

ŽELEZARSKI ZBORNIK

VSEBINA

	Stran
Sidan Heribert — Steirische Gusstahlwerke AG-Judenburg; Rodič Jože — Zelezarna Ravne	
IZBIRA IN TOPLOTNA OBDELAVA JEKEL ZA IZDELAVO ORODIJ V INDUSTRIJI UMETNIH MAS	65
Nečemer Boris — Zelezarna Store	
VPLIV OGLJIKA, SILICIJA IN KOKILNEGA VZORCA NA DEBELINO BELE PLASTI PRI VALJIH	85
Uranc Franc — Zelezarna Ravne	
ZILAVOST ORODNEGA JEKLA KOT STATISTIČNO ZANESLJIVA SREDNJA VREDNOST	93
Mesec Ivan — Zelezarna Jesenice	
PREISKAVE VARILNOTEHNIČNIH IN MEHANSKIH LASTNOSTI ELEKTRODNIH ZIC PRI VARJENJU V ZAŠČITNI ATMOSFERI CO ₂	99
Vodopivec Franc — Metalurški inštitut Ljubljana	
ELEKTRONSKA MIKROANALIZA TRDNIH KOVINSKIH IN NEKOVINSKIH SNOVI	115
Razinger Borut — Zelezarna Jesenice	
POTENCIOMETRIČNO DOLOČEVANJE MANGANA PRI KONSTANTNEM TOKU	127

LETO 6 ŠT. 2 1972
ŽEZB BQ 6 (2) 65-132 (1972)

VSEBINA

Stran

Sidan Heribert — Steirische Gusstahlwerke
AG-Judenburg;

Rodič Jože — Zelezarna Ravne

**Izbira in toplotna obdelava jekel za izdelavo
orodij v industriji umetnih mas** 65

DK: 678.05:669.14.018.2,621.785:658.516

ASM/SLA: T29s, TS, J, S22

Nečemer Boris — Zelezarna Štore

**Vpliv ogljika, silicija in kokilnega vzorca na
debelino bele plasti pri valjih** 85

DK: 62-22:669.784

ASM/SLA: E11, S12g

Uranc Franc — Zelezarna Ravne

**Žilavost orodnega jekla kot statistično za-
nesljiva srednja vrednost** 93

DK: 539.55:669.14.018.25:519.2

ASM/SLA: Q6, TSh, S12

Mesec Ivan — Zelezarna Jesenice

**Preiskave varilnotehničnih in mehanskih last-
nosti elektrodnih žic pri varjenju v zaščitni
atmosferi CO₂** 99

DK: 621.791.742.6

ASM/SLA: K1d

Vodopivec Franc — Metalurški inštitut
Ljubljana

**Elektronska mikroanaliza trdnih kovinskih
in nekovinskih snovi** 115

DK: 543.063

ASM/SLA: M21e, S11e

Razinger Borut — Zelezarna Jesenice

**Potenciometrično določevanje mangana pri
konstantnem toku** 127

DK: 543.257.1

ASM/SLA: S11m

INHALT

Seite

Sidan Heribert — Steirische Gusstahlwerke
AG-Judenburg;

Rodič Jože — Železarna Ravne

**Auswahl und Wärmebehandlung der Stähle
für die Fertigung der Werkzeuge in der
Kunststoffindustrie** 65

DK: 678.05:669.14.018.2,621.785:658.516

ASM/SLA: T29s, TS, J, S22

Nečemer Boris — Železarna Store

**Einfluss von Kohlenstoff, Silizium und der
Abschreckprobe auf die Dicke der Abschreck-
tiefe bei den Walzen** 85

DK: 62-22:669.784

ASM/SLA: E11, S12g

Uranc Franc — Železarna Ravne

**Kerbschlagbiege Zähigkeit der Werkzeugstähle
als statistisch gesichertes Mittelwert** 93

DK: 539.55:669.14.018.25:519.2

ASM/SLA: Q6, TSh, S12

Mesec Ivan — Železarna Jesenice

**Untersuchungen über die schweisstechni-
schen und mechanischen Eigenschaften der
Drahtelektroden für das Schutzgasschwei-
sen von Stahl unter CO₂** 99

DK: 621.791.742.6

ASM/SLA: Kld

Vodopivec Franc — Metalurški inštitut
Ljubljana

**Elektronenstrahl-Mikroanalyse der festen
metallischen und nichtmetallischen Stoffe** 115

DK: 543.063

ASM/SLA: M21e, S11e

Razinger Borut — Železarna Jesenice

**Potentiometrische Bestimmung von Mangan
bei Konstantem Strom** 127

DK: 543.257.1

ASM/SLA: S11m

CONTENTS

	Page
Sidan Heribert — Steirische Gusstahlwerke AG-Judenburg;	
Rodič Jože — Zelezarna Ravne	
Selection and heat treatment of tool steels for industry of plastics	65
DK: 678.05:669.14.018.2,621.785:658.516	
ASM/SLA: T29s, TS, J, S22	
Nečemer Boris — Zelezarna Store	
Influence of carbon, silicon, and of chill sample on the thickness of the chill of rolles	85
DK: 62-22:669.784	
ASM/SLA: E11, S12g	
Uranc Franc — Zelezarna Ravne	
Toughness of tool steel as statistically reliable mean value	93
DK: 539.55:669.14.018.25:519.2	
ASM/SLA: Q6, TSh, S12	
Mesec Ivan — Zelezarna Jesenice	
Investigation of welding and mechanical properties of wires for welding in CO₂ atmo- sphere	99
DK: 621.791.742.6	
ASM/SLA: K1d	
Vodopivec Franc — Metalurški inštitut Ljubljana	
Electron microanalysis of solid metallic and non-metallic materials	115
DK: 543.063	
ASM/SLA: M21e, S11e	
Razinger Borut — Zelezarna Jesenice	
Potentiometric determination of manganese at constant current	127
DK: 543.257.1	
ASM/SLA: S11m	

СОДЕРЖАНИЕ

- Sidan Heribert — Steirische Gussstahlwerke
AG-Judenburg;
Rodič Jože — Železarna Ravne
- Выбор и термо-обработка стали для изготовления приборов в индустрии синтетических масс.** 65
- DK: 678.05:669.14.018.2,621.785:658.516
ASM/SLA: T29s, TS, J, S22
- Nečemer Boris — Železarna Štore
- Влияние углерода, кремния и технологической пробы на толщину отбеленного слоя валков.** 85
- DK: 62-22:669.784
ASM/SLA: E11, S12g
- Uranc Franc — Železarna Ravne
- Вязкость инструментальной стали как статистически надёжная средняя величина. . .** 93
- DK: 539.55:669.14.018.25:519.2
ASM/SLA: Q6, TSh, S12
- Mesec Ivan — Železarna Jesenice
- Исследование механических и сварочно-технологических свойств проволоки для сваривания в атмосфере CO₂.** 99
- DK: 621.791.742.6
ASM/SLA: K1d
- Vodopivec Franc — Metalurški inštitut
Ljubljana
- Электронный микроанализ твёрдых металлических и неметаллических материалов** 115
- DK: 543.063
ASM/SLA: M21e, S11e
- Razinger Borut — Železarna Jesenice
- Потенциометрическое определение Mn при постоянным эл. токе.** 127
- DK: 543.257.1
ASM/SLA: S11m

Heribert Sidan, dipl. inž.

ASM/SLA: T 29 s; TS; J; S 22

Steirische Gusstahlwerke AG — Judenburg

DK: 678.05 : 669.14.018.2, 621.785 : 658.516

Jože Rodič, dipl. inž.

Železarna Ravne

Izbira in toplotna obdelava jekel za izdelavo orodij v industriji umetnih mas

V uvodnem delu je v kratkem prikazano področje industrije umetnih mas s pregledom načinov proizvodnje in s klasifikacijo izdelkov po tehnoloških značilnostih. Z ozirom na značilnosti pogojev uporabe je podana osnovna sistematika pri izbiri jekel z razdelitvijo posameznih jekel v pet skupin. Po teh skupinah so v nadaljevanju obravnavane lastnosti jekel, njihova uporabnost, posebnosti pri toplotni obdelavi, možnosti oplemenitenja površine ipd. V obliki kratkega povzetka je podan pregled lastnosti, ki jih pri tovrstnih orodjih zahtevamo.

Področje je izredno široko, v članku pa ni mogoče obravnavati podrobnosti in ozkih specialnosti, ki pa so večkrat odločilnega pomena. Zato je podan obsežen pregled literature.

1. UVOD¹⁻⁷

Uporaba umetnih snovi za predmete splošne in tehnične uporabe od najmanjših delcev v masovni izdelavi do največjih kosov, kot npr. čolnov iz umetnih snovi ojačenih s steklenimi vlakni, neprestano narašča. Vloga industrije umetnih mas v našem gospodarskem življenju je iz leta v leto pomembnejša. Slika 1 prikazuje količinsko naraščanje svetovne proizvodnje umetnih mas.

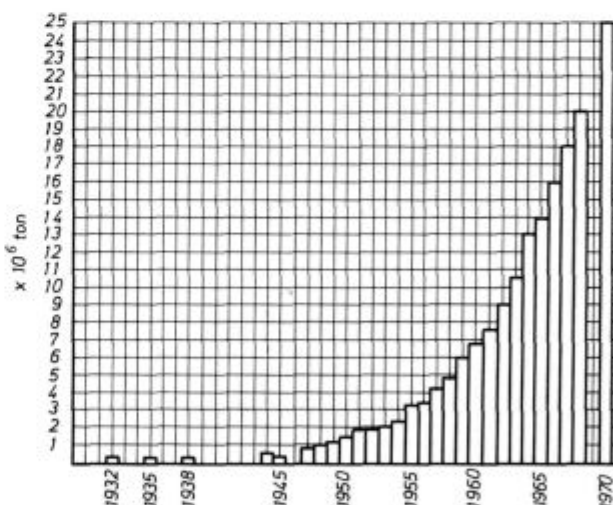
Po ocenah predstavljajo v skupni količini proizvodnje približno 60-odstotni delež izdelki postopkov stiskanja, brizgalnega stiskanja, brizgalnega litja in podobnih postopkov. Preosta-

Opomba: Članek je prirejen po obširnem še neobjavljenem elaboratu

H. Sidan: Auswahl, Wärmebehandlung und Bearbeitung der Stähle für Formwerkzeuge in der Kunststofftechnik s sodelovanjem avtorja in z dovoljenjem direktorja Steirische Gusstahlwerke AG — Judenburg, Avstrija, kateri se oba avtorja zahvalujeta za dovoljenje.

lo količino predstavljajo folije, penasti materiali, prahovi in posamezne surovine ter polprodukci.

Že samo naraščanje količin potrošnje napravi močan vtis, še bolj zanimiva pa je ogromna raznolikost lastnosti teh snovi in razširjanje uporabe na področja, ki so bila doslej strogo rezervirana za druge materiale — predvsem kovine. Največkrat pa pridemo do napačne predstave o prodoru umetnih snovi, saj največkrat te ne nastopajo kot konkurenti, ampak kot zelo pomembni dopolnilni materiali.



Slika 1
Razvoj svetovne proizvodnje umetnih mas

2. UMETNE MASE^{1, 8-16}

V ogromni množici najrazličnejših umetnih mas je nujno potrebno nekako klasificiranje, pri čemer se poslužujemo različnih stališč, kot npr. po izvoru, po kemični zgradbi, po obnašanju v toploti itd.

V proizvodnji gotovih izdelkov z oblikovanjem brez odvzemanja materiala je odločilno obnašanje pri segrevanju. Pri tem razlikujemo tri skupine:

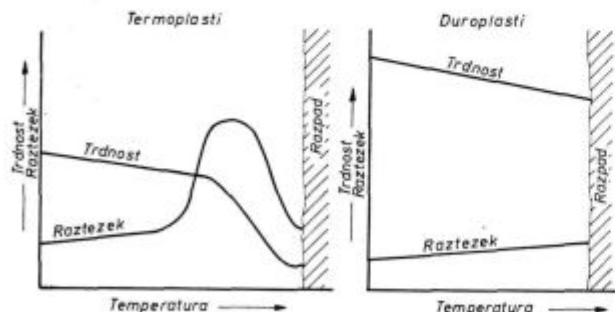
- termoplasti,
- duroplasti in
- elasti.

Lastnosti termoplastov so močno odvisne od temperature. Pri poviševanju temperature se omehčajo, tako da jih je mogoče plastično oblikovati, pri ohlajevanju pa se zopet utrjujejo. To je ponovljiv fizikalni postopek, ki ima svojo osnovo v vrsti molekularne zgradbe. Če tako umetno maso preveč segrejemo, nastopi kemični razpad.

Najvažnejši predstavniki termoplastov so: polivinilklorid, polietilen, polistirol, polikarbonat, poliamid, poliacetal.

Fazonski izdelki iz termoplastov se izdelujejo skoraj izključno s tlačnim litjem, profili, folije in trakovi pa pretežno s stiskanjem skozi matrice. V poštev pride še nekaj drugih postopkov izdelave in predelave. Z raznimi dodatki, mehčalci, stabilizatorji, ojačevalci so dane možnosti za spremembe lastnosti.

Duroplaste ali duromere karakterizirajo prav nasprotna lastnosti. To so umetne snovi, ki se zaradi značilne molekularne zgradbe dajo utrjevati. Njihove lastnosti so od temperature manj odvisne, niso taljive in razpadejo pri višjih temperaturah, preden dosežejo plastično preoblikovalnost. (Slika 2) Plastično preoblikovanje npr. s stiskanjem lahko poteka le, dokler imamo opravka s termoplastičnim predizdelkom. Z določenim postopkom toplotne obdelave prevedemo duroplastično snov v netaljivo in netopno stanje. Utrjenih delov ne moremo več preoblikovati brez odvzemanja materiala, ker surovino lahko samo enkrat uporabimo. Najvažnejši duroplasti so: fenolne in kresolne smole, aminoplasti, določene vrste poliesternih smol, epoksismole.



Slika 2

Lastnosti termoplastičnih in duroplastičnih umetnih mas pod vplivom temperature

Predelava predizdelkov je vezana največkrat na oblikovno stiskanje in stiskanje z vbrizgavanjem. Iz teh predizdelkov dobimo nato gotove izdelke duroplastov. V zadnjem času se razvija še nekaj drugačnih postopkov.

Za doseganje najrazličnejših posebnih lastnosti in za povečanje trdnosti ter žilavosti se uvajajo najrazličnejše kombinirane sestave.

Vmesni položaj med termoplasti in duroplasti zavzemajo elasti s širokim področjem uporabnosti ob različnih sestavah.

Podrobnejše obravnavanje umetnih mas bi presegalo ta okvir.

3. Oblikovanje umetnih mas^{8,11-34}

Oblikovanje umetnih mas je tako široko in tako specializirano področje, da ga ne moremo podrobneje obravnavati. Zato se lahko zadovoljimo z ugotovitvijo, da se umetne mase oblikujejo

- v tekočem stanju,
- v plastičnem stanju,
- v penastem stanju.

Končne izdelke pa oblikujemo tudi iz polizdelkov:

- s preoblikovanjem termoplastov,
- z obdelavo z odvzemanjem materiala in
- z varenjem.

Orodja, oziroma tisti deli naprav, ki so v neposrednem stiku z umetnimi masami med oblikovanjem, morajo imeti določeno korozijsko obstojnost, zaradi česar imajo nerjavna jekla na tem področju zelo velik pomen.

Pri stiskanju so specifični pritiski največkrat v mejah 200 do 600 kp/cm², včasih pa je treba računati tudi s pritiskom do 1000 kp/cm². Pri brizgalnem stiskanju so specifični pritiski mnogo višji in lahko v brizgalnem cilindru ali predkorni dosežejo do 2500 kp/cm². Seveda so v sami formi pritiski znatno nižji.

Nekatere polnilne snovi pri različnih postopkih stiskanja orodja precej obrabljajo. Obraba je odvisna tudi od konstrukcijske izvedbe. Večkrat se deli na mestu največje obrabe zamenjujejo, če je to predvideno v konstrukcijski izvedbi orodja. Literatura, ki obravnava tudi vrste in lastnosti jekel za izdelavo orodij v industriji umetnih mas, je zelo obsežna, kljub temu pa je problem izbire jekel za te potrebe vedno še odprt. Pojavljajo se nove snovi, avtomatizirani postopki, visoko produktivni stroji in komplicirane oblike orodij zahtevajo od jekel vedno nove in vse težje zahteve glede kvalitete površin, ozkih toleranc in mnogih drugih lastnosti, ki jih bomo v nadaljnjem nekoliko podrobneje obravnavali. Razvijajo se tudi novi postopki obdelave in oplemenitenja površin, katerim morajo biti jekla po svojih lastnostih primerno prirejena.

Prav za področje, ki ga obravnavamo, lahko trdimo, da zahteva najbolj intenzivno skupno delo med proizvajalci jekel, tehnologi v industriji umetnih snovi, orodjarji in tehnologi toplotne obdelave.

