudi v nadaljnjih preiskavah za medsebojne primerjave izolatov.

REM preiskave površine prob po elektrolitski izolaciji karbidov

Po prvih orientacijskih preiskavah lahko pričakujemo, da bomo s pomočjo REM posnetkov površine preizkušancev po izvršeni elektrolitski izolaciji lahko prišli do nekaterih zanimivih ugotovitev o mikromorfologiji karbidov v ledeburitnih jeklih in pojasnili marsikateri problem v zvezi s količinami in sestavo izolatov. Za ilustracijo so podani na sliki 29 REM posnetki dveh preizkušancev pri različnih povečavah istih mest. Preizkušavec A je bil kaljen z 900^o C, torej podkaljen, preiz-

kušavec B pa pregret pri kaljenju na 1200^o C in popuščan na 550^o C. Slika 30 pa prikazuje klasična metalografska posnetka obeh preizkušancev pri povečavi 500 ×.

ZAKLJUČKI

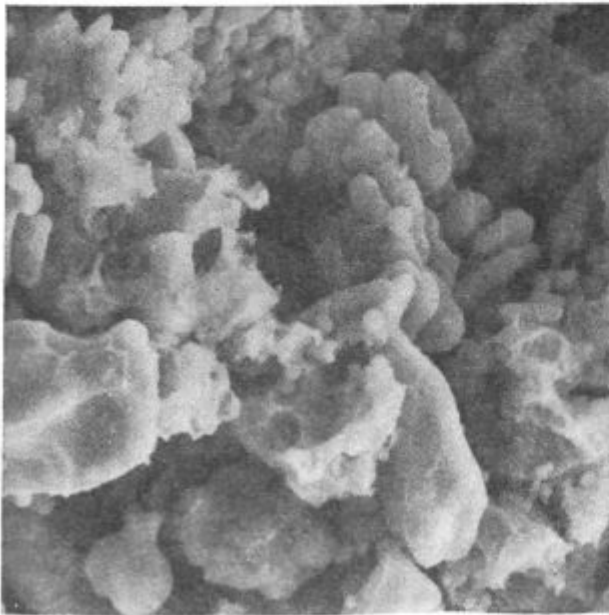
Praktične preiskave so nas privedle do zaključka, da na prelomnih ploskvah preizkušancev dobimo z REM uporabne posnetke v celotnem območju direktnih povečav od 20 ×, kar ustreza območju povečave z ročno lupo, do 20.000 ×.

S širokim programom preiskav in posnetkov z rastrskim elektronskim mikroskopom smo želeli

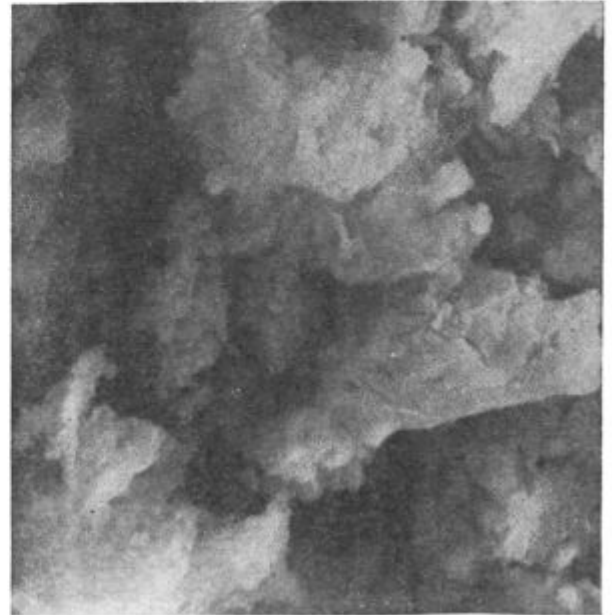
med drugim tudi opredeliti optimalne do neke mere tipizirane pogoje uporabe REM v nadaljnjem programu raziskovanja ledeburitnih orodnih jekel. Izkazalo se je, da je za preiskave prelomov in metalografskih obrusov ledeburitnih orodnih jekel

najugodnejša direktna povečava $3000\times$ za preiskave strukturnih podrobnosti in $1000\times$ za medsebojne primerjave. Za neposredno povezavo s klasično mikroskopijo je zelo primerna povečava $500\times$. Izkušnje vseh dosedanjih preiskav so po-

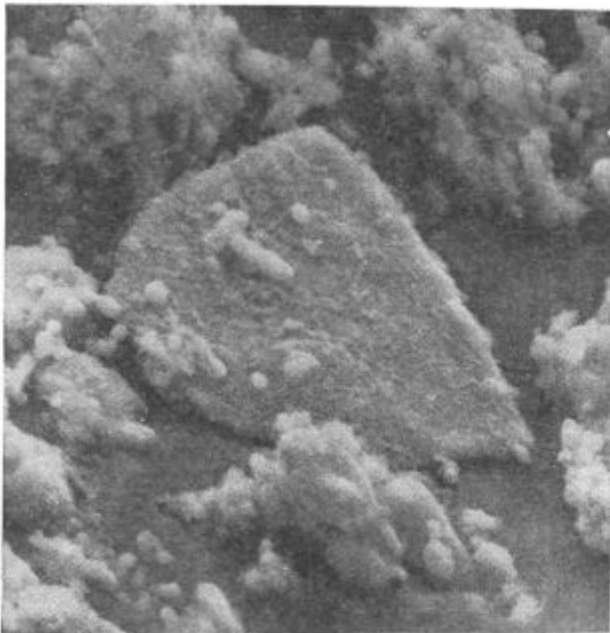
3000 \times



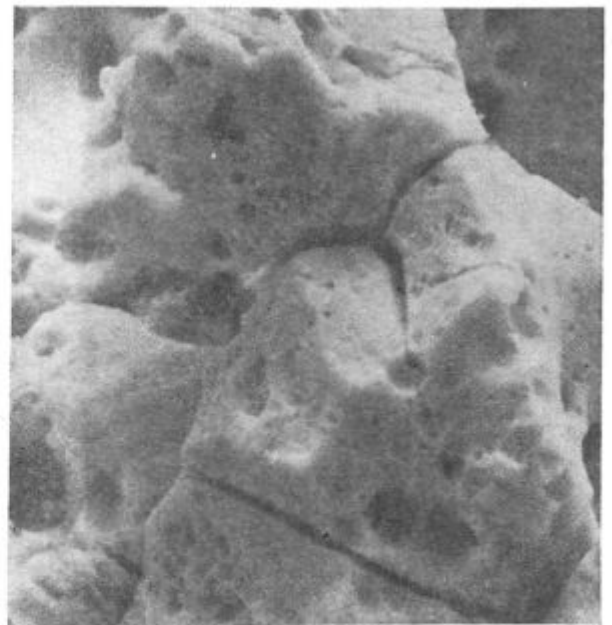
P 52 K 1040°C/P -



P 91 K 1200°C/P -



P 58 K 1040°C/P 550°C



P 98 K 1200°C/P 550°C

Slika 28

Primerjava izolatov različno toplotno obdelanih prob jekla Č.4850 — OCR 12 VM.

Fig. 28

Comparison of isolates of differently heat treated probes of Č.4850 — OCR 12 VM steel

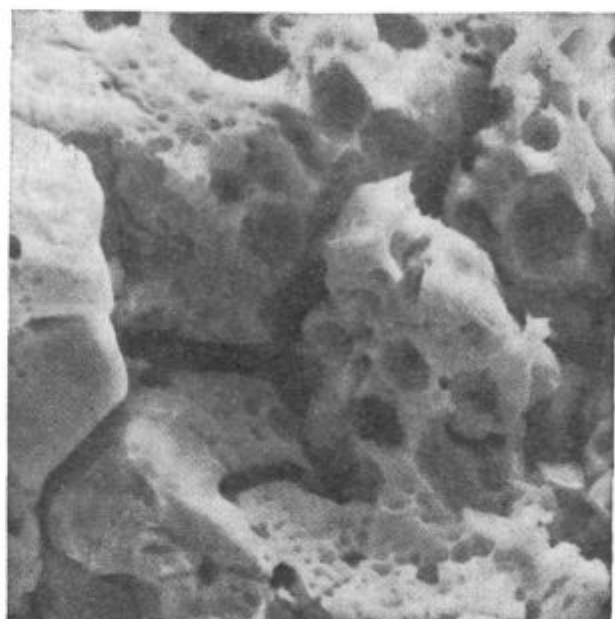
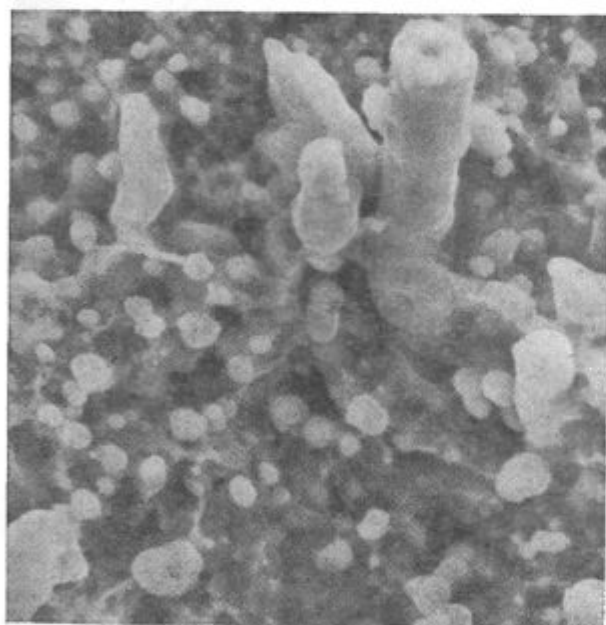
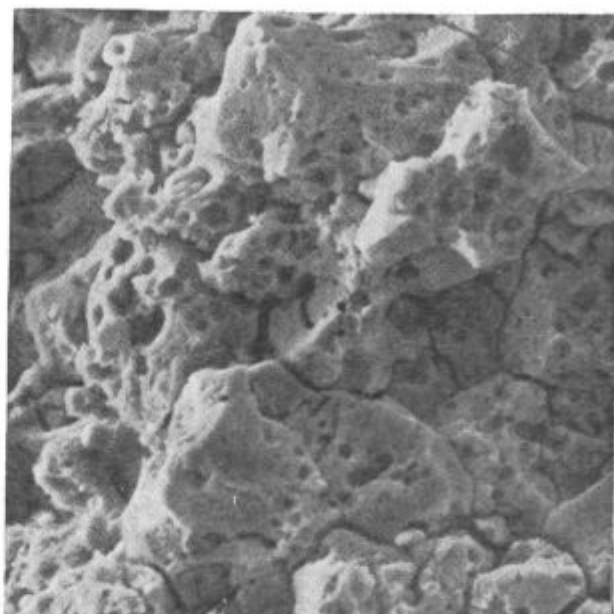
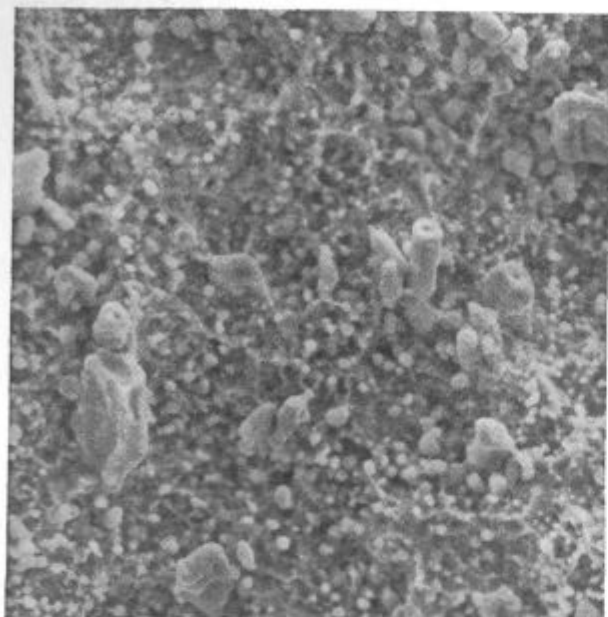
PROBA A