4. Jekla za orodja pri oblikovanju umetnih mas^{21, 24, 25, 35—47}

Izbira najugodnejšega orodnega jekla za izdelavo form je poleg konstrukcijske izvedbe odločilnega pomena za gospodarno in kvalitetno predelavo umetnih mas. Pri izbiri jekla moramo upoštevati zelo različne karakteristike umetnih mas in njihov vpliv na orodje (npr. korozija, obraba). Značilnosti tehnološkega postopka v veliki meri odločajo o zahtevah, ki jih moramo upoštevati pri izbiri jekla (npr. tlačna trdnost). Zelo različne so tudi zahteve glede predvidene izdržljivosti orodij in zahtevane kvalitete površine, upoštevati pa je treba največkrat tudi možnosti orodjarne za mehansko obdelavo in toplotno obdelavo. Z ozirom na omenjene zahteve in možnosti lahko razdelimo jekla za izdelavo orodij v industriji umetnih mas v sledeče skupine:

- jekla za cementacijo,
- močno prekaljiva jekla,
- jekla za uporabo v dobavljenem stanju,
- jekla za nitriranje,
- korozijsko obstojna jekla.

Večina jekel, ki se uporabljajo na tem področju, je poznana iz mnogih drugih področij uporabnosti, tako da pravzaprav ni jekel, ki so specialno namenjena za to področje uporabe. Često kemijska sestava jekla niti ni odločilne važnosti in je mnogo važnejša ustreznost prilagoditev zahtevanih lastnosti in posebna pazljivost pri izdelavi jekla s posebnimi zahtevami glede kontrole kakovosti.

4.1 — Jekla za cementacijo

Za izdelavo orodij v industriji umetnih mas se v Evropi po količini največ uporabljajo jekla za cementacijo, v ZDA pa močno prekaljiva jekla.

Na tem področju so odločujoče lastnosti jekel za cementacijo visoka trdota na površini in dobra odpornost proti obrabi pri istočasno žilavem jedru. Tudi sposobnost za poliranje je dokaj dobra. Trdnost jedra reguliramo z izbiro jekla ustrezne kemijske sestave. Nadaljnja prednost jekel za cementacijo je dobra sposobnost za ob-

delavo brez odzemanja materiala s hladnim vtiskovanjem, kakor tudi z odzemanjem materiala. Tudi za elektro kemično ali elektro erozivno obdelavo so ta jekla primerna. Slabo stran te skupine jekel v primerjavi z ostalimi predstavlja nekoliko bolj zahtevna in zamudna toplotna obdelava, posebno pa nevarnost večjih dimenzijskih sprememb pri neugodnih pogojih cementacije in kaljenja.

V tabeli 1 so glavni podatki te skupine jekel. Pri jeklih številka III in IV se v slučaju kompliciranih oblik in deformacijsko občutljivih orodij za termoplastične umetne mase vedno več namesto cementacije uporablja nitriranje po tenifer postopku.

Pogoji toplotne obdelave za ta jekla so splošno poznani in jih zato ne navajamo, pač pa se v slučaju kompliciranih orodij, posebnih postopkov in posebnih zahtev priporoča čim tesnejši stik med proizvajalcem in uporabnikom jekla.

Jeklo številka I je posebej namenjeno za globoko hladno vtiskovanje in po cementaciji za kaljenje v vodi. Uporaba je omejena na manjše dele — vložke in v glavnem za uporabo v predelavi termoplastov. Za večje dimenzije in za predelavo duroplastov je to jeklo zaradi premajhne trdnosti jedra mnogo manj uporabno. Pri večjih kosih tudi meroobstojnost pri kaljenju v vodi ni zadovoljiva. Nekaj pomanjkljivosti tega jekla omili uporaba jekla številka II.

Jeklo številka III je univerzalno uporabno z zelo ugodnimi lastnostmi. Za hladno vtiskovanje mora biti specialno žarjeno in pri vtiskovanju posebno globokih oblik je potrebno vmesno žarjenje. Cementirana površina tega jekla ima odlično odpornost proti obrabi, visoka trdnost jedra pa omogoča uporabo tega jekla tudi za večje dimenzije orodij, v kolikor niso zahteve po žilavosti prevelike. Tenifer postopek namesto cementacije rešuje problem dimenzijske obstojnosti. To jeklo se je zelo dobro izkazalo tudi za trdo kromanje in nikljanje po »Kanigen« — ali »Nibodur« — postopku. Ta tip jekla praktično skoraj nima omejitev v uporabi za orodja industrije umetnih mas, ker pa je to jeklo z ozirom na svojo kemij-

Tabela 1: Jekla za cementacijo

Oznaka jekla				Orientacijska sestava					Uporaba izdelava		Žarjeno Trdnost	Cementirano		Opombe
Št.	W Nr ¹⁾	JUS	ŽR ²⁾	C	Mn	Cr	Ni	Mo	Hladno vtiskovanje	Mehanska obdelava	kp/mm ²	Trdota površine HRC	Trdnost jedra kp/mm ²	
I.	-1.1803	Č. 1060	SPŽ 1	max. 0,08	0,20	—	—	—	+++	x	max. 38	62 - 64	45 - 60	Kaljenje v vodi, samo za majhna orodja
II.	1.2341	—	— ³⁾	max. 0,06	0,10	4,00	—	0,50	+++	x	max. 40	63 - 65 58 - 62	80 - 95 70 - 80	Kaljenje v olju ali termalno Kaljenje na zraku
III.	1.2310	Č. 4720	ECMo 80	max. 0,20	1,00	1,20	—	0,25	+	+	max. 55 ⁴⁾ max. 70	62 - 65 48 - 50	110 - 140 80 - 110	Kaljenje v olju ali termalno Kaljenje na zraku
IV.	1.2735	Č. 5426	ECN 35	0,17	0,50	0,70	3,50	—	x	+++	max. 75	62 - 64	90 - 120	Kaljenje v olju ali termalno
V.	1.2745	Č. 5427	ECN 45	0,13	0,50	1,00	4,50	—	x	+++	max. 80	62 - 64 56 - 60	120 - 140 110 - 120	Kaljenje v olju ali termalno Kaljenje na zraku

+++ pomeni „se posebno priporoča“
+ pomeni „se mnogo uporablja“
x pomeni „je mogoče uporabiti“

1) Po Stahl-Eisen-Liste, 2. izd. 1967 in 3. izd. 1969

2) Interna oznaka železarne Ravne

3) Se proizvaja po dogovoru v slučaju količinsko zadostnih naročil

4) Mehko žarjena za hladno vtiskovanje

sko sestavo tudi razmeroma ceneno, se največ uporablja in po količini daleč prekaša vse ostale vrste jekel, ki se uporabljajo na tem področju.

Jeklo številka IV ima v primerjavi z jeklom številka III določene prednosti predvsem v pogledu žilavosti. V posebnih primerih ima prednosti tudi glede kaljivosti in meroobstoynosti. Po večini drugih pomembnih lastnosti pa ima jeklo številka III precejšnje prednosti.

Jeklo številka V je še bolj namenjeno specialnim zahtevam.

Druge vrste jekel za cementacijo so toliko vezane na posebne primere uporabe, da so v takem splošnem pregledu skoraj brez pomena.

Poleg trdnosti jedra je za visoko obremenjena orodja večkrat žilavost tudi odločilna pri izbiri jekla. Na slikah 3 in 4 je podana primerjava žilavosti prob iz sredine kvadratnega preseka 80 mm in 12 mm. Na teh slikah žilavosti jekla številka II zaradi izredno nizke trdnosti jedra skoraj ne moremo primerjati z ostalimi. Očitno pa je, da

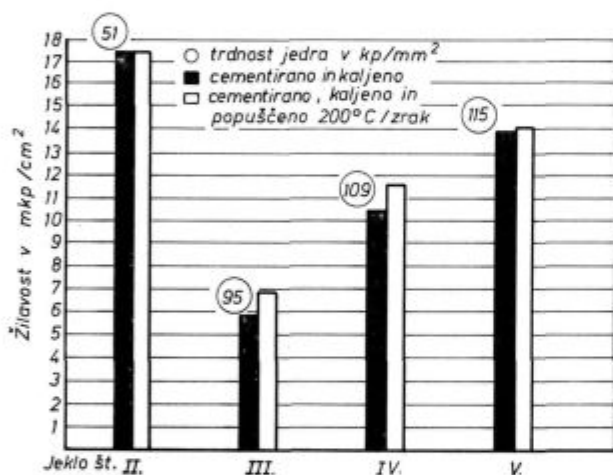
je žilavost v sredini večjih presekov pri nikljevih jeklih (številka IV in V) znatno višja od jekla številka III, kljub višji trdnosti jedra. Pri manjših dimenzijah so razlike v žilavosti praktično nepomembne.

Pri izbiri jekla za orodja večjih dimenzij dobimo informacije odločilnega pomena v rezultatih Jominyjevega preizkusa kaljivosti.

4.1.1 — Toplotna obdelava jekel za cementacijo^{24, 40-42, 46, 48-64}

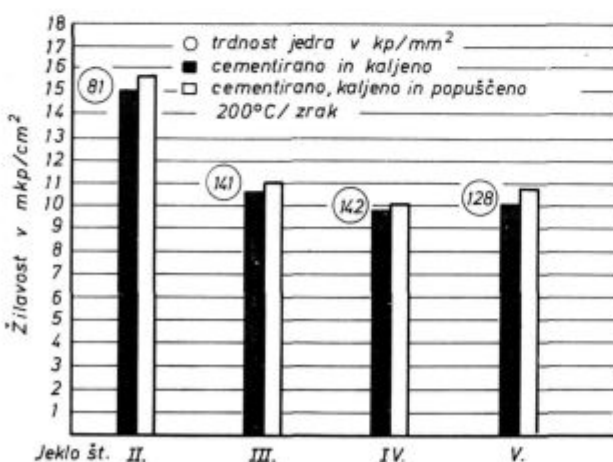
V zvezi s toplotno obdelavo orodij za predelavo umetnih mas lahko popolnoma splošno trdimo, da izpolnjevanje zahtev in splošna kakovost orodij ni odvisna samo od pravilnosti izbora in kakovosti izbranega jekla ter od preciznosti izdelave orodja po ustrezni konstrukcijski izvedbi, ampak v zelo veliki meri tudi od ustreznosti in pazljive toplotne obdelave. To velja na tem področju mnogo bolj kot na drugih področjih in še posebno pri skupini jekel za cementacijo. Moramo poudariti, da se prav toplotni obdelavi teh orodij v praksi posveča mnogo premajhna pozornost. V industriji umetnih mas, ki imajo svoje orodjarne, je največkrat toplotna obdelava dokaj zapostavljena, v specialnih orodjarnah z urejeno toplotno obdelavo, ki opravljajo usluge za industrijo umetnih mas, pa se premalo upoštevajo posebne zahteve tega področja. Neustrezna strokovnost na področju toplotne obdelave, neustrezna oprema in pomanjkanje časa za sistematično osvajanje in preizkušanje so največkrat vzroki napak — med njimi so najpogostejše nedopustne deformacije — in slabe izdržljivosti orodij. Splošno lahko trdimo, da so kakršnikoli prihranki na področju toplotne obdelave teh orodij zelo dragi. Velik del raziskav lastnosti, ki so pri toplotni obdelavi teh orodij odločilne, bi opravili proizvajalci jekel, če bi bila povezava in izmenjava informacij s potrošniki boljše.

Deformacije, ki nastopajo pri toplotni obdelavi, lahko z ustreznimi ukrepi držimo v sprejemljivih mejah. Pri mehanski obdelavi pride v odvisnosti od postopka in stanja obdelovalnih orodij do večje ali manjše hladne deformacije, ki povzroča hladno utrditev in notranje napetosti. Posebno jekla za cementacijo z nizko trdnostjo so v tem pogledu zelo občutljiva. Žarjenju za odpravo napetosti je na tem področju posvečati posebno pozornost. Obično se izvede med grobo in končno fino obdelavo. Pri hladnem vtiskovanju nastajajo posebno velike napetosti, zato je potrebno po teh operacijah posebno žarjenje za odpravo napetosti pri nekoliko višjih temperaturah, zato pa je potrebno vtisnjene površine posebej zaščititi pred škajanjem. Pri velikih orodjih iz jekel za cementacijo s posebnimi zahtevami glede meroobstoynosti je postopek predpoboljšanja ugodnejši od žarjenja za odpravo napetosti. Grobo obdelana orodja se kali v olju in nato popušča na 550 do 650° C. V kolikor se kasneje orodja v predpoboljšanem



Slika 3

Žilavost jekel za cementacijo št. II. do V. iz table 1. Probe DVMR iz sredine kv. 80 mm



Slika 4

Žilavost jekel za cementacijo št. II. do V. iz table 1. Probe DVMR iz paličastega jekla kv. 12 mm

stanju nitrirajo pa tenifer postopku, mora biti temperatura popuščanja najmanj 30°C višja od temperature nitriranja. Predpoboljšana orodja iz jekel za cementacijo so brez napetosti zaradi obdelave, se dajo dobro fino obdelovati in imajo tudi izboljšano sposobnost za poliranje.

Postopek cementacije je pri teh orodjih največkrat odvisen od razpoložljivih naprav in od velikosti orodij. Za velika orodja je razumljivo, da prevladuje cementiranje v trdnih sredstvih, srednja in manjša orodja pa se cementirajo v kopelih ali plinsko. Posebnost, ki jo velja omeniti pri cementaciji teh orodij, je v tem, da zaradi doseganja minimalnih deformacij ni mogoče vedno izbrati optimalnih pogojev cementacije. Večkrat ima namreč meroobstojnost prednost pred rezultati, ki jih običajno zahtevamo pri cementaciji.

Globina cementacije je največkrat v mejah 0,5 do 0,9 mm. Samo v slučaju največjih obremenitev na obrabo se ta poveča do 1,2 mm. Pri manj obremenjenih formah za brizgalno litje popolnoma zadošča že globalna cementacija 0,3 do 0,5 mm. Na površini je vsebnost ogljika večinoma 0,7 do 0,9 %. Višje vsebnosti ogljika povzročajo krhkost, izločanje karbidov, cementitno mrežo in zaostali avstenit. Vse to povzroča slabšo obstojnost orodij, slabšo sposobnost za poliranje in občutljivost pri kaljenju.

Pri kaljenju cementiranih orodij so najpogostejše naslednje zahteve:

- visoka trdota na površini ob dobri žilavosti cementirane plasti in dobri sposobnosti za poliranje,
- visoka trdnost jedra z dobro žilavostjo,
- čim manjše deformacije,
- cenena toplotna obdelava z razpoložljivimi napravami.

Tabela 2: Močno prekaljiva jekla

Oznaka jekla				Orientacijska sestava						Žarjeno trdnost	Poboljšano oz. kaljeno in popuš.
Št.	W. Nr ¹⁾	JUS	ŽR ²⁾	C	Mn	Cr	Ni	Mo	V	kp/mm ²	HRC
VI.	1,2767	—	— ³⁾	0,45	0,50	1,25	4,00	0,20	—	ca. 90	48 - 54
VII.	—	Č. 5439	VCN 45 ³⁾	0,32	0,50	1,00	5,00	—	—	ca. 85	48 - 52
VIII.	1,2842	Č. 3840	Merilo	0,90	2,00	0,20	—	—	0,12	60 - 70	60 - 62
IX.	1,2080	Č. 4150	OCR 12	2,10	0,50	12,50	—	—	—	75 - 85	60 - 62

1) Po Stahl - Eisen - Liste, 2. izd. 1967 in 3. izd. 1969

2) Interna oznaka železarne Ravne

3) Se proizvaja po dogovoru v slučaju količinsko zadostnih naročil

Ze iz tega sledi, da je pri izbiri pogojev kaljenja polno kompromisnih rešitev, pri čemer je potrebno poznati težišče zahtev.

Pri kaljenju je potrebno posebej paziti na zaščito proti razogljichenju površine.

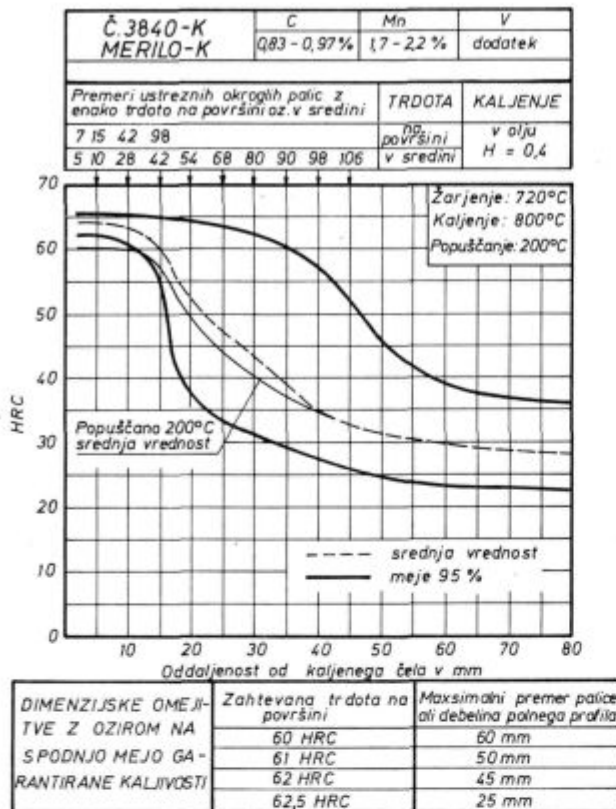
4.2 — Močno prekaljiva jekla

Močno prekaljiva jekla v izdelavi orodij za industrijo umetnih mas niso po količinah tako pomembna kot jekla za cementacijo. V glavnem razlikujemo dve skupini:

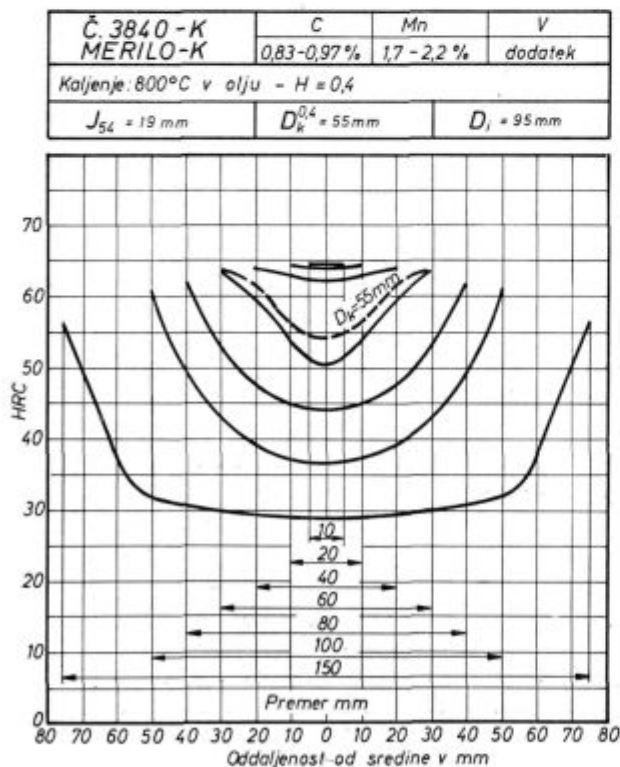
— jekla z visoko žilavostjo (jekli št. VI in VII v tabeli 2) in

— jekla z visoko trdoto (jekli št. VIII in IX v tabeli 2).

Jekla, ki pripadajo prvi od omenjenih skupin izbiramo, kadar nastopajo visoko tlačne in upogibne obremenitve. Ta jekla niso posebno nagnjena k deformacijam, zato so uporabna tudi za razmeroma komplicirane oblike in globoke gravure. V primerjavi s trdoto površine cementiranih orodij moramo pri teh jeklih računati s ca. 6 do 10 HRC nižjo trdoto. S tem v zvezi je manjša obrabna obstojnost. To pomanjkljivost kompenzirajo z nitriranjem, trdim kromanjem in debelim nikljanjem, dokaj dobre uspehe pa je že pokazalo tudi blago naogljicevanje. Glavni razlog za uporabo teh jekel je visoka tlačna trdnost osnovnega materiala. Jekli št. VI in VII imata zelo dobro kaljivost, kar omogoča prekaljivost celega preseka tudi pri večjih formah. Orodja iz teh jekel se kalijo na zraku, lahko pa tudi v olju ali termalni kopeli, pri čemer je trdota nekoliko višja, meroobstojnost pa slabša. Glavna odlika je žilavost. Sposobnost za poliranje v poboljšanem stanju je zelo dobra. Trdnost teh jekel v žarjenem stanju je nekoliko višja, kar pa pri modernih možnostih mehanske obdelave ne predstavlja posebnih težav.



Slika 5 a
Pas garantirane kaljivosti jekla Č.3840-K (MERILO-K)



Slika 5 b

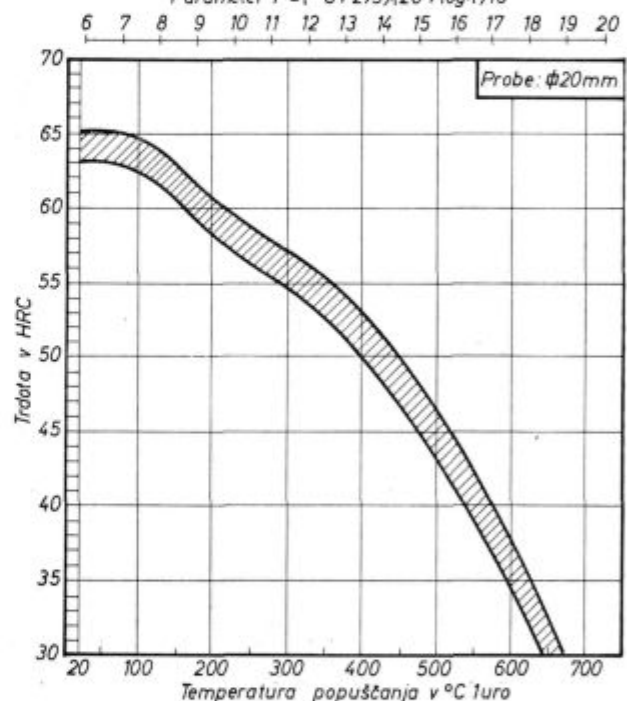
Orientacijske U-krivulje trdot po preseku okroglih palic jekla Č.3840-K (MERILO-K) pri kaljenju v olju. (Preračunano iz srednje Jominyjeve krivulje z uporabo nomograma H = 0,4. — Zvezarski zbornik 1970, št. 1, str. 28, sl. 19)

Jeklo št. VIII je nisko legirano orodno jeklo za kaljenje v olju. Odlikuje ga odlična meroobstojnost in odpornost proti obrabi. Z obzirom na kaljivost je uporaba tega jekla omejena na manjše preseke. Trdote, navedene v tabeli 2, se nanašajo na kaljenje v olju in nisko popuščenje, veljajo pa za debeline do ca. 50 mm. V žarjenem stanju je to jeklo mehko in zelo primerno za mehansko obdelavo. Sposobnost za poliranje v kaljenem in popuščenem stanju je odlična. Pri tem jeklu moramo računati z manjšo popuščno obstojnostjo, kar je treba upoštevati pri predelavi duroplastov in tudi pri nekoliko toplejši predelavi termoplastov (npr. polikarbonatov). Kaljivost tega jekla prikazujeta sliki 5a in 5b, popuščno obstojnost pa slika 6.

Č.3840 - MERILO (s srednjo kemijsko sestavo)

Kaljeno 760-840 °C v olju

$$\text{Parameter } P = (\text{°C} + 273) / (20 + \log t) \cdot 10^{-3}$$



Slika 6

Popuščni diagram jekla Č.3840 (MERILO)

Jeklo št. IX je zelo poznano in glavni predstavnik orodnih jekel z 12 % Cr in 2 % C za kaljenje na zraku, v termalni kopeli ali v olju. Odlikuje ga visoka trdota in izredna obrabna obstojnost zaradi ledeburitne sestave z deležem karbidov. Žilavost je pač precej nizka. Tudi to jeklo je zelo meroobstojno, posebno če orodja kalimo na zraku. Glede dimenzij z ozirom na veliko prekaljivost to jeklo praktično nima omejitev. Obdelovalna sposobnost v žarjenem stanju je dobra, sposobnost za poliranje pa zaradi velikega deleža karbidov v strukturi nekoliko zmanjšana.

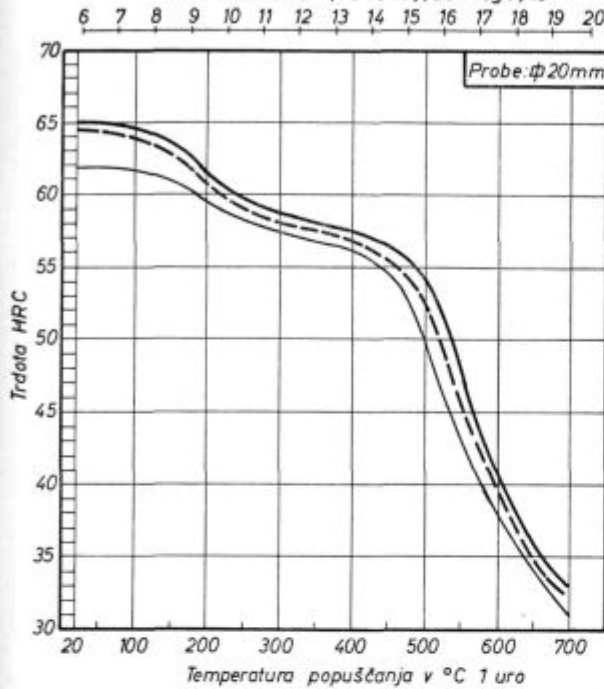
Č. 4150-OCR 12

C %	Cr %	V %
2,0	12,0	0,1

Legenda: 900° 920° 950° 980° 1010°

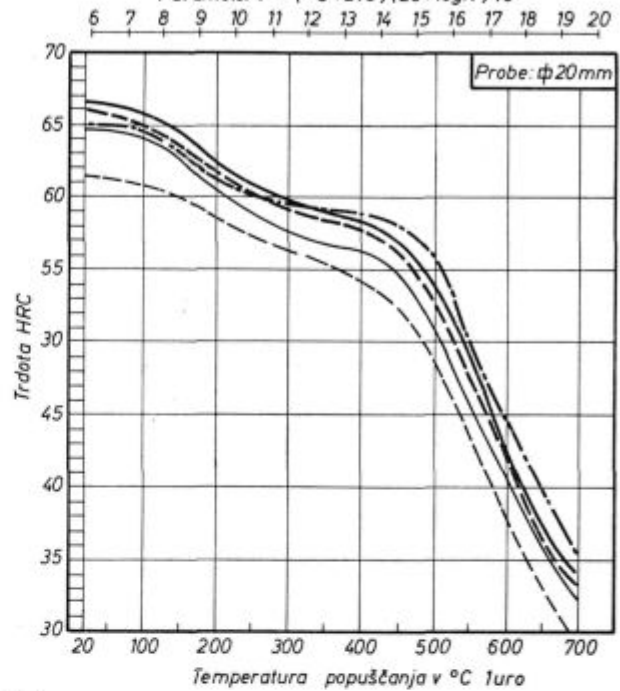
Kaljenje na zraku

$$\text{Parameter } P = (\text{°C} + 273)(20 + \log t) 10^{-3}$$



Kaljenje v olju

$$\text{Parameter } P = (\text{°C} + 273)(20 + \log t) 10^{-3}$$



Slika 7 a

Popuščni diagram jekla Č.4150 (OCR 12) za kaljenje na zraku in v olju

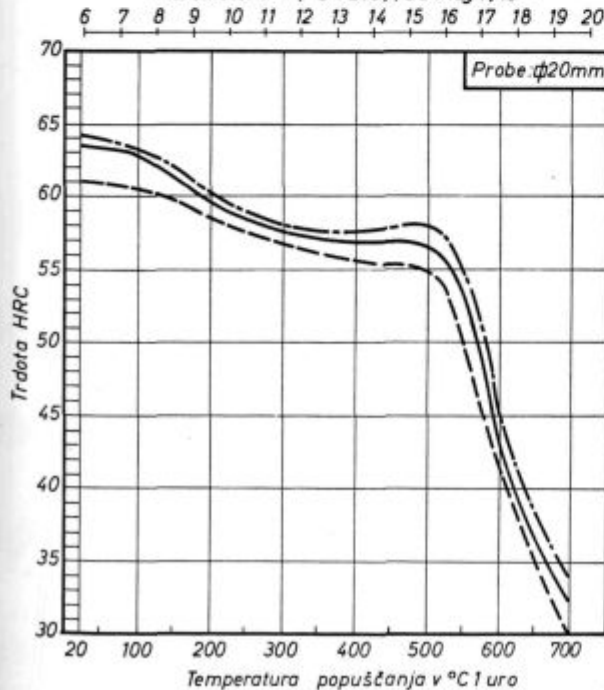
Č. 4750-OCR 12 ex.

C %	Si %	Mn %	Cr %	Mo %	W %	V %
1,71	0,22	0,26	12,50	0,58	0,45	0,28

Legenda: 920° 950° 980° 1010° 1040°

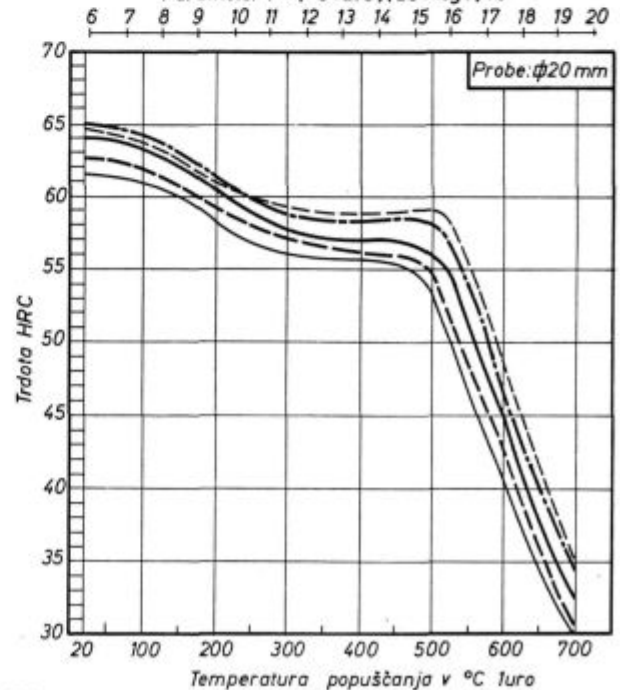
Kaljenje na zraku

$$\text{Parameter } P = (\text{°C} + 273)(20 + \log t) 10^{-3}$$



Kaljenje v olju

$$\text{Parameter } P = (\text{°C} + 273)(20 + \log t) 10^{-3}$$

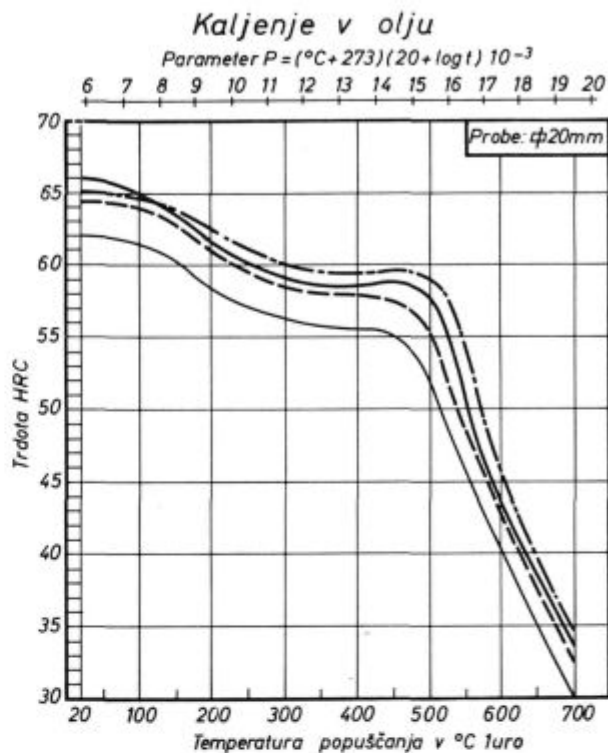
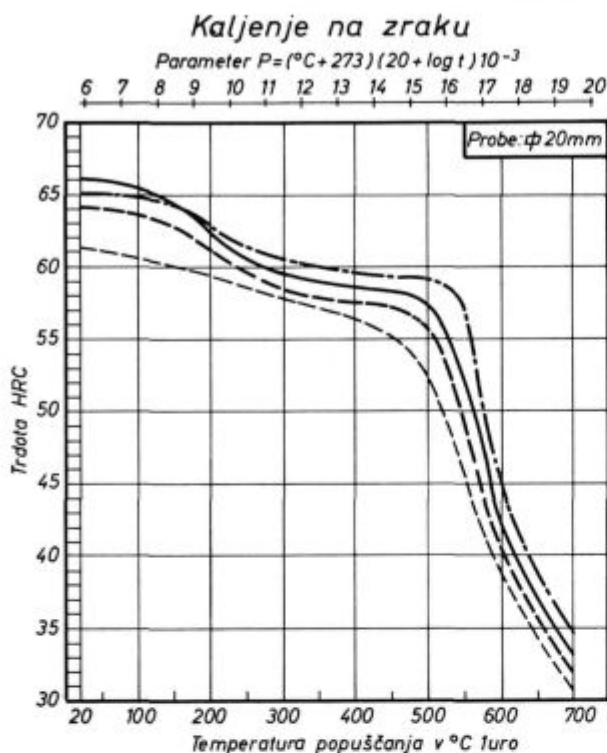