Č.4850 - OCR 12 VM

PROBA B

3000 x K 900^o C/P -

K 1200^o C/P 550^o C 3000 x



10.000 x

10.000 x

Slika 29

Površina prob jekla Č.4850 — OCR 12 VM po elektrolitski izolaciji karbidov. Pogoji opazovanja:

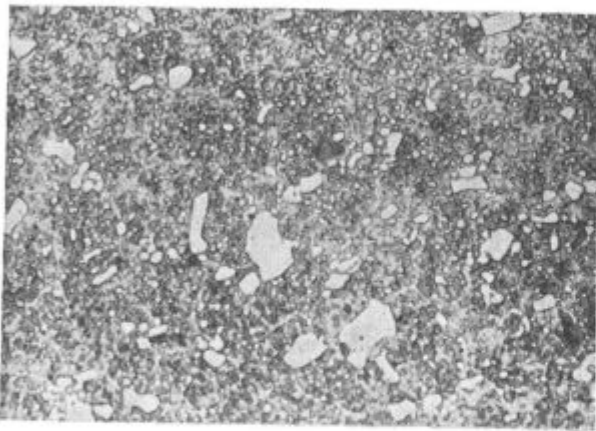
- pospeševalna napetost 25 kV,
- vpadni kot — naklon 30°,
- delovna razdalja 12 mm.

Fig. 29

Surface of probes of Č.4850 — OCR 12 VM steel after electrolytic isolation of carbides. Conditions of observation:

- acceleration voltage 25 kV,
- angle of incidence 30°,
- working distance 12 mm

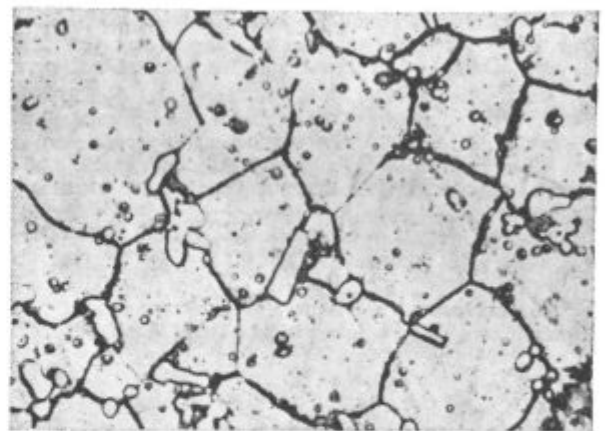
PROBA A



500 x

K 900°C/P -

PROBA B



K 1200°C/P 550°C

500 x

Slika 30

Klasična metalografska posnetka mikrostrukture prob prikazanih na sliki 29.

Fig. 30

Usual metallographic pictures of the microstructure of probes shown in Fig. 29

kazale, da so za to področje raziskovanja z rastrskim elektronskim mikroskopom povečave nad 5000 × neprimerne, skrajna meja povečav pri danih možnostih pa je bila 10000 ×.

Na področju REM preiskav karbidnih izolatov in površine preizkušancev po elektrolitski izolaciji, ki smo jih šele začeli, se odpirajo obetajoče možnosti uporabe te metalografske tehnike.

Literatura:

- Kimoto S.: O rastrski elektronski mikroskopiji in rentgenski mikroanalizi; *Zelezarski zbornik (Jesenice)*, IV., 1970, št. 2, str. 121—131.
- Vodopivec F.: Sodobne metode metalografske preiskave in smeri njihovega razvoja; *Zelezarski zbornik (Jesenice)*, V., 1971, št. 1., str. 1—10.
- Reimer L., G. Pfefferkorn: *Raster — Elektronenmikroskopie*, Springer — Verlag, Berlin — Heidelberg — New York 1973.
- Engel, Klingele: *Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen von Metallschäden*, Gerling — Institut für Schadensforschung und Schadensverhütung GmbH., Köln 1974, izdaja J. P. Bachem KG Köln, Bestellnummer GK 600.
- Rodič J.: Praktične izkušnje pri raziskavah ledeburitnih orodnih jekel z uporabo kvantitativne metalografije; *Zelezarski zbornik (Jesenice)*, IX., 1975, št. 4, str. 217—238.
- Rodič J. in sodelavci: Razvoj metodike raziskav... visokolegiranih orodnih jekel ledeburitnega tipa, Poročila Metalurškega inštituta v Ljubljani in Zelezarne Ravne, I. del — naloga MI-237, junij 1974, II. del — naloga My-298, september 1975.
- Rodič J. in sodelavci: Kompleksne raziskave ledeburitnih orodnih jekel, Interna raziskovalna naloga Zelezarne Ravne R-7221.

ZUSAMMENFASSUNG

Die Rasterelektronenmikroskopie (REM) stellt ein neues sehr interessantes Bereich von grosser Bedeutung für die Untersuchungen der hochlegierten Werkzeugstähle des ledeburitischen Types dar.

Die Anwendbarkeit der REM bei den Untersuchungen der Eigenheiten und der Morphologie der Brüche, bei den Untersuchungen des Mikrogefüges der geätzten metallographischen Schiffe, beim Studium der Karbidisierungen und der Oberflächenkonfiguration nach der elektrolytischen Isolierung.

Alle Untersuchungen sind an einem Stahl Č 4850 — OCR 12 VM mit der Zusammensetzung: 1,52 % C, 11,4 % Cr, 0,82 % Mo, 0,92 % V durchgeführt worden.

Die mit der REM durchgeführten Untersuchungen sind ein Bestandteil des Untersuchungsprojektes der ledeburitischen Werkzeugstähle, deshalb ist da auch eine Verbin-

dung mit anderen Untersuchungen, vor allem der Zähigkeitsuntersuchungen und der dilatometrischen Messungen angezeigt.

Um eine Verbindung mit der Dokumentation der klassischen metallographischen Untersuchungen zu gewährleisten, sind die REM Untersuchungen nach einem System des »matrix programm« für alle Varianten der Wärmebearbeitung von dem gegliederten und ausserordentlich untergeordneten Zustand, bis zu der vollkommenen Überhitzung auf ausserordentlich hohen Austenitisierungstemperaturen, von dem Anlassen bei niedrigen und hohen Temperaturen bei demselben Grad der direkten Vergrößerung.

Im Artikel sind nur die wichtigsten Interessantheiten aus diesem umfangreichen Programm angegeben, so wie auch die Vorschläge für eine Typisierung der Untersuchungsbedingungen bei den weiteren Untersuchungen derartiger Stähle.

SUMMARY

Scanning electron microscopy (SEM) represents a new and very interested field of great importance for investigations of high-alloyed tool steel of ledeburite type.

The applicability of SEM for investigation of characteristics and morphology of fractures, for investigation of microstructures on etched metallographic specimen, and for study of carbide isolates and the configuration of the probe surfaces after electrolytic isolation is described in the paper.

All the investigations were made on Č.4850—OCR 12 VM steel with composition 1.52 % C, 11.4 % Cr, 0.82 % Mo, 0.92 % V.

The performed SEM investigations are a part of the reserach project on ledeburite tool steel, therefore the con-

nection with other investigations is indicated, mainly with the toughness tests and dilatometric measurements.

For connection with data of usual metallographic investigations, the SEM tests were performed according to the matrix system for all possibilites of heat treatment from annealed and underhardened sloge, to extremely high austenitization temperatures, from tempering at low temperatures to tempering at high temperatures. The same degrees of direct magnification were used.

Only the most important characteristics from this extensive program are given in the paper. Proposals are made for standardization of testig conditions in further investigations of those steels.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Растровая электронная микроскопия (РЭМ) представляет собой новую и очень интересную область большого значения при исследовании высоколегированных инструментальных сталей ледебуритного типа.

Приведено применение РЭМ при исследовании характеристик и морфологии изломов, исследования микроструктуры на травленых фигурах металлографических шлифах, при изучении изолированных карбидов а также при конфигурации поверхности образцов после электролитической изоляции.

Все упомянутые исследования выполнены на стали марки

С. 4850 — OCR 12 VM

состава: 1,52 %С, 11,4 %Cr, 0,82 %Mo, 0,92 %V.

Исследования выполненные с РЭМ представляют собой составную часть проекта о исследовании ледебуритных инструменталь-

ных сталях. По этой причине намечена также связь этих исследований с другими исследованиями, в особенности испытание вязкости и пояснение диаметрических измерений. При учете связи с документацией классических металлографических исследований, исследования с РЭМ были выполнены по системе матричной программе при всех разновидностях термической обработки, от отжига и выразительной недодержки до полного прогрева на крайне высоких t-ax аустенизации, также от низко- до высокотемпературного отпуска при одинаковых температурных интервалах повышения. В работе приведены только существенные информации из этой обширной программы, поданы также предложения о типизации условий исследования для дальнейших исследованиях этих сортов стали.

Preiskave jekla Č. 4850 - OCR 12 VM na elektronskem mikroanalizatorju

DK: 669.14.018.25 : 669.15-196.58

ASM/SLA: M 21 e; TSh

Jože Rodič, Franc Vodopivec, Boško Ralič

Visokolegirano orodno jeklo Č.4850 — OCR 12 VM z 1,52 % C, 11,4 % Cr, 0,82 % Mo in 0,92 % V je eno izmed 11 različnih vrst orodnih jekel, ki jih sistematično raziskujemo v okviru raziskovalnega projekta ledeburitnih jekel.