Slika 7 b

Popuščni diagram jekla Č.4750 (OCR 12 extra) za kaljenje na zraku in v olju

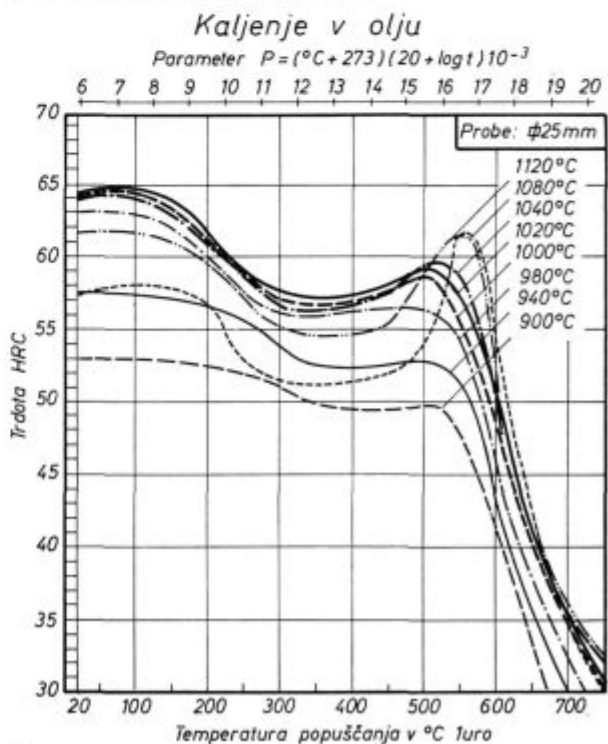
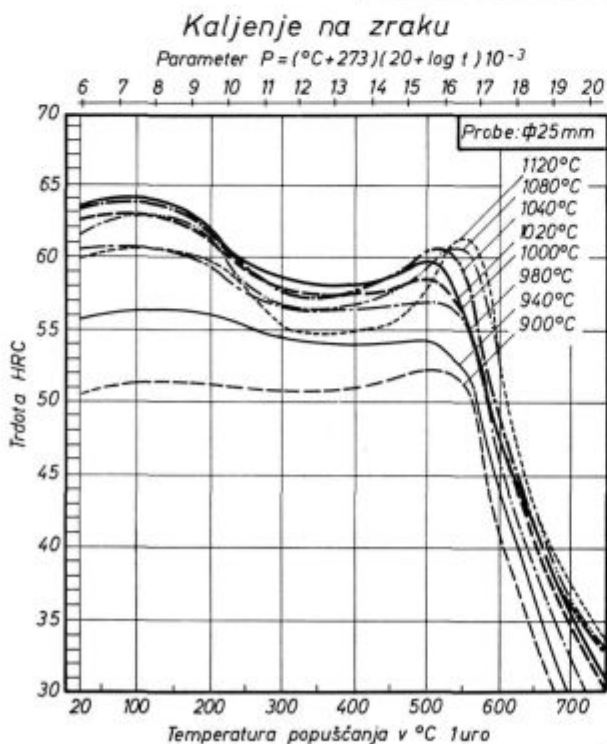
Č.4650-OCR 12 sp	C%	Si%	Mn%	Cr%	W%	V%
	1,96	0,32	0,29	12,20	0,68	0,21

Legenda: 900° 920° 950° 980° 1010°

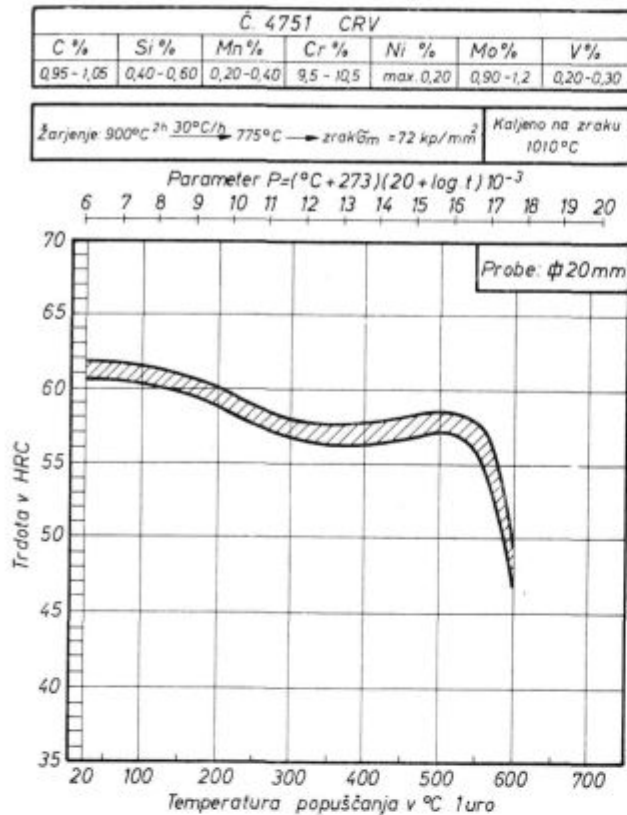


Slika 7 c
Popuščni diagram jekla Č.4650 (OCR 12 special) za kaljenje na zraku in v olju

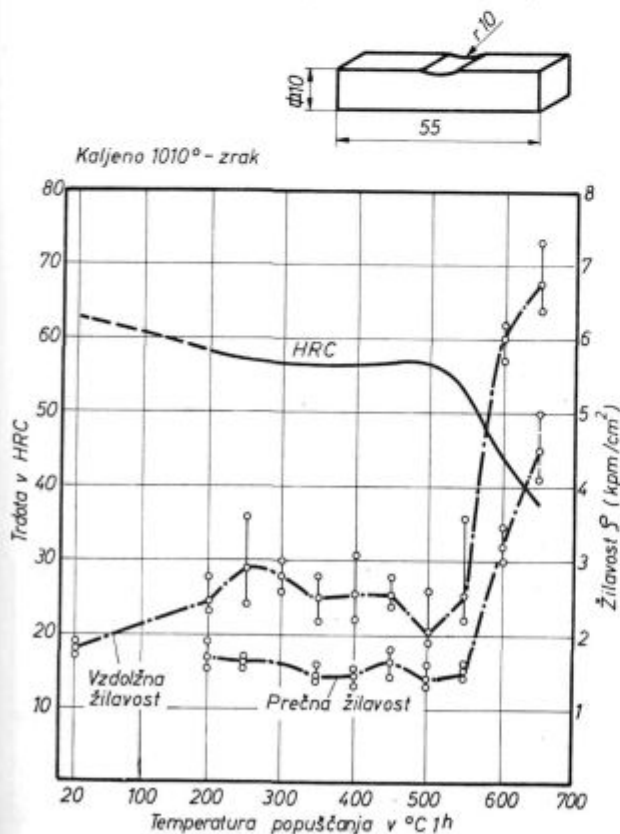
Č.4850-OCR 12 VM	C%	Si%	Mn%	Cr%	Mo%	V%
	1,52	0,25	0,36	11,8	0,81	1,10



Slika 7 d
Popuščni diagram jekla Č.4850 (OCR 12 VM) za kaljenje na zraku in v olju



Slika 7 e
Popuščni diagram jekla Č.4754 — (CRV)



Slika 7 f
Vpliv popuščanja na trdoto in žilavost jekla Č.4754 (CRV)

Pri jeklih št. VIII in IX je trdo kromanje in nikljanje za povišanje trdote površine mogoče. Tudi nitiranje po tenifer postopku precej pripomore k doseganju zahtevanih lastnosti površine. Pri jeklu št. VIII je treba seveda računati, da se zaradi majhne popuščne obstojnosti trdota osnovnega materiala pri nitiranju močno zniža, med tem ko jeklo št. IX delno že kaže efekt sekundarne trdote in je zato padec trdote pri nitiranju precej manjši. (Glej popuščne diagrame na slikah 7a — 7f)

Uporablja se še več variant tega jekla z dodatki volframa, molibdena in vanadija, od katerih so nekatere zaradi povečane popuščne obstojnosti za tenifer nitiranje primernejše.

Področje uporabnosti trdih jekel št. VIII in IX močno povečuje možnost elektro-erozivne in elektro-kemične obdelave v kaljenem in popuščenem stanju.

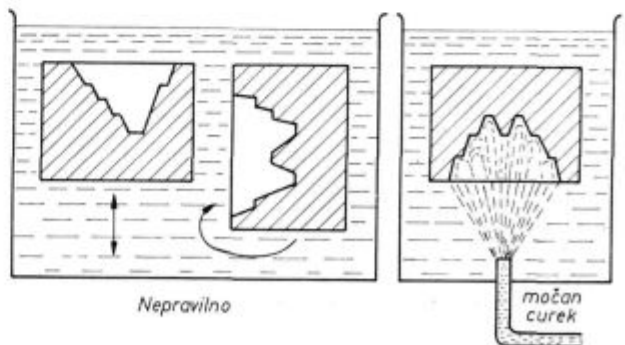
Jekla št. VI, VII in VIII so do neke mere tudi sposobna za hladno vtiskovanje, vendar zaradi razmeroma visoke trdote v žarjenem stanju predvsem nikljeva jekla samo za plitke forme (npr. vtiskovanje po mehanski obdelavi).

4.2.1 — Toplotna obdelava močno prekaljivih jekel^{24, 41, 42, 48, 55, 60, 62, 64-67}

Toplotna obdelava teh jekel je v splošnem poznana, v posebnem primeru pa je zelo priporočljivo upoštevati posebne napotke proizvajalca jekel.

Te vrste jekel se normalno dobavljajo v mehko žarjenem stanju. Tako pride pri izdelovalcu orodij žarjenje v poštev le kot vmesno žarjenje pri hladnem vtiskovanju, kot žarjenje pred ponovno mehansko obdelavo že toplotno obdelanih orodij, predvsem pa kot žarjenje za odpravo notranjih napetosti.

Kaljenje se izvaja normalno, posebno pazljivost pa zahteva zaščita delovnih površin pred površinskim razogljčenjem. Pri orodjih, od katerih se zahteva posebna meroobstojnost, je zelo pomemben pravilen postopek predgrevanja. Pri kaljenju orodij z globokimi gravurami v olju ali v vodi je treba posebej paziti, da se v gravuri ne zbirajo parni mehurčki. V takih primerih se priporoča usmeritev močnega curka v gravuro, kakor kaže slika 8.



Slika 8
Kaljenje orodij z globokimi gravurami

Ob upoštevanju vseh splošnih napotkov za kaljenje in popuščanje moramo posebej poudariti, da je neodvisno od načina kaljenja potrebno popuščati orodja **takoj**, ko se ohladijo do ca 60 do 80° C.

Jeklo št. VIII se kali samo v olju, jeklo št. IX pa na zraku, v termalni kopeli ali v olju. Kaljenje na zraku se priporoča, če debeline pri polnih presekih ne presegajo ca. 40 mm. Pri kaljenju na zraku iz solne kopeli moramo računati z nevarnostjo korozije. To korozijo preprečimo, če pri ohlajevanju orodje ujamemo pri ca. 100° C in ga takoj prenesemo v vrelo vodo, pri čemer se sol s kuhanjem odstrani. Najbolj se pač priporoča termalno kaljenje s temperaturo termalne kopeli 400 do 450° C v skladu s TTT diagramom, ki je splošno poznan in kaže veliko območje obstojnosti avstenita. S tem je na razpolago dovolj časa za izenačevanje temperature tudi pri večjih presekih. Za izenačevanje največkrat zadošča 10 do 20 minut, nato pa orodje naprej ohlajamo na zraku. Ko doseže temperatura ca. 100° C, ga zaradi odstranjevanja soli najprej kuhamo v vodi in nato takoj popuščamo.

4.3 — Jekla za uporabo v dobavljenem stanju

V industriji umetnih mas se uporablja vedno več srednjih in večjih orodij. Čeprav je pri teh formah uporaben način sestavljanja orodij iz delov z uporabo jekel za cementacijo ali močno prekaljivih jekel, so težnje večkrat usmerjene k izdelavi velikih form iz enega kosa. Do te tendence pride posebno, kadar se zahteva velika točnost mer. Toplotna obdelava velikih in kompliciranih form z velikimi spremembami presekov, posebno pa cementacija je zelo problematična in tvegana. Največkrat so še po toplotni obdelavi potrebni popravki. Vse to je drago in zamudno. Zato se vedno več uporablja jekla, ki dopuščajo mehansko izdelavo form v dobavljenem stanju, nato pa se te forme uporabijo brez posebne toplotne obdelave. Samo pri zelo kompliciranih oblikah se po grobi obdelavi priporoča žarjenje za odpravo napetosti, posebno če se gotova orodja nato nitri-
ra. Prav to pa se v praksi zelo uveljavlja.

Glavne prednosti jekel, ki se uporabljajo v dobavljenem stanju so:

- pocenitev in pridobitev časa, ker odpade toplotna obdelava,
- nobenih deformacij in dimenzijskih sprememb zaradi toplotne obdelave,
- manjša poraba časa za poliranje.

Te prednosti gredo seveda na račun razmera nižje trdnosti, tako da je brez oplemenitenja površine področje uporabnosti teh jekel omejeno na forme za predelavo termoplastov. Z nitriranjem, trdim kromanjem ali nikljanjem se lahko trdota površine in s tem obrabna obstojnost znatno izboljša in s tem področje uporabnosti razširi.

Predstavniki te skupine jekel so navedeni v tabeli 3.

Jeklo št. X je nelegirano jeklo, ki se v normaliziranem stanju dobro obdeluje. Zaradi nizke trdnosti je odpornost proti tlačnim obremenitvam in proti obrabi manjša. To jeklo se zato uporablja za manj obremenjena orodja in preprostejše oblike pri manjših in srednje velikih dimenzijah orodij za predelavo termoplastov ali pa za podložne in pritrjevalne plošče, ker je to najcenejše jeklo za izdelavo orodij na tem področju.

Jeklo št. XI odlikuje izredna prekaljivost in odlična žilavost. Zato se uporablja za največje forme in globoke gravure, ki sežejo v območje jedra. Tlačna trdnost tega jekla je dobra, odpornost proti obrabi pa seveda nekoliko nižja od jekel za cementacijo in močno prekaljivih jekel. Trdoto površine in odpornost proti obrabi izboljšamo s tenifer postopkom, s ponikljanjem ali trdim kromanjem. Tudi plinsko nitiranje je mogoče in z njim dosežemo trdoto površine ca. 650 do 700 HV₃₀. Mehanska obdelava je pri trdnosti v dobavljenem stanju 100 do 120 kp/mm² z dobri mi stabilnimi stroji gospodarno izvedljiva. Za manjše in srednje forme se uporablja nižje legirane variante tega jekla s trdnostjo v dobavljenem stanju 90 do 120 kp/mm².

Območje dosegljivih trdot in trdnosti po kaljenju in po popuščanju prikazuje popuščni diagram na sliki 9 za probe kvadratnega preseka 30 mm. Pri večjih dimenzijah moramo računati z nekoliko nižjimi trdotami v kaljenem stanju.

Pri večjih zahtevah odpornosti proti obrabi in pri večjih tlačnih obremenitvah se priporoča izbi-

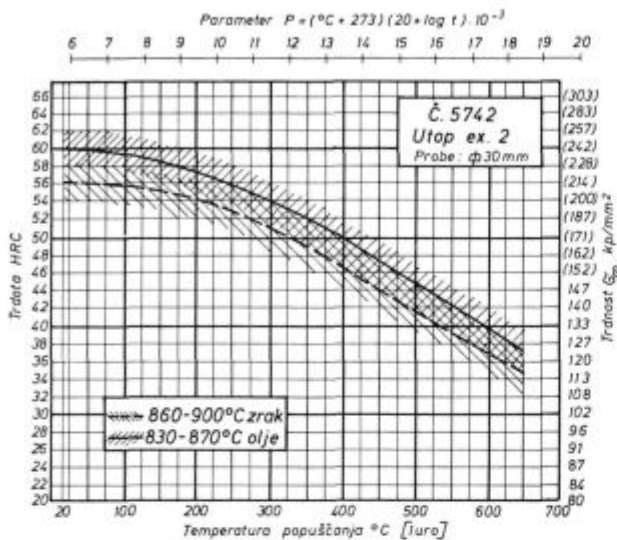
Tabela 3: Jekla za uporabo v dobavljenem stanju

Oznaka jekla				Orientacijska sestava							Uporabna trdnost	Dobavno stanje
Št.	W.Nr ¹⁾	JUS	ŽR ²⁾	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V	kp/mm ²	
X.	1.1191	Č. 1531	Ck 45	0,45	—	0,60	—	—	—	—	60 - 70	Normalizirano
XI.	1.2714	Č. 5742	Utop ex. 2	0,55	—	0,70	1,10	1,80	0,60	0,10	100 - 120	Poboljšano ali žarjeno na ² določeno trdnost 70-85kp/mm
XII.	1.2343	Č. 4751	UtopMo1	0,38	1,00	—	5,30	—	1,40	0,40	100 - 130	Poboljšano ali žarjeno na ² določeno trdnost 70-85kp/mm

1) Po Stahl - Eisen - Liste, 2 izd. 1967 in 3 izd. 1967

2) Interna oznaka železarne Ravne

ra jekla št. XII. Sicer to jeklo odlikujejo v glavnem podobne lastnosti kot jeklo št. XI in tudi način uporabe je podoben. S primernimi stroji je mogoče obdelovati orodja pri trdnosti do 150 kp/mm², z elektro-erozivno obdelavo pa se lahko obdelujejo orodja s trdoto 50 do 55 HRC, kar predstavlja posebno prednost. Posebni karbidi



Slika 9
Popuščni diagram jekla Č.5742 — (Utop extra 2)

v strukturi tega jekla zelo ugodno vplivajo na obstojnost proti obrabi. To jeklo se uspešno uporablja tudi za predelavo duroplastov. Visoka popuščna obstojnost tega jekla dopušča nitriranje po tenifer postopku brez znižanja trdnosti. Popuščni diagram tega jekla za primerjavo s popuščnim diagramom jekla št. XI je prikazan na sliki 10.

4.4 — Jekla za nitriranje

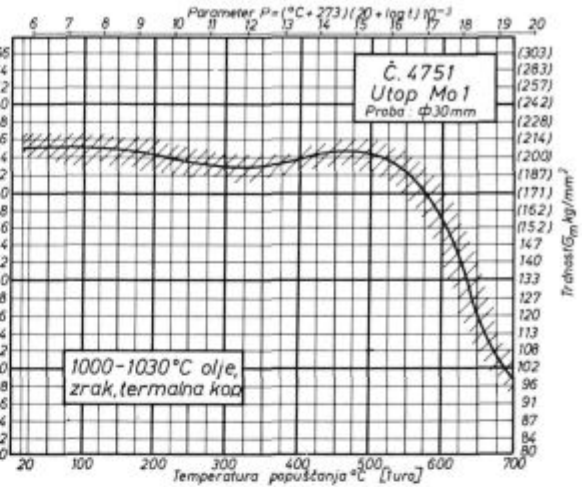
Jekla za nitriranje nudijo sledeče prednosti:

— majhne dimenzijske spremembe pri toplotni obdelavi,

- najvišje trdote površine,
- boljša odpornost proti obrabi,
- zelo dobra sposobnost za poliranje,
- povečana odpornost proti koroziji,

Tabela 4: Jekla za mitiranje

Št.	W.Nr. ¹⁾	JUS	ŽR ²⁾	Orientacijska sestava						Trdnost v žarjenem v poboljšanem	Trdnost površine po plinskem nitriranju HV	Opomba		
				C	Mn	Cr	Ni	Mo	V				Al	
XIII.	-1.2852	Č. 4739	NCAL	0,35	0,70	1,30	—	0,20	—	1,00	max. 75	80 - 95	nad 1000	za debeline do ca 120 mm
XIV.	—	—	— ³⁾	0,33	0,50	1,90	1,35	0,40	—	1,10	max. 85	80 - 110	nad 1000	posebno za debeline nad 200 mm
XV.	1.2307	Č. 4734	VCMo 230	0,30	0,60	2,50	—	0,20	0,15	—	max. 80	90 - 110	nad 750	za debeline do ca 250 mm



Slika 10
Popuščni diagram jekla Č.4751 — (Utop Mo 1)

- dobra žilavost,
- dobra obstojnost proti tlačnim obremenitvam.

Forme, od katerih se zahteva velika točnost mer in velika odpornost proti obrabi, se pretežno izdelujejo iz jekel za nitriranje. Orodja iz teh jekel se običajno izdelujejo v poboljšanem stanju, večja orodja pa se grobo mehansko obdelujejo v žarjenem stanju, nato pa poboljšajo in fino obdelajo. Mehanska obdelava je izvedljiva brez težav tako v poboljšanem kakor v žarjenem stanju.

Kemijska sestava teh jekel je taka, da omogoča pri plinskem nitriranju doseganje optimalnih lastnosti nitrirane plasti. Nitriranje se lahko izvrši tudi po tenifer postopku v solni kopeli. Pri orodjih za umetne mase je pri plinskem nitriranju čas ca. 40 ur v večini slučajev zadosten. V tem času se doseže debelina nitrirane plasti ca. 0,30 mm. Forme za predelavo duroplastov se zaradi doseganja debelejših nitriranih plasti nitrirajo ca. 80 ur. Pri nitriranju nastopajo neznatne volumske spremembe, ki se izražajo s povečanjem zunanjih in z zmanjšanjem notranjih mer. Spremembe dimenzij znašajo ca. 10 do 20 mikrometrov na ploskev pri 40 oz. 80 urah nitriranja.

V tabeli 4 so podane kemijske sestave tipičnih jekel za nitriranje. Jekli št. XIII in XIV imata

1) Po Stahl - Eisen - Liste, 3 izd. 1969

2) Interna oznaka železarne Ravne

3) Se proizvaja po dogovoru v slučaju količinsko zadostnih naročil

zelo značilno sestavo, v kateri je zagotovljena tvorba nitridov z aluminijem, kromom in molibdenom. To omogoča doseganje maksimalne trdote pri plinskem nitriranju do 1100 HV₃₀. Vsebnost aluminija pri nekaterih termoplastih (npr. polikarbonatih) vpliva na barvo, zato se pri takih umetnih masah uporablja jeklo za nitriranje brez aluminija (npr. št. XV).

Jeklo št. XIII se da poboljšati preko celega preseka do ca. 120 mm. Za večje dimenzije je potreben dodatek niklja, kakor pri jeklu št. XIV, ki ima znatno boljšo prekaljivost in se uporablja predvsem za preseke nad 200 × 200 mm. Jeklo št. XIV ima tudi zelo dobro žilavost.

Pri jeklu št. XV je tvorba nitridov zagotovljena z legirnimi dodatki: Cr, Mo in V. S tem jeklom smo se izognili omenjeni neugodni lastnosti Al, pač pa je trdota dosežena na površini nekoliko nižja. Prekaljivost jekla št. XV je nekoliko manjša od jekla št. XIV.

4.4.1 — Toplotna obdelava jekel za nitriranje²⁴, 41, 42, 48, 55, 60, 62, 64, 67

Pred nitriranjem so orodja v glavnem poboljšana, pri čemer je lahko že jeklo dobavljeno v poboljšanem stanju, ali pa se orodje poboljša po grobi mehanski obdelavi. Ker odpade termična obdelava pri izdelavi orodja, se v zadnjem času vedno bolj uveljavlja prva varianta. Pogoj za uspešno nitriranje je poboljšana struktura jekla s čimmanj prostega ferita. Izboljšanje lastnosti nitrirane plasti in ugodnejši prehod trdote pri Al-legiranih jeklih za nitriranje št. XIII in XIV dosežemo z dvakratno normalizacijo z različne temperature. Pri tem pa moramo računati z nekoliko manjšo trdoto jedra v primerjavi z običajnim poboljšanjem. Tvorba ferita v zrnati obliki povzroča neugodno luščenje nitrirane plasti pri brušenju in poliranju, ali pa v toku uporabe.

Pri popuščanju v postopku poboljšanja teh jekel moramo paziti, da je temperatura popuščanja višja od temperature nitriranja. Pri dovolj visoki temperaturi popuščanja (npr. 600°C) lahko tudi pri zelo dolgotrajnem plinskem nitriranju (80 do 100 ur) pri 500 do 520°C pričakujemo neznatno znižanje trdnosti (0 do 3 kp/mm²), medtem ko pa žilavost ostane skoraj neizpremenjena. Pri nitriranju v solni kopeli mora biti temperatura popuščanja vsaj 30°C višja od temperature nitriranja. Zaradi visokih temperatur popuščanja ima prednost popuščanje v solnih kopelih, ki preprečuje oksidacijo površine.

4.5 — Jekla odporna proti koroziji

Jekla odporna proti koroziji (tabela 5) je treba uporabiti takrat, kadar so snovi, ki jih obdelujemo, ali pa razni dodatki kemično agresivni in kadar površine niso pokromane ali ponikljane. Tako npr. polivinilklorid (PVC) ob daljšem zadrževanju pri temperaturah med 165 in 200°C ali ob prekoračitvi zgornje temperaturne meje izloča

Tabela 5: Jekla odporna proti koroziji

Št.	Oznaka jekla			Orientacijska sestava				Trdnost v žarjenem kp/mm ²	Kaljeno in popuščano oz poboljšano
	W Nr ¹⁾	JUS	ŽR ²⁾	C	Cr	Ni	Mo		
XV	—	—	— ³⁾	0,30	13,50	0,25	0,35	60 - 72	47 - 51 HRC
XVI	-1.2083	Č 4770	Prakran 5	0,45	14,00	0,30	0,40	65 - 75	52 - 56 HRC
XVII	1.2316	Č 4771	Prakran 5M	0,38	17,00	—	1,20	65 - 85	100 - 140 kp/mm ²

1) Po Stahl - Eisen - Liste, 3. izd. 1969

2) Interna oznaka železarne Ravne

3) Se pravi po dogovoru v skladu s količinsko zadostnih narečil

klorovodik, ki z zračno vlago tvori solno kislino, ta pa napada in kvari površino form. Tudi dodatek stabilizatorjev popolnoma ne preprečuje tega, posebno v slučaju obratovalnih motenj, ko se umetna masa dalj časa zadržuje v plastificiranem stanju in nastopa pregretje. Moramo poudariti, da nobeno jeklo ne zdrži trajnejšega učinkovanja solne kisline pri visokih temperaturah, pač pa korozijsko obstojna jekla zdržijo znatno daljši čas. Nekatere umetne snovi izločajo očetno kislino, ki tudi dokaj agresivno deluje.

Jeklo št. XVI je korozijsko obstojno jeklo, ki se da zelo dobro polirati in se uporablja za razne forme, matrice, šobe, žige in podobne dele za predelavo kemijsko agresivnih umetnih mas. Odnos Cr in C z dodatki Mo in Ni je tak, da to jeklo prekali tudi pri velikih presekih. Posebno ga odlikujejo majhne dimenzijske spremembe pri toplotni obdelavi. Korozijska obstojnost predstavlja tudi veliko prednost pri vskladiščenju orodij, ki se dalj časa ne uporabljajo. Zato se to jeklo uporablja tudi za predelavo kemijsko neagresivnih umetnih mas. Delovna trdota je pri formah 47 do 50 HRC, pri brizgalnih šobah pa ca. 45 HRC. Zaradi poslabšanja korozijske obstojnosti se pri teh jeklih nitriranje skoraj ne uporablja, čeprav bi omogočilo znatno povišanje trdote na površini. Tudi trdo kromanje in nikljanje ni običajno, ker se za te načine oplemenitenja površin uporabljajo cenejša jekla za izdelavo form.

Zaradi višjega ogljika doseže jeklo št. XVII višjo trdoto na površini in s tem imajo orodja boljšo obstojnost proti obrabi. Orodja iz tega jekla se uporabljajo z delovno trdoto 52 do 56 HRC. Tudi to jeklo s svojo sestavo omogoča prekaljivost tudi pri večjih formah. Uporablja se predvsem za tlačne forme in forme za brizgalno litje pri predelavi agresivnih umetnih mas s polnilnimi snovmi, ki močno obrabljajo orodja. Sicer po lastnostih to jeklo primerjamo z jeklom št. XVI.

Zaradi visoke vsebnosti Cr in Mo ima jeklo št. XVIII najboljšo obstojnost proti koroziji. Uporabna trdota je nekoliko nižja kot pri obeh 13,5 % kromovih jeklih. To jeklo ima prednost pri predelavi PVC materialov, uporablja pa se ali v žarjenem stanju s trdnostjo 65 do 85 kp/mm² za mehansko izdelavo orodij, ki se nato kalijo in popuščajo, ali pa se forme uspešno izdelujejo iz tega jekla, ki se dobavlja v poboljšanem stanju

s trdnostjo 90 do 110 kp/mm². Pri poboljšanju po mehanski obdelavi se lahko z izbiro popuščne temperature dosežejo tudi višje trdnosti okrog 160 kp/mm². Prekaljivost jekla št. XVIII je nekoliko slabša od jekel št. XVI in XVII.

Jekla odporna proti koroziji so v žarjenem stanju dobro obdelovalna, po kaljenju in popuščanju pa se dajo zelo dobro polirati. Da bi dosegli čimboljšo korozijsko obstojnost, je nujno potrebna primerna obdelava površine, kar pomeni, da moramo tudi tiste površine, ki ne pridejo v neposreden stik z umetno maso, najmanj fino brusiti. Sprememba dimenzij pri toplotni obdelavi je po kaljenju v olju majhna, še manjša pa po kaljenju na zraku.

4.5.1 — Toplotna obdelava jekel odpornih proti koroziji^{24, 41, 42, 48, 55, 60, 62, 64, 67}

Ta jekla se običajno dobavljajo v mehko žarjenem stanju. Značilnost toplotne obdelave teh jekel je, da moramo za zadovoljivo korozijsko obstojnost in doseganje želenih trdot uporabljati razmeroma visoke temperature kaljenja, pri katerih se kromovi karbidi raztopijo v osnovi. Pogoji toplotne obdelave so v glavnem poznani iz podatkov proizvajalcev, vsekakor pa je priporočljivo dodatno konsultiranje s proizvajalcem jekla.

Na sliki 11 so podane glavne lastnosti najbolj uporabljane skupine č. 4770 — Prokron 5.

4.6 — Jekla za ostale dele orodij

Poleg jekel, ki se uporabljajo za izdelavo form in pridejo neposredno v stik z umetno maso, potrebujemo za ostale dele form še celo vrsto jekel. S smiselno tipizacijo uporabljenih jekel se lahko doseže znatno izboljšanje kvalitete in tudi pocenitev. Nekatera od najbolj tipičnih jekel za te potrebe so:

— jeklo št. III iz tabele 1 se uporablja tudi za najrazličnejše plošče, čeljusti in druge osnovne dele orodij,

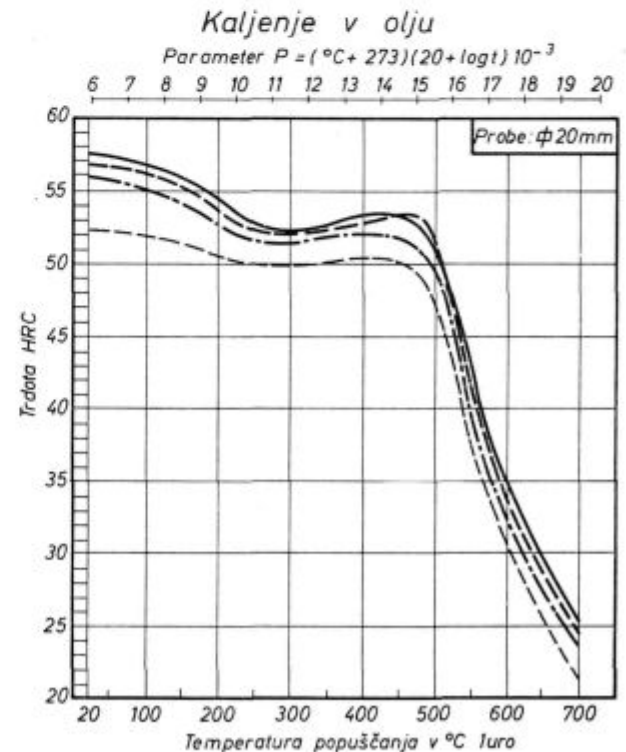
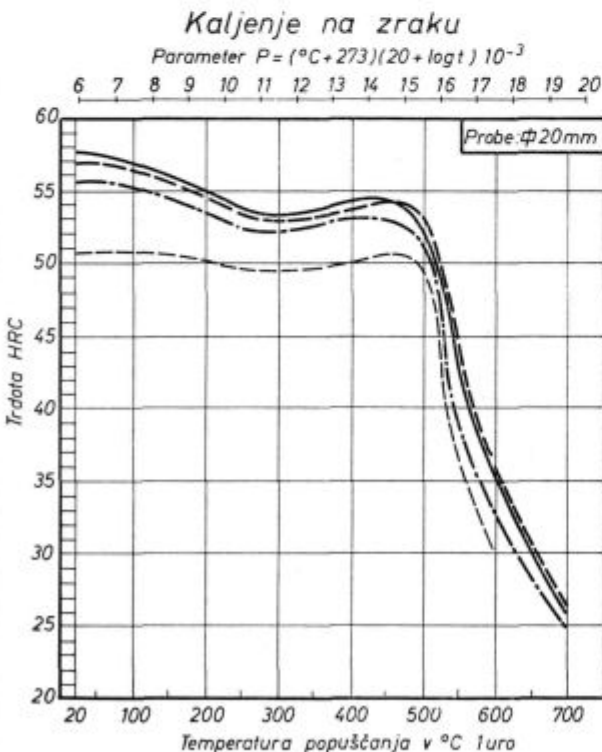
— jeklo št. VIII iz tabele 2 se uporablja za razne šobe,

— jeklo št. X iz tabele 3 se uporablja za osnovne plošče, za pritrjevalne plošče, vmesne plošče, okvirje, distančne letve, centrirne dele itd.,

— jeklo č. 4830 — VCV 150 se uporablja za iste namene kakor zgoraj omenjeno jeklo št. X iz tabele 3 le za večje obremenitve kot npr. vodilne letve, iztiskovalne plošče itd.,

Č. 4770-PROKRON 5					
C %	Si %	Mn %	Cr %	Ni %	Mo %
0,50	0,32	0,53	14,55	0,38	0,12

Legenda: 930° 960° 990° 1020°



Slika 11
Popuščni diagram jekla C.4770 (Prokron 5) za kaljenje na zraku in v olju

— jeklo Č.4145 — OCR 4 ex. se uporablja za najrazličnejše vodilne dele in iztiskovalne čepe,

— jeklo Č. 1941 — OC 100 ex. se uporablja za razne čepe, žige, valjčke, letve in nekatere tankostenske dele, ki morajo biti plitko kaljeni, da v jedru ohranijo potrebno žilavost.

V splošnem so težnje za tem, da se izbere po možnosti jeklo s čim preprostejšo termično obdelavo.

4.7 — Kaj zahtevamo od jekel, ki jih uporabljamo za izdelavo orodij v industriji umetnih mas

Naslednje navedbe predstavljajo le kratek pregled zahtev, ki so najpogostejše pri jeklih za izdelavo orodij v industriji plastičnih mas.

Velika odpornost proti obrabi:

Ta lastnost je poleg dobre sposobnosti za poliranje in dolge življenjske dobe orodja odločilnega pomena v predelavi duroplastov s polnilnimi materiali, ki povzročajo močno obrabo. To zahtevano zadovoljujemo s primernim izborom jekla, posebej pa še z različnimi postopki za povišanje trdote in obrabne obstojnosti površin (cementacija, nitriranje, trdo kromanje, nikljanje).