Iz celotnega matričnega programa variacij toplotne obdelave smo izbrali nekaj tipičnih stanj: žarjeno, podkaljeno, normalno kaljeno, pregreto, visoko popuščano.

Analize z elektronskim mikroanalizatorjem naj bi dopolnile številne druge preiskave s porazdelitvijo in profilom koncentracije elementov v osnovni matici in različnih vrstah karbidov v odvisnosti od pogojev toplotne obdelave.

Preiskave na elektronskem mikroanalizatorju so bile izvršene v okviru projekta raziskav ledeburitnih orodnih jekel na vzorcih jekla Č.4850 — OCR 12 VM z naslednjo kemijsko sestavo:

C = 1,52 %; Cr = 11,4 %; W = 0,10 %; Mo = 0,82 %; V = 0,92 %; Ni = 0,18 %; Si = 0,13 %; Mn = 0,31 %; S = 0,006 %; P = 0,026 %; Cu = 0,18 %.

Vzorci so bili v naslednjih stanjih toplotne obdelave:

oznaka vzorca	stanje
PŽ 5	žarjeno
P 1	kaljeno 900° C v olju
P 51	kaljeno 1040° C v olju
P 60	kaljeno 1040° C v olju in popuščano na 700° C
P 101	kaljeno 1240° C v olju
P 110	kaljeno 1240° C v olju in popuščano na 700° C

Za opredelitev sestave karbidov in kovinske osnove v jeklu so bile izvršene preiskave po metodah površinske, linijske in točkaste analize na elektronskem mikroanalizatorju metalurškega inštituta v Ljubljani.

Jože Rodič je diplomirani inženir metalurgije in vodja službe za razvoj tehnologije, izdelkov in metalurške raziskave v Železarni Ravne

Franc Vodopivec je doktor metalurških znanosti in samostojni raziskovalec na metalurškem inštitutu v Ljubljani

Boško Ralič, višji tehnik na metalurškem inštitutu v Ljubljani

Z analizami po metodi površinske in linijske analize posameznih vzorcev smo prišli do naslednjih ugotovitev:

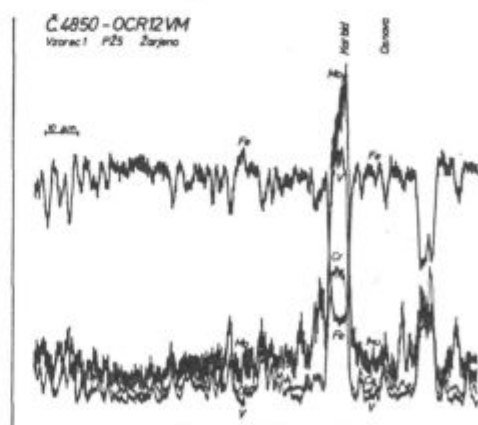
VZOREC PŽ 5 V MEHKO ŽARJENEM STANJU

Slika 1 kaže elektronski posnetek in specifične X-posnetke koncentracij posameznih elementov pri 600-kratni povečavi. Na teh posnetkih so za železo in dodane karbidotvorne elemente prikazani še profili koncentracij za nakazani položaj linijske analize.

Za vsak vzorec smo še dodatno izvršili linijsko analizo na drugem značilnem mestu in natančneje registrirali profil koncentracij železa in dolegiranih karbidotvornih elementov kroma, molibdena in vanadija. Tak posnetek z registrirnega traku prikazuje za vzorec PŽ 5 slika 2.

Večja kardibna zrna so bogata z vanadijem, kromom in molibdenom, drugih elementov pa je v karbidih enako ali manj kot v kovinski osnovi. Železa je v karbidih znatno manj kot v kovinski osnovi.

Natančnejši pregled koncentracijskih profilov pokaže, da obstaja razlika med sestavo kompaktnih eutektičnih karbidov in področji koncentriranih drobnih sekundarnih karbidov. Prvi imajo mnogo manj železa in mnogo več molibdena ter vanadija, medtem ko so razlike v koncentraciji kroma precej manjše.

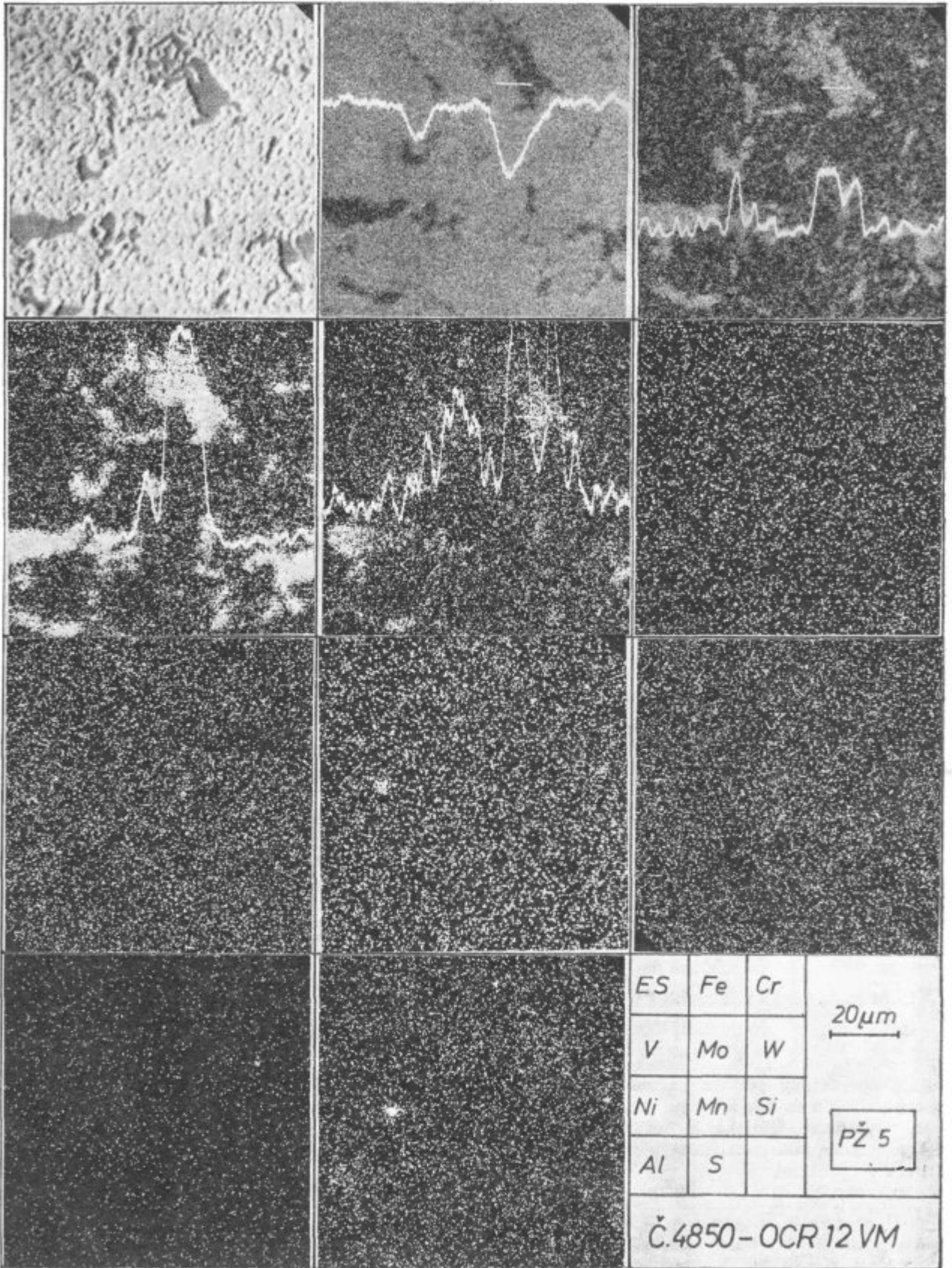


Slika 2

Registriran profil koncentracije železa in dolegiranih karbidotvornih elementov za vzorec PŽ 5 v žarjenem stanju.

Fig. 2

Registered concentration profile of iron and alloyed carbide-forming elements in PŽ 5 sample, annealed

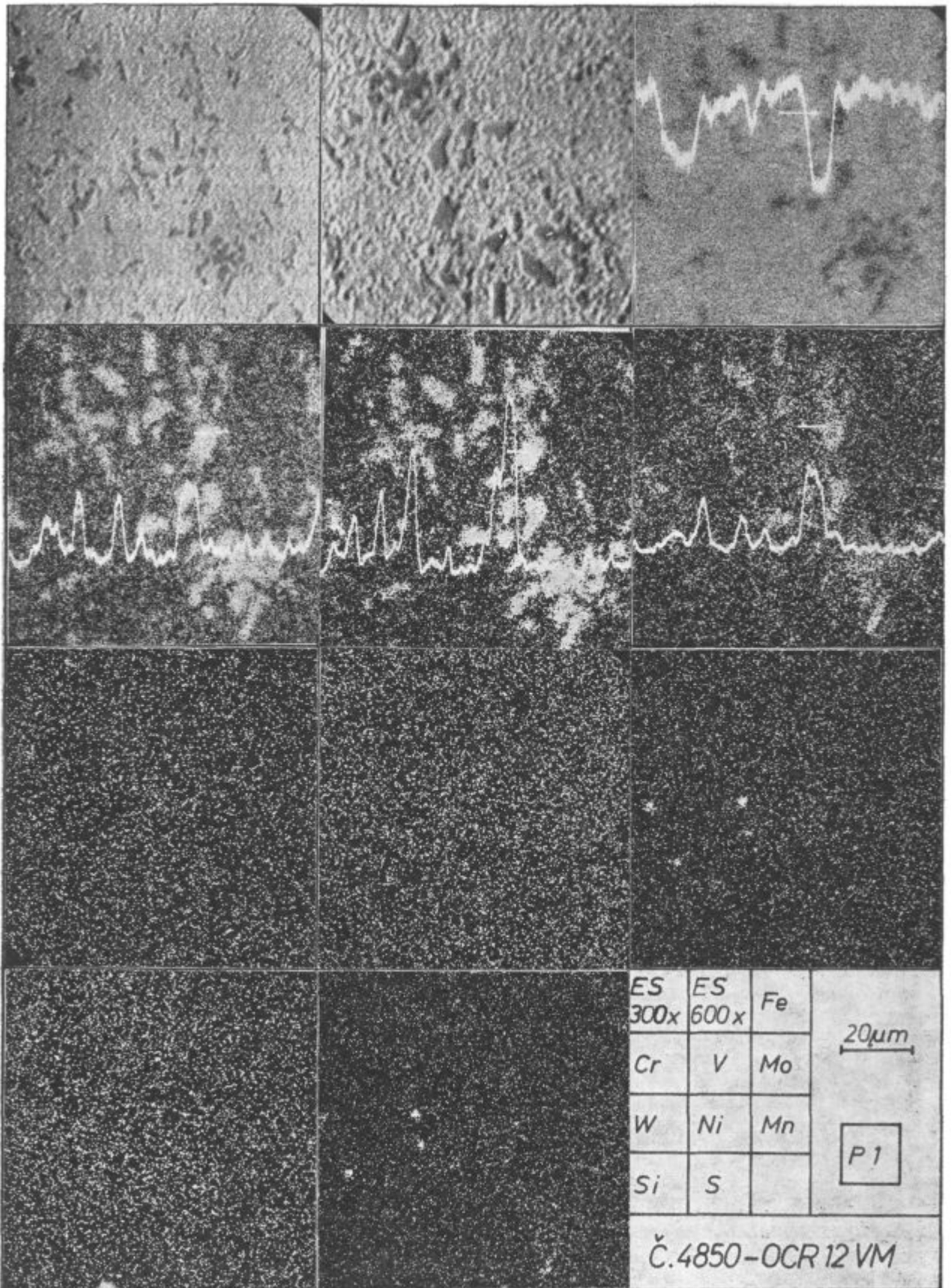


Slika 1

Elektronski posnetek, specifični X - posnetki in profili koncentracij posameznih elementov vzorca PZ 5 v žarjenem stanju (pov. 600 x).