Zadovoljiva tlačna trdnost:

Pri nekaterih postopkih so posamezni deli močno obremenjeni na tlak. Na take obremenitve moramo posebej paziti pri trdih površinskih plasteh (cementirane, nitrirane, trdo kromane plasti), ki se ob prekomernih pritiskih, ki jih osnovni material ne zdrži, lahko udirajo. Okvare povzroča često v takih primerih kopičenje strnjenih ostankov umetnih mas med drsnimi ploskvami. S primerno izbiro jekla in z ustrezno toplotno obdelavo je take zahteve mogoče dobro obvladati.

Odpornost proti koroziji:

Ta lastnost je posebno pomembna pri predelavi umetnih mas z agresivnimi sestavinami. V takih primerih je pač potrebno izbrati korozijsko odporno jeklo ali pa površino zaščititi z nikljanjem ali trdim kromanjem.

Zadovoljiva žilavost:

Ta lastnost je posebno odločilna pri velikih formah z globokimi gravurami, z grebeni, utori in tako dalje. Pomembna je pravilna izbira vrste jekla, pri čemer največkrat pridejo v poštev jekla legirana z nikljem. Pri reševanju teh problemov se mnogo doseže s konstrukcijo orodij in z ustrezno toplotno obdelavo.

Dobra dimenzijska obstojnost:

Obstojnost dimenzij in oblike moramo preceiniti oz. preizkusiti v pogojih obratovanja, predvsem če temperatura močno niha. Če je toplotna

obdelava dobro izvršena in je temperatura popuščanja višja od delovne temperature orodja, je največkrat že v precejšnji meri zagotovljena dimenzijska obstojnost. Zelo majhne spremembe mer, ki so odvisne od toplotnega razteznostnega koeficienta jekla, so pogojene z uporabljenimi vrsto jekla in jih ni mogoče preprečiti.

Dobra toplotna prevodnost:

Tudi to lastnost je treba večkrat upoštevati z vsoto resnostjo. Zavedati se moramo, da je toplotna prevodnost specifična lastnost jekla in da se s povečevanjem vsebnosti legirnih dodatkov zmanjšuje.

Dobra sposobnost za mehansko obdelavo:

Večji del obdelave pri izdelavi orodij za umetne mase se izdelava z odvzemanjem materiala. Pri uporabi stabilnih strojev in najzmogljivejših orodij se da gospodarno izvajati mehanska obdelava jekla tudi pri višjih trdnostih. Posebno skupino predstavljajo jekla s povečano vsebnostjo žvepla za izboljšanje mehanske obdelovalnosti. Pri izdelavi orodij s hladnim vtiskovanjem je treba izbrati primerno jeklo in ga primerno toplotno obdelati. Pri obdelavi visoko trdnih jekel se uporabljajo postopki elektro erozivne obdelave.

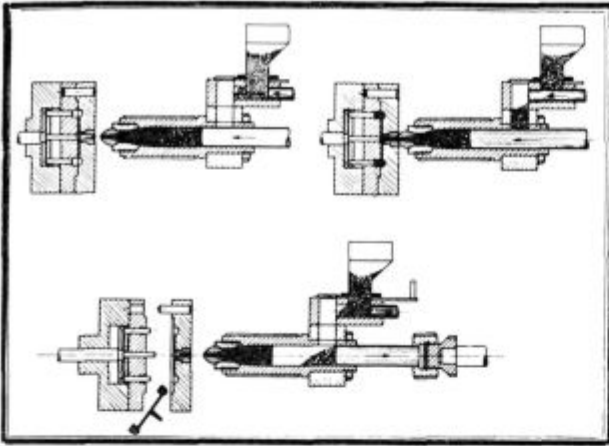
Zdravo in čisto jeklo:

Zaradi zahtevane visoke kvalitete poliranja gravur so zahteve glede kvalitete jekel, ki se uporabljajo za ta orodja, mnogo ostrejše od jekel, ki se normalno uporabljajo. Čistost jekla mora biti zagotovljena in poroznost ali izeje raznih oblik lahko pokvarijo kvaliteto orodja in s tem kvaliteto izdelkov. Jeklarne morajo imeti za zadovoljevanje teh zahtev možnosti posebnih ukrepov in posebnih postopkov, katerih dosežke je treba pazljivo kontrolirati z najmodernejšimi kontrolnimi postopki. Z ozirom na velike stroške pri izdelavi kompliciranih orodij lahko majhne notranje napake, ki jih nismo pravočasno odkrili, povzročajo veliko škodo.

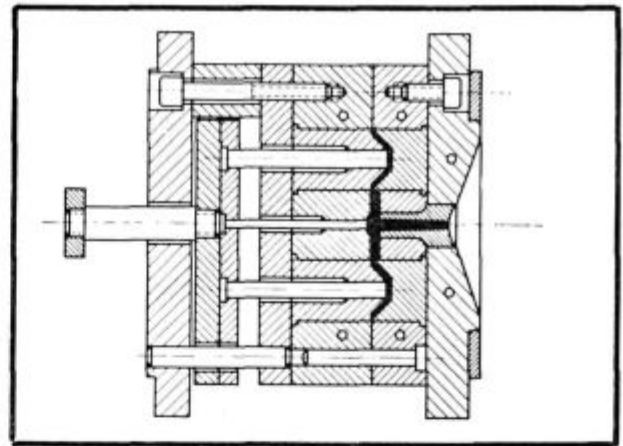
Za makroskopsko kontrolo čistosti se uporabljajo stopničaste probe, jedkalne plošče, vtiskovalne probe, polirne probe ipd. poleg mikroskopske kontrole čistosti jekla na vzdolžnem obrusu. Tudi vsebnost plinov v jeklu (predvsem kisika in vodika) je potrebno kontrolirati in jo držati v dopustnih mejah. Za ugotavljanje čistosti jekla in za odkrivanje notranjih napak so zelo pomembne preiskave brez porušitve, od katerih se največ uporabljajo preiskave z ultrazvokom. Za ugotavljanje nekaterih posebnih lastnosti pa se uporablja še cela vrsta tehnoloških in mehanskih preizkusov.

Sposobnost za poliranje:

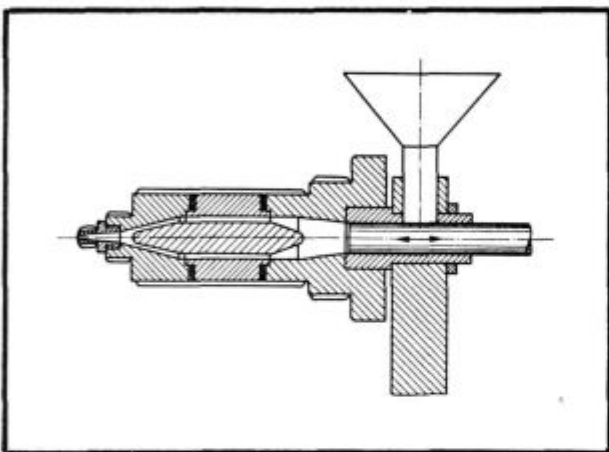
Toplotno obdelana orodja morajo imeti tako površino, da omogočajo optimalno kvaliteto izdelkov iz umetnih mas. Na sposobnost poliranja



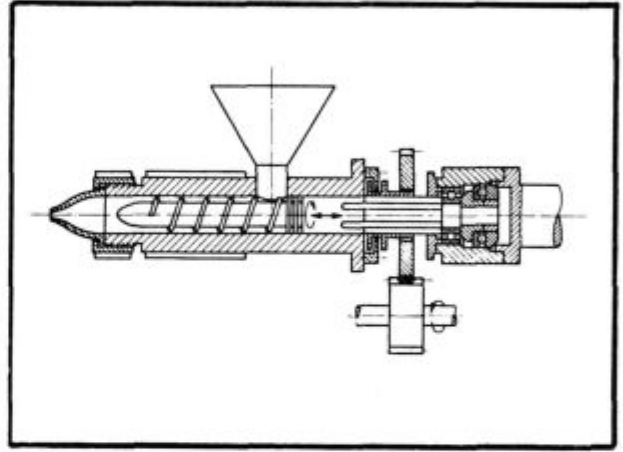
Delovne faze pri tlačnem litju ²²⁾



Orodje za tlačno litje ²²⁾



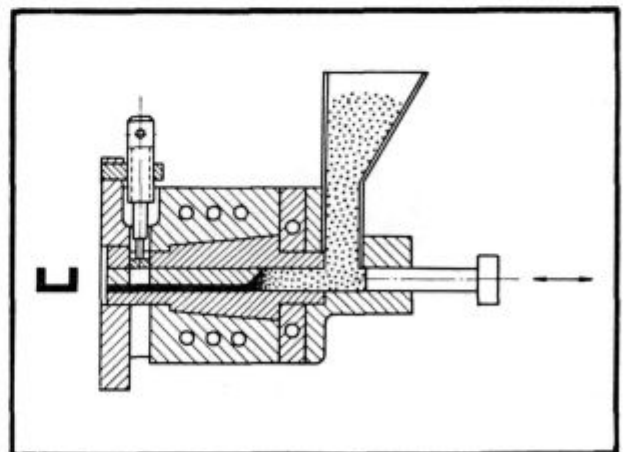
Enota za plastificiranje z batom in torpedom za tlačno livni stroj ²²⁾



Enota za plastificiranje s polžem za tlačno livni stroj ²²⁾

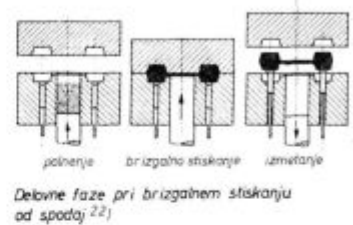
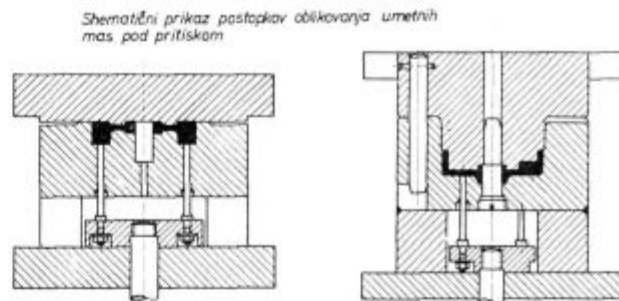
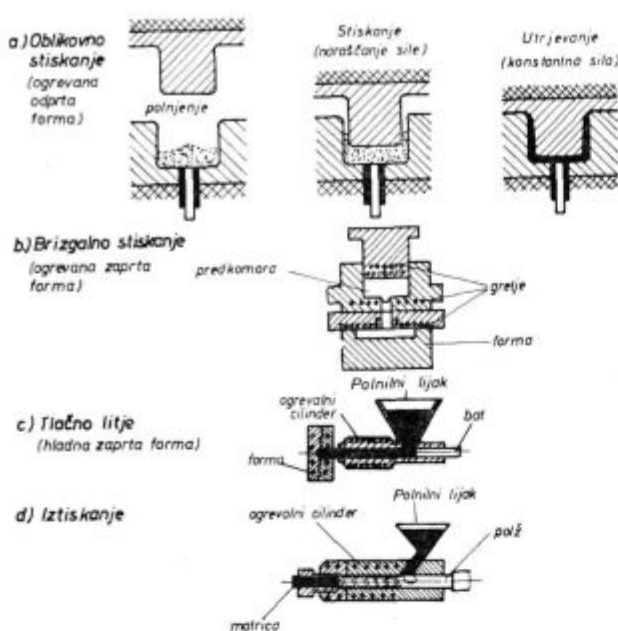
površine v veliki meri vpliva stopnja čistosti jekla. Pri posebno visoko legiranih jeklih se pojavljajo dendritne kristalne izceje, ki v različnih strukturnih sestavinah povzročajo različne trdote, kar ima posledice tudi na kakovost površine orodij in izdelkov. Podobno vplivajo tudi karbidne izceje v jeklih z visoko vsebnostjo ogljika. Orodja iz takih jekel večkrat ne dosežejo zahtevane kvalitete pri poliranju. Vrsta toplotne obdelave, površinsko naogljčenje ali razogljčenje ter druga različna stanja jekla večkrat močno vplivajo na sposobnost poliranja.

Tudi pri najpazljivejšem taljenju jekla v elektro obločnih pečeh so vedno v neki meri prisotni nemetalni vključki, ki pa sposobnosti poliranja ne škodujejo, v kolikor ne presežejo določene velikosti in če se ne zberejo v večje skupine. Vpliv vključkov je odvisen od sestave in tako so aluminijevi oksidi, kromovi oksidi in železo-aluminijevi špinelni vključki pri poliranju neugodnejši od manganovih silikatov, sulfidov in kalcij-silicijevih kompleksnih vključkov.



Diskontinuirno iztiskanje profilov iz duroplastov ²²⁾

Pri najostrejših zahtevah, kakor npr. pri orodjih za izdelavo prozornih umetnih mas za optično industrijo, pa z običajnimi metodami izdelave jekel ne moremo doseči zahtevane kakovosti. V ta-



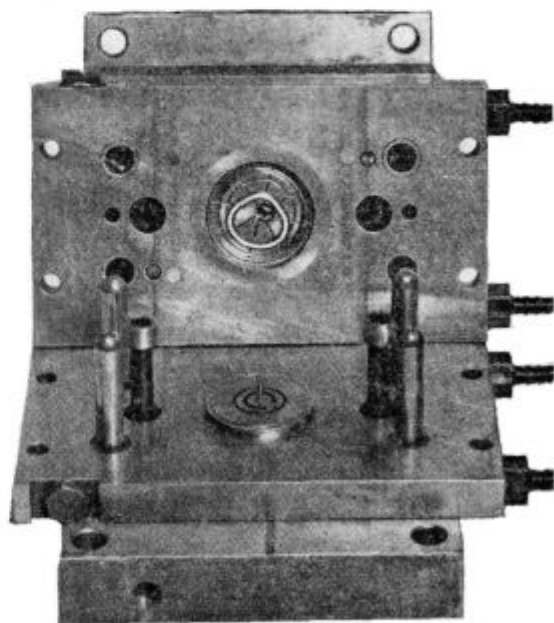
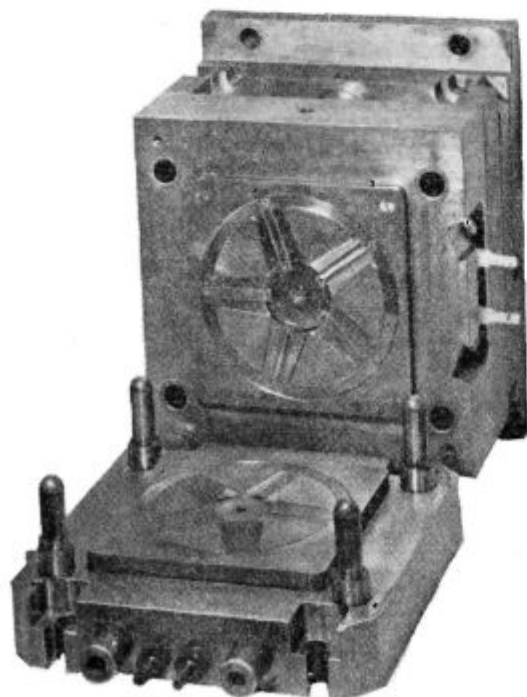
kih primerih so potrebna tako imenovana ultra čista jekla, ki se proizvajajo z vakuumskimi pretaljevalnimi postopki ali pa s postopki pretaljevanja pod elektrožlindro (EPŽ — postopek). Taka jekla so seveda zaradi specialnega postopka izdelave dražja, kar velja posebno za vakuumsko pretaljena jekla. Zato je uporaba ultra čistih jekel precej omejena na tista področja, kjer se taka kakovost res zahteva.

Jeklo, izdelano po običajnem jeklarskem postopku, nato pa vakuumsko degazirano, ne predstavlja posebnih izboljšav v pogledu čistosti in

spособnosti za poliranje. Vakuumsko degazirane ga jekla ne smemo zamenjevati z vakuumsko pretaljenim jeklom ali z jeklom, pretaljenim po elektrožlindrinem postopku (EPŽ - jeklom).

Zanesljivost pri toplotni obdelavi:

Tudi pri najpazljivejši toplotni obdelavi orodij moramo računati z določenim tveganjem oz. z nastankom izmečka. To tveganje je seveda toliko hujše, kolikor je več vloženi obdelovalnih stroškov v orodje, ki ga toplotno obdelujemo. Prav



Primer dveh ogrodij za tlačno litje izdelanih iz nerjavnega orodnega jekla

zato se razvoj nagiba k preprostejšim in zanesljivejšim postopkom toplotne obdelave oz. k uporabi že poboljšanih jekel pri izdelavi orodij.

Obstojnost dimenzij in oblik pri toplotni obdelavi:

Deformacije in spremembe dimenzij pri toplotni obdelavi morajo biti tako majhne, da ne vplivajo škodljivo na funkcijo orodja. Te spremembe nastopajo zaradi toplotnih napetosti in zaradi volumskih sprememb pri strukturnih premenah. Zato jih ni mogoče popolnoma preprečiti. Velikost takih deformacij je odvisna od vrste jekla in od vrste toplotne obdelave. Če te deformacije in vplive poznamo, jih z določenimi ukrepi in kompenziranjem lahko v dokajšnji meri obvladamo. Poznani so posebni načini toplotne obdelave, ki so namenjeni prav zmanjševanju dimenzijskih in oblikovnih sprememb.

5. ZAKLJUČKI

V kratkem so bile podane dokaj skope informacije o izbiri jekel pri izdelavi orodij za industrijo umetnih mas obenem z opozorili na nekatere karakteristične lastnosti. Za osnovne vrste jekel, ki se uporabljajo za te namene, so bili podani le nekateri napotki za toplotno obdelavo. Že to področje je zelo obsežno, še mnogo več problemov pa je pri izdelavi orodij iz različnih jekel, ob različni toplotni obdelavi, z različnimi postopki izdelave orodij za zelo različne namene v širokem področju industrije umetnih mas. Tako široke problematike specifičnih področij ni mogoče obdelati v članku, zato pa je v pomoč pri poglobljenem študiju podan obširen pregled literature.

Literatura

- Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, 3. Auflage (1960), Band 11, Verlag Urban und Schwarzenberg, München-Berlin.
- Reichherzer, R.: Kunststoffe-Plastics, 5 (1958), H. 1, S. 13.
- Rethemeier, R.: Der Lichtbogen, 16 (1967), H. 3, S. 4.
- Feinauer, R. und A. Wieland: Der Lichtbogen, 16 (1967), H. 4, S. 4.
- Kunststoff-Rundschau, (1968), H. 3, S. 119.
- Philipp, H.: Plaste und Kautschuk, 15 (1968), H. 3, S. 234.
- Tanner, K.: Technische Rundschau 61 (1969), Nr. 11, S. 9.
- Saechtling, H. und W. Zebrowski: Kunststoff-Taschenbuch, 17. Ausgabe (1967), Carl Hanser Verlag, München.
- Schmitz, E. und H. Hubeny: Kunststoffe und ihre technische Verwendung. Österr. Ingenieur Zeitschrift 12 (1969), S. 418.
- DIN 7708: Kunststoffe, Formmasse-Typen.
- Beck H.: Spritzgiessen. 2. Auflage (1963), Carl Hanser München.
- Draeger, H. und W. Woecken: Pressen und Spritzpressen, 2. Auflage (1960). Carl Hanser Verlag, München.
- Domininghaus, H.: Kunststoff-Fibel, Zehner und Hüthig Verlag, Speyer.
- Saechtling, H.: Kunststoffkunde, Teil I und II, Werkstattblätter 400 und 401. Carl Hanser Verlag, München (1966).
- Domininghaus, H.: Kunststoffe I und II, VDI Taschenbücher T 7 und T 8, VDI Verlag, Düsseldorf (1969).
- DIN 16.700: Kunststoffe, Formtechnik und Formmassen.
- Thilenius, G.: Spritzgusswerkzeuge für thermoplastische Massen. Kunststoffe 43 (1953), S. 285.
- König, H.: Das Verarbeiten von weichmacherfreiem PVC auf Schneckenpressen und Spritzgussmaschinen, VDI-Zeitschrift 98 (1956), S. 1045.
- VDI-Richtlinie 2006: Gestaltung von Spritzgussteilen aus plastischen Kunststoffen (1957).
- Laeis, M. E.: Der Spritzguss thermoplastischer Massen, 2. Auflage (1959), Carl Hanser Verlag, München.
- Bucksch, W. und H. Briefs: Presswerkzeuge in der Kunststoff-technik, 2. Auflage (1962), Springer Verlag, Berlin/Göttingen/Heidelberg.
- Henning, A. H. und J. Zöhren: Lehrbildsammlung Kunststoff-technik, Teil 1, Carl Hanser Verlag, München (1963).
- Cornely, J.: Einführung in die Spritzgusstechnologie, VEB Deutscher Verlag für die Grundstoffindustrie, Leipzig (1965).
- Stoekchert, K.: Formenbau für die Kunststoff-Verarbeitung, 2. Auflage (1969). Carl Hanser Verlag, München.
- Mink, W.: Grundzüge der Spritzgusstechnik, 3. Auflage (1966). Zehner und Hüthig Verlag, Speyer/Wien/Zürich.
- Gastrow, H.: Beispielsammlung für den Spritzguss-Werkzeugbau. Carl Hanser Verlag, München (1966).
- Sors, L.: Werkzeuge für die Plastverarbeitung. VEB Verlag Technik, Berlin (1967).
- Rodenacker, W.: Toleranzen von Extruderzeugnissen und ihr Einfluss auf die Extruderkonstruktion. Werkstattstechnik 52 (1962), S. 571.
- Schenkel, G.: Kunststoff-Extrudertechnik. Carl Hanser Verlag, München (1963).
- Mink, W.: Grundzüge der Extrudertechnik. Zehner und Hüthig Verlag, Speyer/Wien/Zürich.
- Schiedrum, H. O.: Profilmwerkzeuge für das Extrudieren von PVC. Industrie-Anzeiger 90 (1968), Nr. 102, S. 17.
- Schaaf, W. und A. Hahnemann: Verarbeiten von Plastaen. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig (1968).
- Hauenstein, K.: Duroplastverarbeitungsmaschinen. Technische Rundschau 61 (1969), Nr. 27, S. 57.
- Schenkel, G.: Automatisierung in der Kunststoffindustrie. Werkstattstechnik — Z. ind. Fertigung 60 (1970), S. 1.
- Mirt, O.: Edelmstähle in der Kunststoffindustrie. Betrieb und Fertigung 5 (1951), S. 109 u. 145.
- Haufe, W.: Werkzeugstähle und ihre Wärmebehandlung. Winter'sche Verlagsbuchhandlung, Füssen.
- Hanson, C. C.: Tool Steels für the Moulding of Plastics. Metallurgie 56 (1957), September, S. 109.
- Haufe, W.: Stähle für Kunststoffpress- und Spritzformen. Der Plastverarbeiter, 9 (1958), S. 329 und 371.
- Jägersberger, J.: Zur Frage der Stahlauswahl für Kunststoff-Formwerkzeuge unter besonderer Berücksichtigung des Kalteisenkenns. Schweizer Archiv für angewandte Wissenschaft und Technik, 25 (1959), S. 439.
- Budde, G.: Speziell für Spritzgusswerkzeuge Wst. Nr. 2341. Der Plastverarbeiter, 12 (1961), S. 349.
- Für Kunststoffspritz- und Pressformen geeignete Stähle. Schweizer Maschinenmarkt (1962), Nr. 15, S. 59.
- Rapatz, F.: Die Edelmstähle. Springer Verlag, Berlin/Göttingen/Heidelberg (1962).
- Krebs, W.: Werkzeugstähle für die neuzeitliche Kunststoffverarbeitung. Kunststoff und Gummi, 2 (1963), S. 65.

44. Matz, W.: Stähle für Spritzgiesswerkzeuge aus: Lehrgangshandbuch »Spritzgiessen« des VDI-Bildungswerkes. VDI-Verlag, Düsseldorf.
45. Stahl und Eisen 85 (1965), S. 1610 (Umschau).
46. Werkstoff-Handbuch Stahl und Eisen, 4. Auflage 1965. Abschnitt P 85 »Stähle für Kunststoff-Verarbeitung«. Verlag Stahl-Eisen, Düsseldorf.
47. Classification and Selection of Tool Steels Metal Progress 90 (1966), August, S. 79.
48. Haufe, W.: Warmbehandlung von Kunststoffpress- und Spritzformen. Der Plastverarbeiter, 10 (1959), S. 98, 177, 209, 345.
49. Handbuch der Duferrit Härtetechnik, 9. Auflage 1955 mit Nachträgen 1958, 1963.
50. Albrecht, C.: Die Randoxydation von Einsatzstählen. Duferrit Hausmitteilungen, Heft 26 (1953), S. 3.
51. Hoppe, A.: Erfahrungen mit festen Kohlungsmitteln, insbesondere mit Duferrit-Kohlungs-Granulat. Duferrit Hausmitteilungen, Heft 26 (1953), S. 38.
52. Jonk, R.: Probleme der Oberflächengüte einsatzgehärteter Werkzeuge. Härtereitechn. Mitt. 18 (1963), S. 168.
53. Fischer, O. und W. Schnorr: Einsatzhärtung mit Aufkohlung in Pulver. Werkstattblatt 324, Carl Hanser Verlag, München (1964).
54. DIN 50190: Einsatzhärtungstiefe von Stahl (Entwurf 1967).
55. Stüdemann, H.: Wärmebehandlung von Stahl, Guss-eisen und Nichteisenmetallen, 2. Auflage (1967). Carl Hanser Verlag, München.
56. Wüning, J.: Weiterentwicklung der Gasaufkohlungstechnik. Härtereitechn. Mitt. 23 (1968), S. 101.
57. Wüning, J.: Carbomat C zum Messen und Regeln des C-Potentials von Ofenatmosphären. Druckschrift W7/21 der Fa. Aichelin, Korntal b. Stuttgart (1968).
58. Brandis, H.: Direkthärtung von Einsatzstählen. Klepzig Fachberichte (1968), S. 101, 179.
59. Schweizerische Fachgruppe für Wärmebehandlung: Die Wärmebehandlung von Bau- und Werkzeugstählen, Kapitel 8—12 und 21 a. Sonderdruck aus: Microtecnic XIX (1965), H. 3—6, XX (1966), H. 1; XXII (1968), H. 1.
60. Bleckmann, C. E.: Die Härtereitechnik. 7. Auflage 1969, Springer Verlag Berlin/Heidelberg/New York.
61. Wüning, J.: Gasaufkohlungsverfahren. Zwf 64 (1969), S. 456.
62. Finnen, B. und R. Jönson: Wärmebehandlung von Werkzeugen und Bauteilen. Carl Hanser Verlag, München (1969).
63. Neumann, F. und B. Person: Grundlegende metallurgische Zusammenhänge bei der Gasaufkohlung. Zwf 65 (1970), S. 60.
64. Winterer, K.: Korrosion bzw. korrosionsähnliche Oberflächenschädigungen bei oder im Zusammenhang mit einer Salzbadbehandlung. Duferrit Hausmitteilungen, Heft 38 (1966), S. 39.
65. Fischer, O. und W. Schnorr: Härten. Werkstattblatt 355, Carl Hanser Verlag, München (1965).
66. Schweizerische Fachgruppe für Wärmebehandlung: Die Wärmebehandlung von Bau- und Werkzeugstählen, Kapitel 4—8 und 17—19. Sonderdruck aus: Microtecnic XVIII (1964), H. 5 u. 6; XIX (1965), H. 1—3; XXI (1967), H. 2—5.
67. Berns, H.: Das Härten von massänderungsarmen Werkzeugstählen. Werkstattstechnik — Z. ind. Fertigung 59 (1969), S. 340.
68. Siwert, H.: Werkstoffe für Extruder und Extruder-Werkzeuge. Industrie-Anzeiger 84 (1962), S. 38.
69. Lucius, W.: Die Verarbeitung verstärkter Thermoplaste. Industrie-Anzeiger 91 (1969), S. 119.
70. Mc Candless, W.W. und G. Wahrburg: Verschleissfeste und korrosionsbeständige Zylinder und Schnecken für Kunststoff-Maschinen Industrie-Anzeiger 91 (1969), S. 577.
71. Gibbons, R. G.: Machinability of Heat-Treated Steel. Materials and Methods, 39 (1954), H. 1, S. 86/88.
72. Natschke, G.: Stähle im Werkzeugbau, ihre Bearbeitbarkeit und ihr Einfluss auf die Güte der Plastteile. Plaste und Kautschuk, 11 (1964), S. 682.
73. Werkstoff-Handbuch Stahl und Eisen, 4. Auflage 1965, Abschnitt T 33 »Spanende Formgebung«. Verlag Stahleisen, Düsseldorf.
74. Werkstoff-Handbuch Stahl und Eisen, 4. Auflage 1965, Abschnitt T 41 »Rauheit metallischer Oberflächen bei verschiedene Bearbeitung«. Verlag Stahleisen, Düsseldorf.
75. Maier, H.: Fräsen, Verfahren, Werkzeugeinsatz, Werkzeugpflege und Instandhaltung. Schriftenreihe »Rationalisieren« der Bundeskammer der Gewerblichen Wirtschaft, Wirtschaftsförderungsinstitut, Wien (1966)
76. Blaue TR-Reihe: Spangebende Werkzeugmaschinen (Heft 38). Hallwag-Verlag, Bern.
77. Blaue TR-Reihe: Schleifen und Werkzeugschleifen (Heft 60) Hallwag-Verlag, Bern.
78. Blaue TR-Reihe: Fräsen und Verzahnen I (Heft 66). Hallwag-Verlag, Bern.
79. Vieregge, H.: Zerspanung der Eisenwerkstoffe. 2. Auflage 1970. Verlag Stahleisen GmbH, Düsseldorf.
80. Logozzo, A. W.: Polieren von Presswerkzeugen. Plaste und Kautschuk, 6 (1959), S. 482.
81. Sidan, H.: Kalteinsinken von Stählen für Kunststoff-Formwerkzeuge. Technische Rundschau 61 (1969), Nr. 37, S. 11, Nr. 40, S. 33.
82. VDI Fachgruppe Betriebstechnik, Ausschuss Elektroerosive Bearbeitung: Gliederung und Begriffsbestimmungen der elektroerosiven Bearbeitung. Werkstattstechnik 49 (1959), S. 452.
83. Rüdiger, O. und Winkelmann, A.: Gefügebeeinflussung und Oberflächengüte bei der elektroerosiven Bearbeitung. Jb. Oberflächentechnik 16 (1960), S. 53.
84. Wiese, H.: Anwendungsmöglichkeiten der Funkenerosion im Werkzeugbau. Zwf 59 (1964), S. 270.
85. Rüdiger, O. und Winkelmann, A.: Elektroerosive Bearbeitung — Grundlagen und Verfahrenskennwerte. Industrie-Anzeiger 86 (1964), S. 1654.
86. Kreher, P.—J.: Abtragende Bearbeitungsverfahren. Blech (1964), S. 666.
87. Schekulin, K.: Der funkenerosive Metallabtrag mit impuls-gesteuertem Generator. Werkstattstechnik 55 (1965), S. 53.
88. Rhyner, H.: Impulsgeneratoren für die elektroerosive Metallbearbeitung. Technische Rundschau 57 (1965), Nr. 37 und Nr. 39.
89. Ganser, K.: Elektroerosive Bearbeitung — Richtlinie VDI 3400. Werkstattstechnik 57 (1966), S. 363.
90. VDI Richtlinie 3400: Elektroerosive Bearbeitung (1965).
91. Ullmann, W.: Zusammenhang zwischen den elektrischen Parametern von gesteuerten transistorisierten Impulsgeneratoren und den technologischen industriellen Anwendungen der Funkenerosionsbearbeitung. Die elektrische Ausrüstung (1967), S. 3.
92. Ullmann, W.: Zusammenhang zwischen den physikalischen und elektrischen Parametern bei der Funkenerosion. Technische Rundschau 59 (1967), Nr. 25.
93. The Techniques and Practice of Spark Erosion Machining. Sparcatron LTD, Tuffley Crescent, Gloucester, England (1967).
94. Nassovia-Informationen: 100 Arbeitsbeispiele aus 1000 + 1 Funkenerosionsproblemen.
95. Kämmerer, K.: Möglichkeiten der Leistungssteigerung von Werkzeugen der spanenden und spanlosen Formgebung durch geeignete Werkstoffauswahl und Schwachstellenbeseitigung. Zwf 63 (1968), S. 223.
96. Shah, R. und Sandford, J. E.: Electrical Machining Finds Productions Jobs. Iron Age Metalworking International (1969), April, S. 27.
97. Winkelmann, A.: Elektroerosive und elektrochemische Bearbeitungsverfahren. Techn. Mitt. Krupp-Werksberichte 27 (1969), S. 53.
98. Köhn, R.: Funkenerodieren von Werkstücken und Werkzeugen. Werkstattstechnik 59 (1969), S. 111.