Fig. 1

Electron picture, specific X-ray pictures and concentration profiles of single elements in PZ 5 sample, annealed (Magnification 600 x)



Slika 3

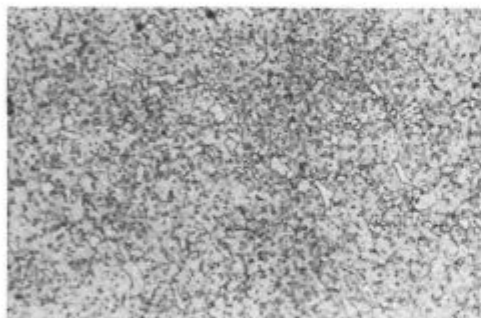
Elektronska posnetka pri dveh različnih povečavah, specifični X posnetki in profili koncentracij posameznih elementov za vzorec P1 kaljen z 900° C v olju.

Fig. 3

Electron pictures at two different magnifications, specific X-ray pictures and concentration profiles of single elements in P1 sample, quenched from 900° C in oil

Pri eutektičnih karbidih opazimo zelo ostro izraženo močno povečano vsebnost vanadija in molibdena, vsebnost kroma pa je precej manj izrazito povečana. V področjih zgoščitve drobnih sekundarnih karbidov opazamo namesto takih izrazitih razlik samo obogatitev kroma, vanadija in molibdena ter osiromašitev železa.

V osnovi so nihanja koncentracije molibdena v smislu rahlih izcej bolj očitna kot pri vanadiju in kromu, pri katerih izrazito povečanje vsebnosti pri večjih karbidih ostro sovпада s konturami karbidov. Omenili pa smo že, da so pri vanadiju in molibdenu zelo velike razlike med večjimi karbidi in področji drobnejših karbidov.



20μm

Slika 4

Mikrostruktura vzorca P 51 kaljenega s 1040° C v olju.

Fig. 4

Microstructure of P 51 sample, quenched from 1040° C in oil

Vzorec P 1 — kaljen z 900° C v olju

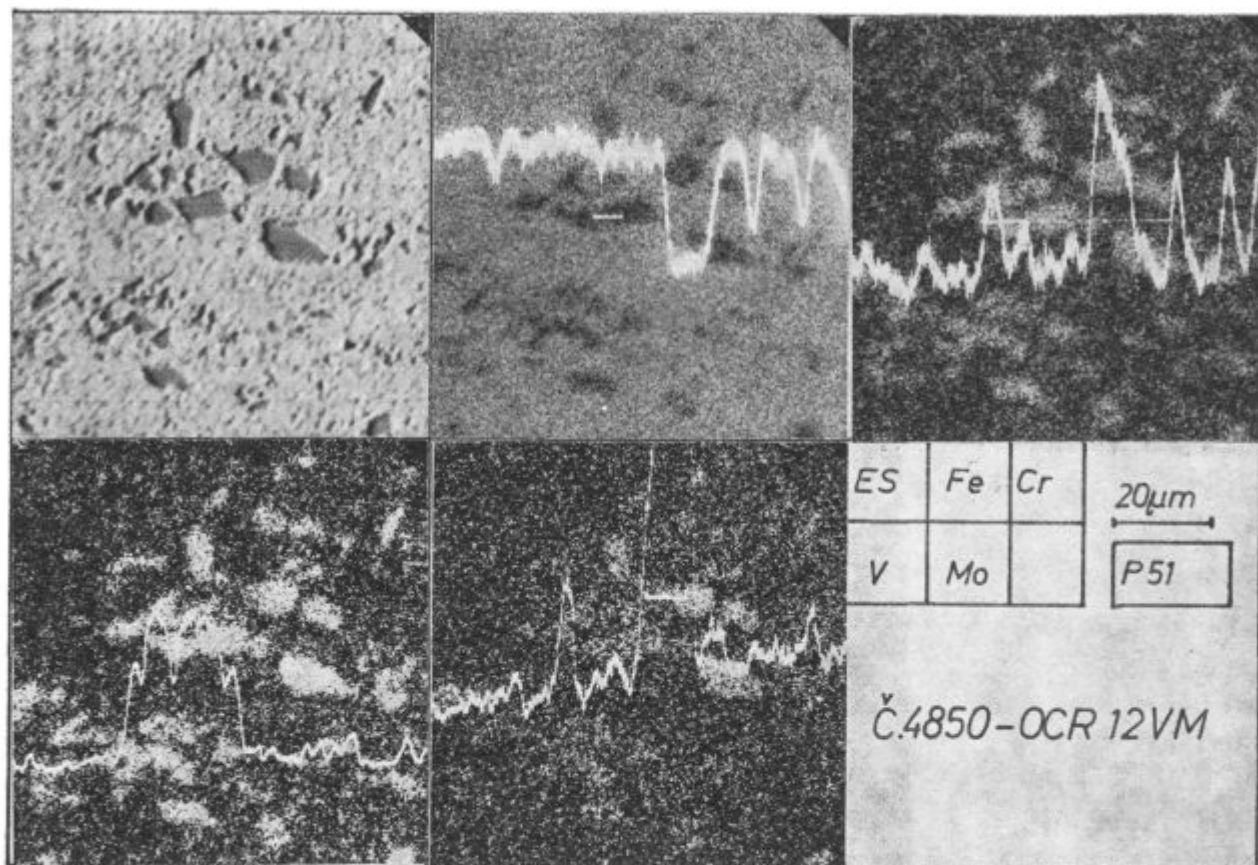
Površinska analiza je pokazala, da ni velikih razlik v primerjavi z mehko žarjenim vzorcem PZ 5 (slika 3). Pri tem moramo poudariti, da je temperatura kaljenja 900° C prenzka in je bila tudi namenoma tako izbrana za »podkaljenje«.

Vzorec P 51 — kaljen s 1040° C v olju

Mikrostruktura tega vzorca, ki je v glavnem normalno kaljen, je prikazana na sliki 4.

Površinska in linijska analiza tega vzorca na sliki 5 ne kažeta kakih bistvenih razlik v primerjavi s prejšnjimi ugotovitvami.

Sliki 6 in 7 kažeta primerjavo vsebnosti karbidotvornih elementov med osnovo, značilnim evtek-



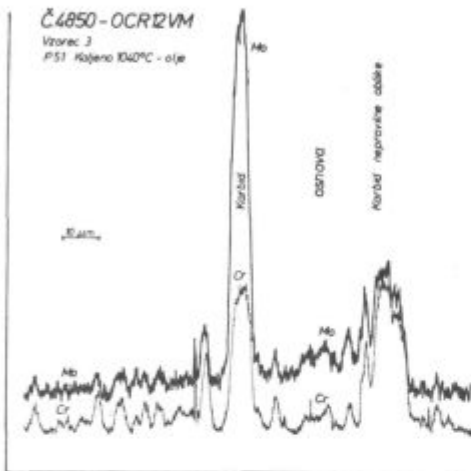
Slika 5

Elektronski posnetek, specifični X - posnetki in profili koncentracij posameznih elementov za vzorec P 51 kaljen s 1040° C v olju.

Fig. 5

Electron picture, specific X-ray pictures, and concentration profiles of single elements in P 51 sample, quenched from 1040° C in oil

tičnim in karbidom in karbidom nepravilne in neizrazite oblike ali nekakim karbidnim gnezdom. Razlike koncentracij med osnovo in karbidom so za molibden in vanadij zelo velike, pri kromu pa mnogo manjše. Pri karbidih »nepravilne« oblike pa sta razliki vsebnosti molibdena in vanadija med osnovo in karbidom mnogo manjši, pri kromu pa je vsebnost v takem karbidu skoraj enaka kot pri večjem eutektičnem karbidu, razlika proti osnovi pa skoraj enaka.

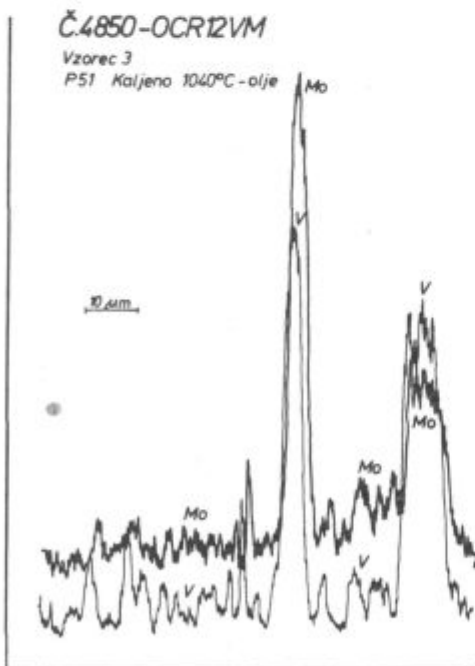


Slika 6

Profila koncentracije molibdena in kroma.

Fig. 6

Concentration profiles of molybdenum and chromium



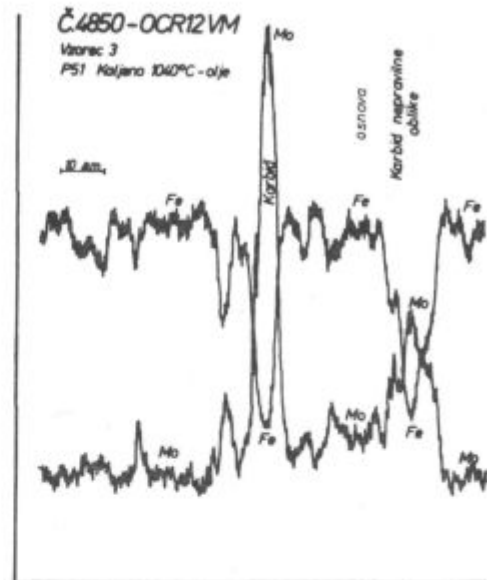
Slika 7

Profila koncentracije molibdena in vanadija.

Fig. 7

Concentration profiles of molybden and vanadium

Če ob profilu molibdena primerjamo osiromašitev železa, vidimo, da je ta pri obeh vrstah karbidov skoraj enaka, medtem ko so v molibdenu zelo velike razlike (slika 8).



Slika 8

Profila koncentracije molibdena in železa.

Fig. 8

Concentration profiles of molybdenum and iron

Vzorec P 60 — kaljen s 1040°C v olju in popuščan na 700°C

K sliki 9 bi lahko dali podoben komentar, saj kažejo odnosi vsebnosti posameznih elementov v karbidih in osnovi enake značilnosti.

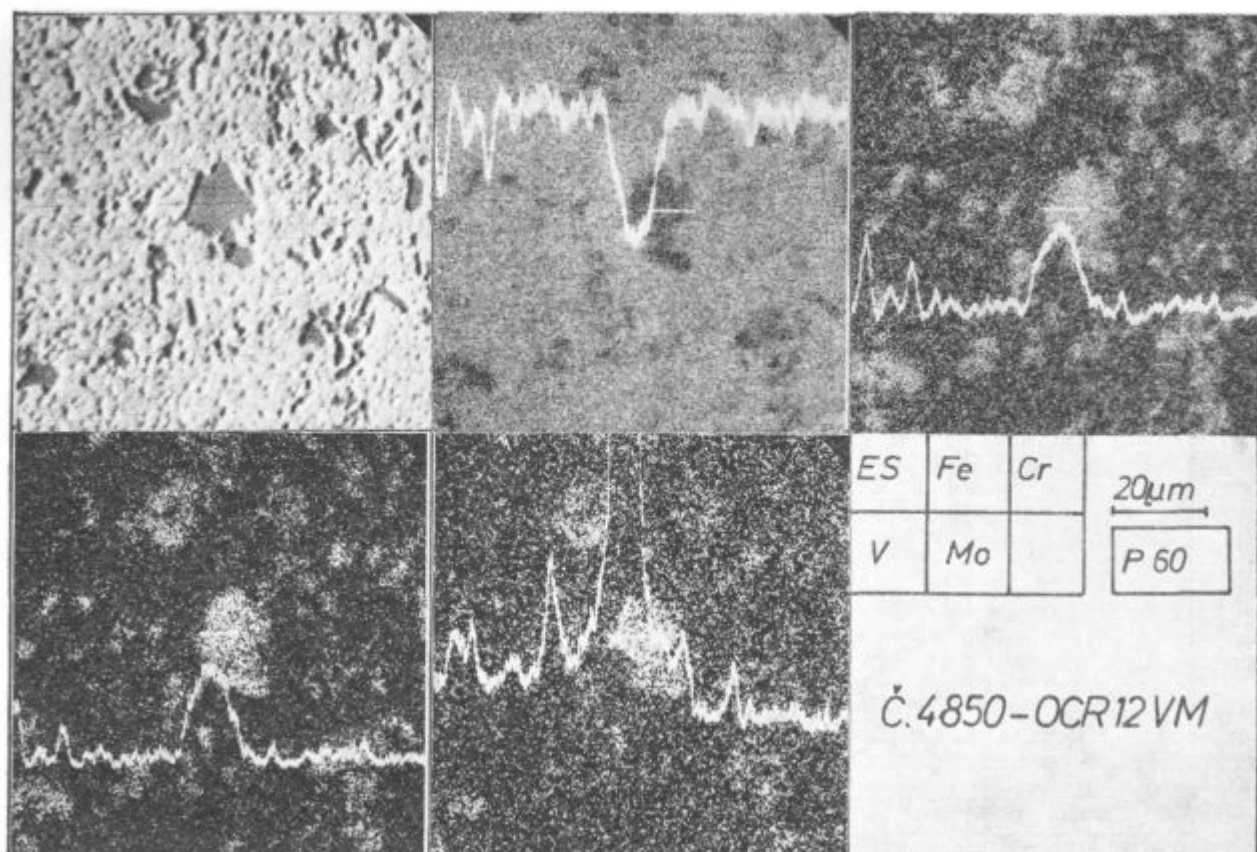
Vzorec P 101 — kaljen s 1240°C v olju

Mikrostruktura je zaradi pregretja bistveno drugačna kot pri vseh prejšnjih vzorcih (slika 10).

Velika avstenitna zrna obkroža eutektična mreža. Eutektična polja okrogle oblike najdemo ponekod tudi v sredini teh zrn. Na nekaterih drugih mestih opazimo v avstenitnem zrnu karbide oglatih oblik (slika 11).

Eutektična faza je bogata s kromom, vanadijem in molibdenom ter siromašna z železom.

Linjska analiza, ki je prikazana s kontaminacijsko sledjo in profilom koncentracije, je pokazala zelo definirane sestave obeh faz, trdne raztopine in eutektika, kar je zaradi visoke temperature avstenizacije razumljivo. Trdna raztopina ima zelo enakomerno sestavo, sestava eutektika pa ni povsod enaka. Razmerje med vsebnostjo molibdena, vanadija in kroma je približno konstantno, tako da se vsebnost teh treh elementov spreminja paralelno navzgor ali navzdol, spreminja pa se razmerje med njihovo vsoto in količino železa v eutektiku.



Slika 9

Elektronski posnetek, specifični X - posnetki in profili koncentracij posameznih elementov za vzorec P 60 kaljen s 1040° C v olju in popuščan na 700° C.

Fig. 9

Electron picture, specific X-ray pictures, and concentration profiles of single elements in P 60 sample, quenched from 1040° C in oil and tempered at 700° C

Na drugem mestu smo še natančneje registrirali profil koncentracij posameznih legirnih elementov in železa. Na poti, ki jo prikazuje kontaminacijska sled, smo dobili profile, prikazane na sliki 12. Evtetik, ki nastaja pri pregretju, je večkrat precej nehomogen. Največje so nehomogenosti, ki so izražene s profilom molibdena.

Pomembne so tudi razlike med evtetikom, ki tvori mrežo okrog avstenitnih zrn in karbidi v notranjosti zrna. Karbidi v notranjosti avstenitnih zrn so bolj homogeni in bogatejši s karbidotvornimi elementi kot evtetik. To je razumljivo že po osnovnih značilnostih teh mikrostruktur. Evtetik, ki obdaja zrna, je bil sestavljen iz karbidov in avstenita, ki je po izločanju sekundarnih karbidov razpadel po perlitni reakciji v alfa železo in karbide.

Na nekaterih mestih zasledimo v notranjosti velikih avstenitnih zrn karbide, ki so v bistvu otočki tipične evtetične konfiguracije z značilno obliko ledeburita. Ti se po nivojih legirnih elementov skoraj izenačujejo z evtetično mrežo po mejah

zrn in se po koncentracijah posameznih elementov bistveno razlikujejo od posebnih — kompaktnih karbidov okrogle ali oglete oblike v notranjosti zrn.

Razlike vsebnosti molibdena in vanadija so v teh primerjavah mnogo večje kot razlike vsebnosti kroma.

Vzorec P 110 — kaljen s 1240° C v olju in popuščan na 700° C

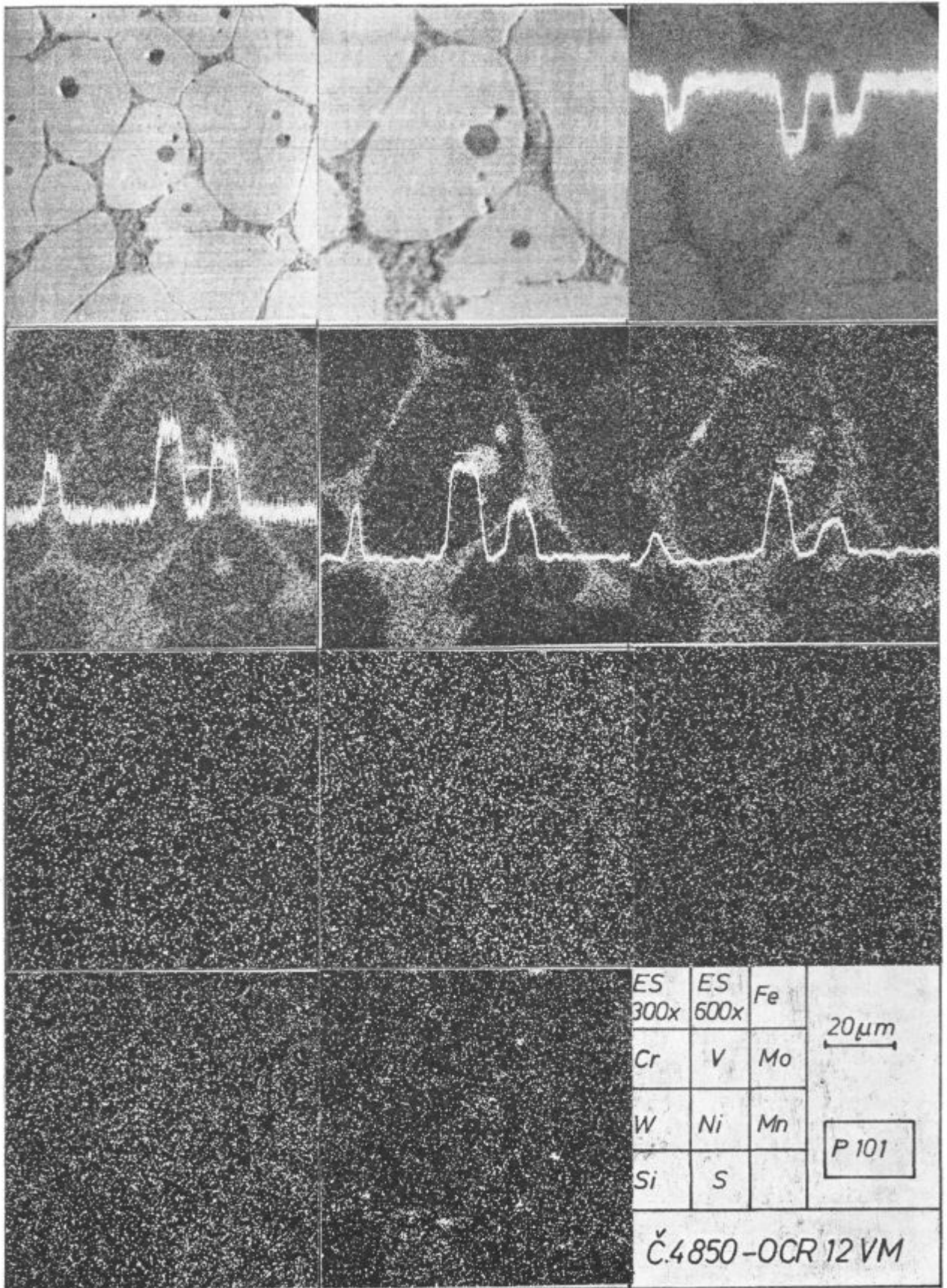
Značilna mikrostruktura tega vzorca je prikazana na sliki 13.

Slika 10

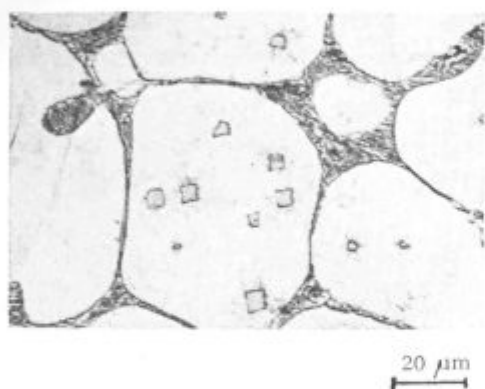
Elektronska posnetka pri dveh različnih povečavah, specifični X - posnetki in profili koncentracij posameznih elementov za vzorec P 101 kaljen s 1240° C v olju.

Fig. 10

Electron pictures at two different magnifications, specific X-ray pictures, and concentration profiles of single elements in P 101 sample, quenched from 1240° C in oil



Elektronski posnetki, specifični X - posnetki in profili koncentracij so prikazani na sliki 14 in kažejo zelo podobne značilnosti, ki smo jih opisali pri kaljenem vzorcu P 101.

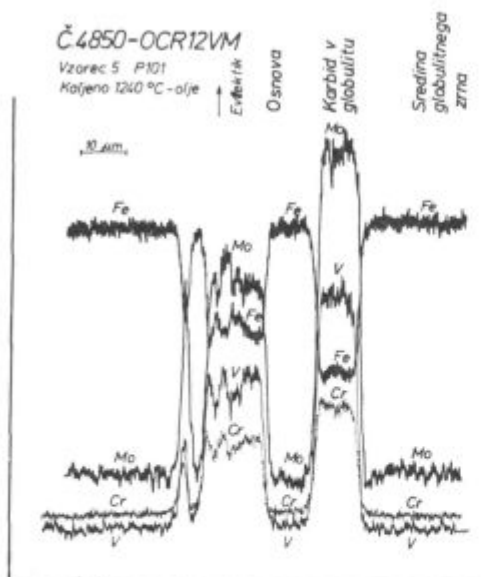
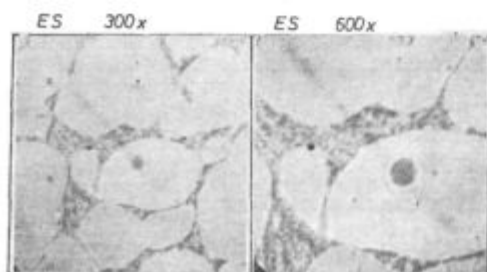


Slika 11

Mikrostruktura vzorca P 101 kaljenega s 1240° C v olju.

Fig. 11

Microstructure of P 101 sample, quenched from 1240° C in oil



Slika 12

Profili koncentracij legirnih elementov in železa na poti, ki jo prikazuje kontaminacijska sled.

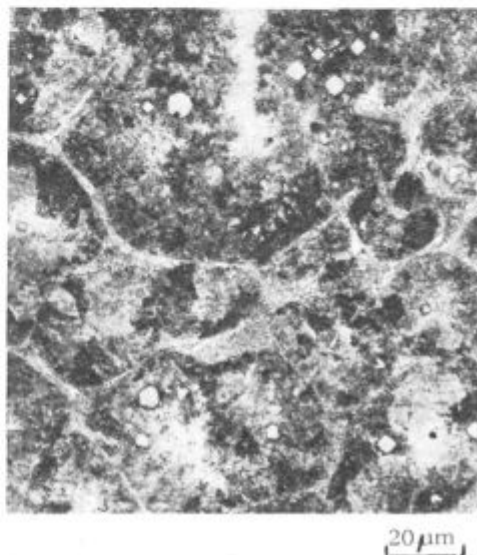
Fig. 12

Concentration profiles of alloyed elements and iron along the contamination path

Na sliki 14 cikcakasti profil koncentracije pri prehodu evtektične mreže (posebno izrazito pri kromu) jasno ponazarja zgradbo rebrastega evtektika.

V mikrostrukturi tega vzorca opazimo poleg trdne raztopine in evtektika (kakor v vzorcu P 101) še reliefna polja bainitnega karakterja, nastala po razpadu zaostalega avstenita in popuščanju martenzita (slika 15).

Površinska analiza kakor tudi profil koncentracij pri linijski analizi ni pokazal v teh bainitnih poljih večjih razlik v vsebnosti legirnih elementov.



Slika 13

Mikrostruktura vzorca P 110 kaljenega s 1240° C in popuščanega na 700° C.

Fig. 13

Microstructure of P 110 sample, quenched from 1240° C and tempered at 700° C

KVANTITATIVNE MERITVE NA ELEKTRONSKEM MIKROANALIZATORJU

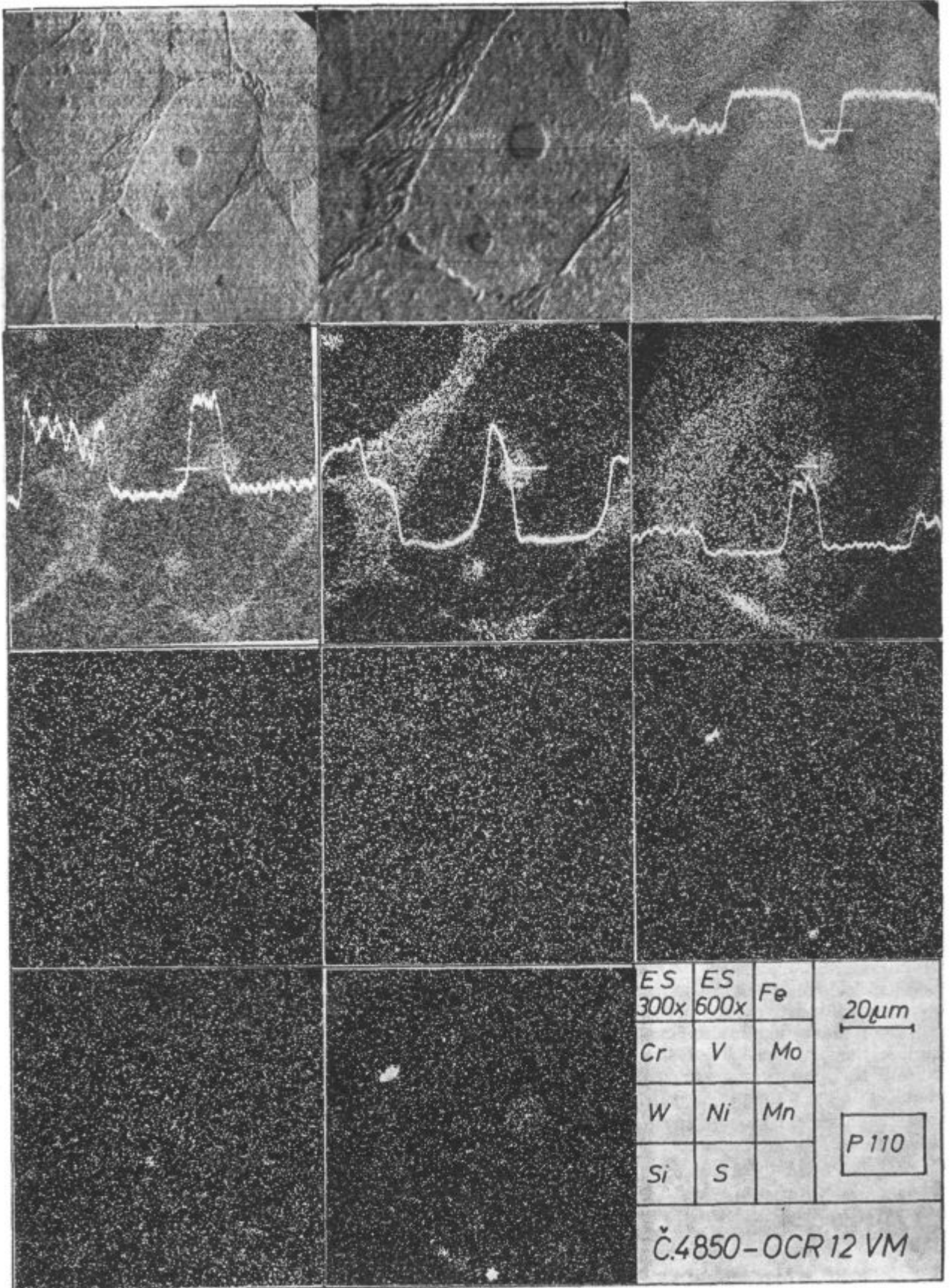
Te meritve smo napravili le na treh tipičnih vzorcih: na žarjenem vzorcu z oznako PŽ 5, na vzorcu, ki je bil kaljen pri 1040° C, in na vzorcu, ki je bil kaljen pri 1240° C. Na osnovi rezultatov površinske in linijske analize smo namreč skleпали, da analiza drugih vzorcev verjetno ne bi pokazala pomembnejših posebnosti.

Slika 14

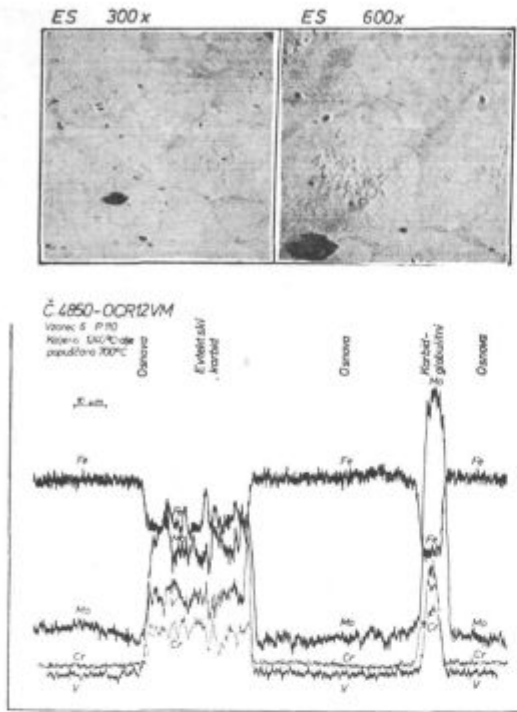
Elektronska posnetka pri dveh različnih povečavah, specifični X - posnetki in profili koncentracij posameznih elementov za vzorec P 110 kaljen s 1240° C v olju in popuščan na 700° C.

Fig. 14

Electron pictures at two different magnifications, specific X-ray pictures, and concentration profiles of single elements in P 110 sample, quenched from 1240° C and tempered at 700° C



Č.4850-OCR12 VM



Slika 15

Profili koncentracij legirnih elementov in železa na poti, ki jo prikazuje kontaminacijska sled.

Fig. 15

Concentration profiles of alloyed elements and iron along the contamination path

Zaradi neenakomerne sestave v mikroskopskem merilu s točkastim merjenjem smo določili povprečne sestave osnove, oz. trdne raztopine v stiku s karbidnimi zrnji le na dveh vzorcih; pričakovali smo namreč, da bomo sestavo osnove lahko določili iz linijske analize s pomočjo sestave karbidov. Pokazalo pa se je, da se sestava karbidov, ki so po morfološkem videzu enaki, precej razlikuje, zato niso primerni za kalibracijo. Dopolnilne analize osnove se dajo po potrebi hitro izvršiti, ker lahko uporabimo že izračunane korekcijske faktorje.

Upoštevajoč vse karakteristike izvršenih meritev, sodimo, da so ugotovljene povprečne vsebnosti posameznih elementov v karbidih in osnovi dokaj zanesljive, razen pri železu, za katerega so določene vsebnosti gotovo nekoliko previsoko zaradi fluorescenc okolice. Računsko pač tega povečanja ni mogoče opredeliti. Tudi glede upoštevanja zanesljivosti posameznih korekturnih faktorjev je vsebnost železa najmanj zanesljiva.

Karbidna zrna v vseh primerih vsebujejo le sled mangana in volframa.

Naj omenimo, da vzporedno opravljamo zelo obsežno raziskovalno nalogo, ki obsega razvoj optimalne elektrolitske izolacije karbidov ter mikrokemijsko in rentgensko analizo karbidov. Po zaključku prve faze se bomo v nadaljevanju posebej posvetili povezovanju rezultatov, dobljenih z analizami na vseh omenjenih področjih, kar bo prav gotovo imelo velik pomen. Zaenkrat možnosti

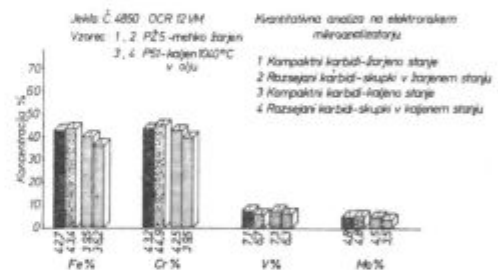
neposrednih primerjav še nimamo, saj bo treba vsekakor analize po različnih metodah izvajati na istih vzorcih.

Prav na kratko skušajmo povezati kvantitativne točkovne analize s prej opisanimi linijskimi analizami.

Na sliki 16 a imamo primerjavo dveh različnih tipov karbidov za žarjeni in normalno kaljeni vzorec:

Razlike med obema tipoma karbidov v žarjenem stanju niti niso tako velike, kot bi jih pričakovali po ugotovitvah linijske analize po registriranih profilih koncentracij. Ugotovitve, dobljene po obeh vrstah meritve, pa se lepo potrjujejo, četudi kvantitativni odnosi niso povsem neposredni. Ker na sliki 16a ni prikazana osnova, naj posebej omenimo, da vsebujejo drobna karbidna zrna v žarjenem vzorcu približno dve tretjini več molibdena kot okolišnja osnova ter trikrat več kroma kot osnova med njimi.

Že pri komentiranju rezultatov linijskih analiz in specifičnih X - posnetkov smo ugotovili, da se karbidi v žarjenih in normalno kaljenih vzorcih med seboj bistveno ne razlikujejo. Točkaste kvantitativne meritve te ugotovitve samo potrjujejo, kakor vidimo na sliki 16 a.

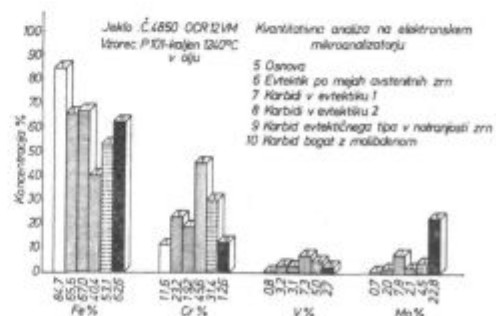


Slika 16 a

Kvantitativna analiza žarjenih in normalno kaljenih vzorcev jekla Č.4850 — OCR 12 VM na elektronskem mikroanalizatorju.

Fig. 16 a

Quantitative analysis of annealed and normally quenched Č. 4850 — OCR 12 VM steel samples in electron micro-analyzer



Slika 16 b

Kvantitativna analiza pri kaljenju pregretilih vzorcev jekla Č.4850 — OCR 12 VM na elektronskem mikroanalizatorju.

Fig. 16 b

Quantitative analysis of Č. 4850 — OCR 13 VM steel samples, overheated before quenching, in electron micro-analyzer

Močno pregreti vzorec, kaljen s temperature 1240° C, kaže veliko in zelo izrazito raznolikost faz. Karbidi, ki jih najdemo v notranjosti avstenitnih zrn, in karbidi kot sestavni deli evtektika se med seboj tako razlikujejo po količini posameznih elementov, da gre za zelo različne vrste karbidov. Posebno vsebnost molibdena je zelo različna, pa tudi pri vanadiju in kromu najdemo razmerja 1:2 in celo 1:3 po vsebnosti v različnih vrstah karbidov.

Vsebnost kroma, vanadija in molibdena v osnovi je zelo blizu nominalni sestavi. V tem vzorcu smo našli molibdenove karbide, ki se bistveno razlikujejo od vseh drugih po izredno visoki vsebnosti molibdena, relativno majhni vsebnosti vanadija in zelo majhni vsebnosti kroma, ki se komaj dobro razlikuje od vsebnosti kroma v osnovi.

Evtektik po mejah zrn je razmeroma bogat s kromom, vanadijem in molibdenom. Karbidi evtektičnega tipa v notranjosti zrn so tej sestavi zelo podobni, le da imajo povečano vsebnost vanadija in molibdena. Ko pa smo obravnavali karbide v evtektiku, smo odkrili dva po sestavi zelo različna tipa z naslednjimi relativnimi odnosi vsebnosti posameznih elementov (glej slika 16 b):

7	8
— povprečna vsebnost železa	— izredno nizka vsebnost železa
— povprečna vsebnost kroma	— izredno visoka vsebnost kroma
— povprečna vsebnost vanadija	— zelo visoka vsebnost vanadija
— zelo visoka vsebnost molibdena	— zelo nizka vsebnost molibdena

Zanimivo bo primerjati kemijsko analizo izoliranih karbidov, ki mora predstavljati povprečno sestavo karbidov.

Analiza karbidov in osnove v tem vzorcu je izredno zanimiva zaradi raznolikosti faz. Še posebno zanimivo pa bo primerjati to sestavo s sestavo faz, ki nastanejo pri kristalizaciji jekla, kar bomo vključili v program nadaljnjih raziskav.

S temi raziskavami smo si šele pridobili potrebne izkušnje, ki bodo precej olajšale nadaljnje preiskave te skupine jekel. Upoštevati moramo, da je to začetek raziskav na novem področju, ki obeta mnogo zanimivosti, pomembnih tudi za tehnološko proizvodno prakso in kakovost izdelkov iz teh orodnih jekel.

ZUSAMMENFASSUNG

Der hochlegierte Werkzeugstahl Č.4850 OCR 12 VM mit der Zusammensetzung: 1.52 % C, 11.4 % Cr, 0.82 % Mo und 0.92 % V ist einer von den 11 verschiedenen Werkzeugstählen, welche im Rahmen eines Forschungsprojektes der ledeburitischen Stähle systematisch untersucht werden.

Aus dem gesamten »matrix program« für alle Varianten der Wärmebehandlung, haben wir einige typischen Zustände wie — geglüht, untergehärtet, normalgehärtet, überhitzt und hochnachgeglänzt ausgewählt.

Die Analysen mit dem Elektronenmikroanalysator sollten die vielen anderen Untersuchungen mit der Verteilung und dem Konzentrationsprofil der Elemente in der Grundmatrix und der verschiedenen Karbidsorten in Abhängigkeit von der Wärmebehandlungsbedingungen ergänzen.

Es besteht eine Differenz in der Zusammensetzung der kompakten eutektischen Karbide, und der Bereiche der konzentrierten dünnkörnigen Sekundärkarbide in geglühten

ten untergehärteten und normalgehärteten Proben. Die ersten haben viel weniger Fe, viel mehr Mo und V, die Unterschiede in Cr sind viel kleiner.

Das Mikrogefüge ist bei den überhitzten Proben wesentlich anders. Es treten grosse Unterschiede zwischen dem Eutektik, den Korngrenzen und den verschiedenen Karbidsorten auf. Der Eutektik ist ziemlich unhomogen, besonders in der Hinsicht der Molybdänkonzentration.

Die Karbide bestehen im inneren des Kornes aus mehr karbidbildenden Elementen, wie der Eutektik.

An den Proben im geglühten in normalgehärteten und beim Härten stark überhitzten Zustand ist auch eine Serie der Quantitativen Messungen der Zusammensetzung der einzelnen Phasenkomponenten durchgeführt worden. Die Zusammensetzung der Karbide, welche nach dem morphologischen Aussehen gleich sind, unterscheidet sich erheblich.

SUMMARY

High-alloyed Č. 4850 — OCR 12 VM tool steel with 1.52 % C, 11.4 % Cr, 0.82 % Mo, and 0.92 % V is one of 11 types of tool steel which are systematically investigated in the research project of ledeburite steel.

From the total matrix program of variations of heat treatment only some typical states were chosen, i. e. annealed, underquenched, normally quenched, overheated, and tempered at high temperatures.

Analyses by electron microanalyzer should complete numerous other tests, giving distribution and concentration profiles of elements in matrix, and various types of carbides depending on the conditions of heat treatment.

In annealed, underquenched, and normally quenched samples, difference between the composition of compact eutectic carbides and regions of concentrated small second-

dary carbides exists. The first mentioned carbides have less iron, much more molybdenum and vanadium, while differences in chromium content are smaller.

In the overheated samples, microstructure is essentially different, and rather great differences exist between the eutectic on the grain boundaries and various types of carbides. Eutectic is rather non-homogeneous, especially with the respect to molybdenum concentration. Carbides inside the grain contain more carbide-forming elements than eutectic.

A series of quantitative measurements of composition of single phase components was made on samples as annealed, as normally quenched, and as highly overheated in quenching. Composition of carbides, similar by morphological appearance, differ a great deal.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Высоколегированная инструментальная сталь марки C.4850 - OCR 12 VM с 1,52 % C, 11,4 % Cr, 0,82 % Mo и 0,92 % V представляет собой одну из 11 различных марок инструментальных сталей, которые наш металлургический завод Равне систематически исследует по программе исследования ледобуритных сталей. Из общей массы вариаций термообработки выбрано несколько типичных состояний: отожженно, закалено с недогревом, закалено нормально, прогрето, высоко отпущенно.

Анализ выполнен микроанализатором дополнить многочисленные другие исследования о распределении и о профиле концентрации элементов в основной массе, а также о распределении различных видов карбидов в зависимости от режима термообработки.

Установлено, что при отожженных, закаленных с недогревом и нормально закаленных образцах существует разница в со-

ставе компактных эвтектических карбидов и областей концентрированных мелких вторичных карбидов. Первые содержат гораздо меньше Fe, гораздо больше Mo и V, разницы при Cr гораздо меньше.

При прогретых образцах микроструктура существенно другая; получаются большие разницы между эвтектикой по границам зерен и различными видами карбидов. Эвтектик очень неомогенный в особенности при концентрациях молибдена. В внутренних зернах карбиды содержат больше карбидообразующих элементов чем эвтектик.

На образцах в отожженном состоянии, нормально закаленных и сильно прогретых при закалке выполнена также серия количественных определений состава отдельных компонент фаз. Состав карбидов, которые морфологически выглядят одинаково весьма различный.

Tehnične novice

Novo orodno jeklo UTOP Mo 4 za delo v vročem v proizvodnem programu Železarne Ravne

Jože Pšeničnik

Strojna kakor tudi metalurška tehnologija zahteva vse boljše lastnosti jekel za izdelavo orodij, ki jih uporabljamo v proizvodnem procesu.

To so orodja za vroče in hladno rezanje, za iztiskanje barvnih kovin, utopi za kovanje jekla in barvnih kovin, orodja za stiskanje plastičnih mas in orodja, izdelana s plastičnim preoblikovanjem v hladnem.

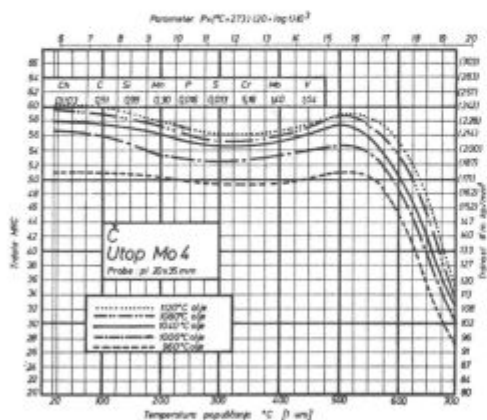
Od jekla za izdelavo navedenih orodij se zahteva visoka žilavost, dobra obdelovalnost, polirna sposobnost in visoka obstojnost proti obrabi.

Jeklo Utop Mo 4 je kot varianta standardne vrste jekla Č 4753 UTOP Mo 2 z višjo vsebnostjo ogljika prav tako Cr-Mo-V legirano jeklo z naslednjimi lastnostmi:

- dobra obstojnost pri temperaturnih spremembah,
- trajna trdnost v toplem,
- visoka trdnost v toplem,
- dobra obrabna obstojnost,
- visoka žilavost in preoblikovalnost,
- dobra obdelovalnost,
- dobra polirna sposobnost,
- velika prekaljivost,
- dobra meroobstojnost pri kaljenju.

Uporaba jekla UTOP Mo 4:

- Orodja za stiskanje pod pritiskom za cinkove zlitine, svinčene zlitine, zlitine aluminija, medenine in bakra.
- Orodja za vroče stiskanje aluminijevih legur, bakrovih legur in jekla.
- Orodja za stiskanje palic, aluminijevih in bakrenih legur.
- Orodja za utopno kovanje.
- Orodja za vroče rezanje.
- Orodja za stiskanje plastičnih mas.



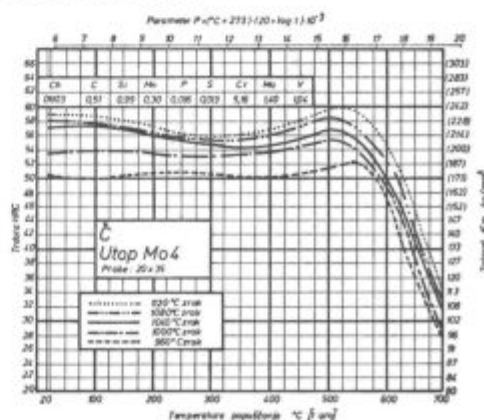
Slika 1

Popuščni diagram za jeklo Utop Mo 4 — kaljenje v olju.

Trdote posameznih orodij je potrebno prilagoditi pogojem dela in so za posamezne pogoje lahko zelo različne. Uporabno območje trdote se giblje od 40–56 HRC.

Z diagrami popuščanja za kaljenje v olju in na zraku so prikazane možnosti poboljšanja orodij na željene trdote (slika 1 in 2).

Za orientacijo je na sliki 3 podan diagram žilavosti v odvisnosti od trdote.



Slika 2

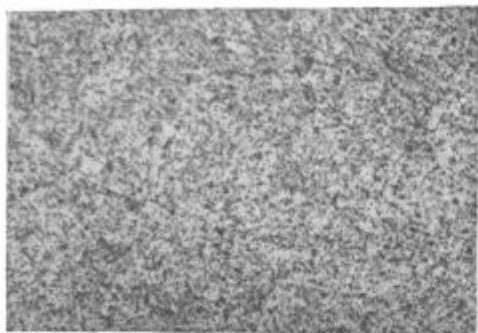
Popuščni diagram za jeklo Utop Mo 4 — kaljenje na zraku.



Slika 3

Udarne žilavost jekla Utop Mo 4 v odvisnosti od trdote — preizkušano pri sobni temperaturi

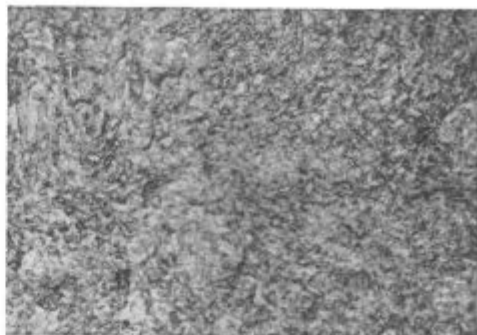
Pogoj za doseg dobrih lastnosti orodja je vsekakor izhodno stanje jekla po mehkem žarjenju. Slika 4 podaja mikrostrukturo pravilno plastično predelanega, normaliziranega in žarjenega jekla Utop Mo 4. Na sliki 5 pa je tipična mikrostruktura tega jekla po kaljenju s temperature 1000° C.



Slika 4

Struktura Utop Mo 4 v normaliziranem + žarjenem stanju

Z ozirom na posebne kakovostne zahteve pri uporabi tega jekla je v večini primerov tudi ekonomsko upravičena zahteva električnega pretaljevanja pod žlindro, ki še posebej na poznan način prispeva k zagotavljanju vrhunskih kakovostnih lastnosti. Zato je razumljivo, da se velika večina tega jekla normalno proizvaja po EPŽ postopku na osnovi zahteve potrošnikov pri naročilih.



Slika 5

Struktura jekla Utop Mo 4 v kaljenem stanju (1000° C olje)

Vse to pripomore, da se lastnosti orodnega jekla še poboljšajo, in sicer:

- boljša sposobnost poliranja,
- večja žilavost, posebno v prečni smeri,
- boljša vzdržljivost pri dinamičnih obremenitvah,
- boljša meroobstojnost,
- povečana obstojnost na obrabo,
- povečana korozijska obstojnost, posebno na tako imenovano pitting korozijo.

EPŽ izvedba jekla naj bi se uporabljala povsod tam, kjer se zahteva od orodja maksimalna vzdržljivost, ki je s klasičnim postopkom izdelave jekla ne moremo več zadovoljiti.

POPRAVEK

Pri objavi sestavka: Vpliv preoblikovanega materiala na snovanje procesov hladnega masivnega preoblikovanja jekel v 2. šte. Zelezarskega Zbornika se je na strani 86 vrinila neljuba tiskana pomota, tako da bi se moral stavek pravilno glasiti:

Če imamo namreč za material, ki je v redni proizvodnji pokazal dobre rezultate, posneto krivuljo plastičnosti, lahko za novega, ki smo ga na primer šele dobili, iz njegove krivulje vnaprej zelo zanesljivo sklepamo o njegovem obnašanju v kasnejši predelavi.

Avtorju sestavka mag. dipl. inž. Karlu Kuzmanu in bralcem se s tem opravičujemo.

I N T E C O

INTERNATIONALE TECHNISCHE BERATUNG

Gesellschaft m. b. H.

A - 8600 BRUCK/MUR, BAHNHOFSTR. 9

Telefon 0 38 62 / 53 1 10

Telex 36720

SVETOVALEC V METALURŠKI INDUSTRIJI daje oporo pri reševanju vaših problemov

Industrijski inženiring

- Projektne študije
- Raziskave gospodarnosti
- Rentabilnost
- Uspešnost obratov in naprav
- Racionalizacije obratov
- Planiranje naprav

Tehnika metalurških postopkov

- Proizvodnja jekla
- Pretaljevanje pod žlindro
- Pretaljevanje v vakuumu
- Klasično litje in konti litje
- Predelava s kovanjem ali valjanjem
- Toplotna obdelava in finalizacija

Konstruiranje in nadzorovanje novogradenj

- Projektiranje in gradnja posebnih naprav
- Naprave za električno pretaljevanje pod žlindro
- Naprave za taljenje v vakuumu in litje
- Nadzorovanje in vodenje projektov
- Vpeljava naprav v proizvodnjo

Odgovorni urednik: Jože Arh, dipl. inž. — Clanj Jože Rodič, dipl. inž., Viktor Logar, dipl. inž., Aleksander Kveder, dipl. inž., Edo Zagar, tehnični urednik.

Oproščeno plačila prometnega davka na podlagi mnenja Izvršnega sveta SRS
— sekretariat za informacije št. 421-1/72 od 23. 1. 1974

Naslov uredništva: ZPSZ — Zelezarna Jesenice, 64270 Jesenice, tel. št. 81-341
int. 880 — Tisk: GP »Gorenjski tisk«, Kranj