99. Haberstick, M.: Funkenerosionsmaschinen im Einsatz. Technische Rundschau 61 (1969), Nr. 24, S. 7.
100. Schadack, P.: Funkenerosive Metallbearbeitung — Anwendungsmöglichkeiten für Kaltumformwerkzeuge. Draht-Welt 55 (1969), Beilage Schrauben, Muttern, Formteile, S. 453.
101. Krabacher, E.: How We Will Machine. Metall Progress, Vol. 96 (1969), Oktober, S. 177.
102. Orth, H., Kurz, G., Faller, A. u. Grimm, J.: Die Korrosion funkenerodierter Stähle. Metalloberfläche 23 (1969), S. 353.
103. Rauhgigkeit von funkenerosiv bearbeiteten Oberflächen. Technische Rundschau 62 (1970), Nr. 37, S. 31.
104. Gaisser, H.: Versuche und Beobachtungen an Funkenerodiermaschinen. Werkstattstechnik, Zeitschrift f. industrielle Fertigung 60 (1970), S. 581.
105. Praxis der funkenerosiven und elektrochemischen Bearbeitung (Tagungsberichte). Draht 21 (1970), S. 783.
106. Schmidt-Ott, N.: Elektroerosive und elektrochemische Bearbeitung. Technische Rundschau 62 (1970), Nr. 50, S. 33.
107. Faust, C. L. und Snively, C. A. Electroshaping: New Process Speeds Metall Removal. The Iron Age, Vol. 186 (1960), November 3., S. 77.
108. Elektrisch abtragende Bearbeitung (Tagungsberichte). Werkstattstechnik, Zeitschrift für industrielle Fertigung 61 (1971), S. 186.
109. Eshelman, R. H.: ECM Attains Production Status. The Iron Age, Vol. 190 (1962), July 12, S. 109.
110. Kubeth, H. und H. Heitmann: Elektrochemisches Senken, ein neues abtragendes Verfahren zur Metallbearbeitung. Industrie-Anzeiger 85 (1963), S. 975.
111. Kubeth, H.: Elektrochemische Bearbeitung — Grundlagen und Verfahrenskennwerte. Industrie-Anzeiger 86 (1964), S. 1661.
112. Kubeth, H. und H. Heitmann: Einflussgrößen und Arbeitsergebnisse beim elektrochemischen Senken. Industrie-Anzeiger 87 (1965), S. 665.
113. Electrochemical Machining Advances. Metallurgia, Vol. 73 (1966), January, S. 15.
114. Beyer, K.: Elektrochemische Metallbearbeitung. Metalloberfläche 20 (1966), S. 88.
115. Cross, J. G.: Electrical Machining as it applies to ECM. Technical Paper ASME, SP 62—32.
116. Wilkinson, B. und Warburton, P.: ECM Works on Turbine Blades. Iron Age Metallworking International (1967), März, S. 26.
117. Bonga, B.: Elektrochemische Metallbearbeitung. Technische Rundschau 63 (1971), Nr. 19, S. 13.
118. Eilender, W., Mintrop, R. und Au, R.: Elektrolytisches Polieren von Stahl und Stahlegierungen und seine technische Anwendung. Metalloberfläche 2 (1950), S. B 81.
119. Werkstoff-Handbuch Stahl und Eisen, 4. Auflage 1965: Abschnitt T 61 »Elektrolytisches Polieren von Stahl«. Verlag Stahleisen, Düsseldorf.
120. Eysell, F. W.: Das Korrosionsverhalten weichnitrierter Stähle. Durferrit Hausmitteilungen, Heft 33 (1960), S. 26.
121. Kettmann, A., W. Stuhlmann: Einfluss des Badnitrierens auf einige physikalische Eigenschaften von Stählen. Härte. Techn. Mitt. 16 (1961), S. 50.
122. Winterer, K.: Tenifer-Behandlung von Spritzformen für thermoplastische Massen. Durferrit-Hausmitteilungen, Heft 34 (1962), S. 82.
123. Heinen, H.: Die Tenifer-Behandlung als verzugsarme Wärme- und Oberflächenbehandlung zum Erreichen optimaler Werkzeugleistung. ZwF 59 (1964), S. 110.
124. Winterer, K.: Tenifer-Behandlung von Zieh- und Biegewerkzeugen. Durferrit Hausmitteilungen, Heft 36 (1964), S. 24.
125. Finnern, B.: Badnitrieren von Werkstücken. Werkstattblatt 302. Carl Hanser Verlag, München (1964).
126. Finnern, B.: Badnitrieren von Werkzeugen. Werkstattblatt 316. Carl Hanser Verlag, München. (1964).
127. Wiedmann, H.: Gasnitrieren. Werkstattblatt 330. Carl Hanser Verlag, München. (1964).
128. Eysell, F. W.: Über das Badnitrieren von Werkzeugen. Werkstatt und Betrieb, 98 (1965), S. 273.
129. Finnern, B.: Bad- und Gasnitrieren. Carl Hanser Verlag, München (1965).
130. Werkstoff-Handbuch Stahl und Eisen, 4. Auflage 1965. Abschnitt T512 »Nitrieren«. Verlag Stahl-Eisen, Düsseldorf.
131. Felgel-Farnholz, O., H. Sidan: Einfluss von Legierung, Härtetemperatur, Nitriertemperatur und Nitrierdauer auf die Oberflächen- und Kernhärte bei Kaltarbeitsstählen vom Typ X 210 Cr 12 nach Salzbadnitrierung. Stickstoff in Metallen, S. 196. Akademie-Verlag, Berlin (1965).
132. Kölbel, J.: Die Nitrischichtbildung bei der Glimmnitrierung. Forschungsbericht des Landes NRW Nr. 1555. Westdeutscher Verlag, Opladen (1965).
133. Sidan, H.: Nitrieren von rost- und säurebeständigen Stählen. Technische Rundschau, 58 (1966), Nr. 24, S. 9; Nr. 28, S. 3; Nr. 42, S. 33.
134. Schweizerische Fachgruppe für Wärmebehandlung: Die Wärmebehandlung von Bau- und Werkzeugstählen. Kapitel 14a, 14b, 21a. Sonderdruck aus: Microtecnic XX (1966), H. 3—5. XXII (1968), H. 1.
135. Razim, C.: Über die Möglichkeiten und Grenzen der Badnitrierbehandlung von Baustählen. ZwF 62 (1967), S. 439.
136. Kunze, E., H. Brandis: Nitrieren von Stählen mit hohem Kohlenstoffgehalt. Draht-Welt 53 (1967), S. 178.
137. Sidan, H.: Nitrierte Stähle für Kaltarbeitswerkzeuge. Technische Rundschau, 59 (1967), Nr. 41, S. 35.
138. Degussa: »Tenifer« - Behandlung von Spritzformen für thermoplastische Massen und PVC. »Tenifer« - Mitteilungen 8/67.
139. Hauch, W.: Ionitrieren — ein Verfahren der Oberflächenbehandlung von Eisenwerkstoffen. TZ f. prakt. Metallbearb. 63 (1969), S. 489.
140. Eysell, F. W.: Leistungssteigerung bei Werkzeugen durch Tenifer-Behandlung. ZwF 64 (1969), S. 577.
141. Kläuser, J.: Ionitrierverfahren in der Maschinenindustrie. Maschinenmarkt 75 (1969), S. 794.
142. Klöckner Ionon GmbH: Ionitrieren — Grundlagen, Verfahrens-technologie, Anlagen. Klöckner Ionon-Mitteilung Nr. 1 (April 1969).
143. Kläuser, J.: Ionitrieren. Werkstattblatt 513. Carl Hanser Verlag, München (1970).
144. Keller, K.: Erweiterte konstruktive Möglichkeiten durch partielles Ionitrieren. Industrieanzeiger 92 (1970), Ausgabe »Behandlung und Schutz von Oberflächen, Nr. 68 v. 18. 8. 1970.
145. Klöckner Ionon GmbH: Ionitrieren von Teilen für Kunststoff-Verarbeitungsmaschinen. Klöckner Ionon-Mitteilung Nr. 2 (März 1970).
146. Rademacher, L.: Einfluss des Nitrierens auf die Eigenschaften verschiedener Stähle. Vortrag beim XXVI. Härtereikolloquium 1970, Wiesbaden.
147. Keller, K.: Schichtaufbau glimmitrierter Eisenwerkstoffe. Vortrag beim XXVI. Härtereikolloquium 1970, Wiesbaden.
148. Eysell, F. W.: Der Unterschied zwischen Gasnitrieren und »Teifner« - Behandlung. Österr. Ingenieur-Zeitschrift 13 (1970), S. 204.
149. Degussa: Nachbehandlung »Tenifer« - behandelte Bauteile. »Tenifer« - Mitteilungen, 18/70.
150. Birk, P.: Neue Erkenntnisse über den Aufbau von Nitrierschichten. Härterei-Techn. Mitt. 25 (1970), S. 185.
151. Keller, K.: Aus der Ionitrierpraxis. Technische Rundschau, 63 (1971), Nr. 4, S. 29.
152. Keller, K.: Ionitrieren von Schnecken aus Nitrierstählen und ähnlichen Werkstoffen für Extruder- und Spritzgießmaschinen. Plastverarbeiter, Heft 8 (1971).

ZUSAMMENFASSUNG

Anfangs ist im kurzen das Gebiet der Kunststoff-industrie mit einem Überblick über die Produktionsweise, und einer Klasifikation der Erzeugnisse nach den technologischen Eigenheiten beschrieben. Die einzelnen Stahlsorten sind in Hinsicht auf die Gebrauchseigenheiten systematisch in fünf Gruppen eingeteilt. In der Fortsetzung werden nach diesen Gruppen die Stahleigenschaften, deren Anwendbarkeit die Besonderheiten bei der Wärmebehandlung,

Möglichkeiten für die Oberflächenveredelung und anderes behandelt. In der kurzen Zusammenfassung ist eine Übersicht der Eigenschaften gegeben, welche von derartigen Werkzeugen verlangt werden.

Dieses Gebiet ist äusserst breit. Es ist nicht möglich im Artikel die Einzelheiten und die ganz engen Besonderheiten, wenn auch diese mehrmals von entscheidender Bedeutung sind, eingehend zu behandeln.

SUMMARY

Review of production methods and classification of products according to technological characteristics in industry of plastics is shortly shown in the introduction. Due to characteristic conditions of use basic systematics in selection of steels by distribution of single steel types into five groups is presented. Steel properties, usability of steels, specialities in heat treatment, possibilities for surface

improvements, etc. are discussed for single groups. In short summary review of properties of steels needed for such tools are given.

This field is extremely wide therefore the paper cannot treat the details and narrow specialities which are often decisive. But an extensive literature review is given.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Приводится короткий просмотр области производства синтетических масс, технологии этой отрасли производства и классификация изделий на основании их технологических свойств. Что касается особенности условий употребления масс приведена основная систематика при выборе стали при чём все сорта стали применимы в этой отрасли промышленности распределены в 5 групп. Поэтому свойства третируемых сталей, их употребление,

характеристики термообработки, возможность улучшения поверхности и пр., рассмотрены по группам. Также приведен обзор свойств которым должны отвечать изготовленные приборы. Вследствии обширности этой области изделия не было возможности привести подробности и узкой специальности применения, поэтому подан обширный обзор технической литературы.

Vpliv ogljika, silicija in kokilnega vzorca na debelino bele plasti pri valjih

Za 80 valjev za tanko pločevino so bili zbrani arhivski podatki, na podlagi katerih je bila izdelana statistična analiza regresije med belo plastjo na valju kot odvisno spremenljivko in vsebnostjo ogljika in silicija ter belo plastjo na kokilnem vzorcu kot neodvisnimi spremenljivkami. Najprej je bila izračunana enačba regresije z vsemi važnejšimi statističnimi parametri za odvisnost $(C + 2Si)$. 100 — bela plast valja, nato za odvisnost kokilni vzorec — bela plast valja in končno enačba regresije z dvema neodvisnima spremenljivkama.

Rezultati so pokazali, da je z obema vplivnima faktorjema, t. j. $C + Si$ in kokilnim vzorcem pojasnjeno samo 50,4 % variacij bele plasti na valju. To postavlja pred livarske tehnologe zahtevo, da držijo vse druge tehnološke parametre, ki vplivajo na tvorbo bele plasti, čimbolj konstantne.

Obvladovanje in zadetje ustrezne bele plasti pri trdih litoželeznih valjih je livarjem že od nekdaj povzročalo veliko preglavic. Vsakdo, ki se je znašel pred nalogo, da vliwa trde valje, je kaj hitro prišel do spoznanja, da se ni mogoče zanesti niti na literaturne podatke, niti na recepte iz prakse, ko se je bilo potrebno odločiti za ulivanje na podlagi kemične analize pripravljene taline in na podlagi kokilnega vzorca. Nastajale so dileme ne samo spričo dejstva, da je ista kemična analiza dajala enkrat pretrd, drugič premehak valj, temveč pogosto tudi, kako ukrepati, ko sta si kokilni vzorec in kemična nasprotovala, ko je eden nakažoval, da se bo litina strdila belo, drugi pa, da lahko pričakujemo premajhno belo plast. Danes so težave z zadetjem bele plasti že v precejšnji meri izginile z dnevnega reda, ker se klasični valji umikajo na modernih valjarniških progah drugim tipom valjev: dvoslojnim, poljeklenim, nodularnim in valjem z nedoločeno trdo plastjo. Kljub temu je zanimivo pogledati skozi prizmo matematične statistike s kakšnimi problemi so se ukvarjali livarji valjev, ki so si prizadevali izdelati valj z belo plastjo v mejah predpisanih toleranc in kako lahko njihove težave prikažemo s parametri matematične statistike. Taka statistična analiza se je v Železarni ponujala takorekoč sama od sebe in to iz več razlogov. Prvič, vrsta livarskih strokovnjakov železarne se je ukvarjala z valji in se ob njih seznanjala s trdo livarsko prakso, drugič, prav za valje ali natančneje pločevinske valje, je zbrano več tehnične dokumentacije, kot pri

drugi livarski proizvodnji in tretjič, v omejenem obsegu se ti valji še vedno izdelujejo. In končno, tudi pri novih tipih valjev nastopajo problemi podobnega značaja, v katere bi bilo potrebno sistematično poseči z metodami matematične statistike.

Za pričujočo statistično analizo je bil uporabljen arhivski material za pločevinske valje, vlite iz plamenične peči v času od 26. 10. 1965 do 4. 3. 1969, to je iz časa, ko so bili te vrste valji še več ali manj redno na proizvodnem programu. Ker je privzeto iz razumljivih razlogov, da je tip valja konstanta, so v analizi zajeti samo ene vrste valji in sicer za vroče valjanje tanke pločevine, dimenzije 750×1300 mm. Podatki so bili zbrani za skupno 80 valjev, kar je torej statistična velikost vzorca. Namen analize je ugotoviti medsebojno odvisnost kemične analize, natančneje ogljika in silicija, bele plasti na kokilnem vzorcu in bele plasti na valju.

Metalurgija proizvodnje valjev se prične in konča s kemično analizo. Pri izbiri vložka in gatiranju je osnovna orientacija vsebnosti ogljika in silicija, ki morata biti izbrana tako, da lahko ob strjevanju na kokili računamo na tvorbo ustrezne bele plasti, upoštevajoč pri tem odgore ali porast obeh elementov v talilni peči. Prav tako je vsebnost ogljika in silicija zadnja orientacija pred izpustom taline iz peči. Istočasno z vzorcem za kemično analizo se vzame tudi kokilni vzorec. Po debelini bele plasti na vzorcu sklepamo na belo plast na valju. Znano je, da ogljik in silicij belo plast na valju zmanjšujeta, medtem ko ostali elementi, ki naj bi bili čimbolj konstantni, t. j. mangan, fosfor in žveplo, belo plast povečujejo. Zato govorimo, da sta ogljik in silicij v sivi litini grafitotvorna elementa, ostali so karbidotvorni. Učinek prvih dveh je izrazitejši in ima predvsem silicij vlogo regulatorja bele plasti. V praksi livarji ukrepajo tako, da pred izpustom iz peči ocenijo po kokilnem vzorcu in vsebnosti ogljika in silicija, kako se bo talina strjevala. Če smatrajo, da bo bela plast na valju pregloboka, dodajo običajno ferosilicij, če pa predvidevajo preveč »mehko« litino, žilavijo talino v peči ali dodajo karbidotvorce, predvsem žveplo in telur. Seveda zahteva tako ocenjevanje velike izkušnje in dobro poznavanje lastnosti vložka in karakteristik talilnega agregata, vedno pa je v nevarnosti, da je podvrženo subjektivnim presojam. Zato naj bi pričujoča statistična analiza pokazala tudi, kakšne možnosti zadetja bele plasti imajo

livarji, kadar ocenjujejo karbidotvornost taline po enem in drugem vzorcu, rezultati pa naj bi služili za konstrukcijo ustreznega diagrama (nomograma), ki bi dal možnost za operat. ukrepanje na bolj tehnični osnovi, kot so ocene po občutkih in boljših ali slabših refleksih vodje taljenja.

Statistično vzeto naloga ni tako obsežna, da bi zahtevala uporabo računalnika, je pa zanimiva v toliko, ker ima opraviti z dvema neodvisnima spremenljivkama, ki sta s svoje strani med seboj odvisni.

Pri opazovanih valjih je pripomniti, da so bili uliti deloma iz 25, deloma iz 30 tonske plamenične peči in da se je za vložek uporabljalo 5 različnih vrst grodlja (Štore specialno, ruski beli, kanadski Sorell, švedski lesni in avstralski grodelj) in zlomnina pločevinskih valjev različnega porekla.

BIVARIANTNA DISTRIBUCIJA (C + 2 Si) 100 — BELA PLAST VALJA

Oba elementa C in Si nista obravnavana ločeno, temveč v vsoti tako, da se silicij upošteva dvakratno. Silicij je namreč močnejši grafitotvorec od ogljika in se za njun skupni učinek običajno jemlje akvivalent C + 2 Si¹.

Podatki za 80 valjev so bili razdeljeni v 7 razredov odvisne spremenljivke (bela plast valja) in 7 razredov neodvisne spremenljivke (C + 2 Si). Pri C + 2 Si so procenti pomnoženi s sto, tako, da dobimo pri valju z npr. 2,83 % C in 0,75 % Si, 283 + 2 × 75 = 433 enot. Širina razreda je tu 17 enot, pri debelini bele plasti pa je 5 mm.

Enačba regresije je računana kot linearna, ker se je po nekaj poskusih pokazalo, da daje glede na napako predvidevanja in znotraj interesantnega območja bele plasti zadovoljivo natančnost, čeprav je sicer jasno, da odvisnosti pri nizki in visoki beli plasti odstopajo od linearnosti. Pripomniti je tudi, da so po arhivskih podatkih razlike med debelino bele plasti pri zgornjem in spodnjem čepu, kakor tudi med eno in drugo stranjo valja ob istem čepu in je zato privzeta srednja vrednost.

% (C + 2 Si) 100 = x

Tabela 1. Distribucija C + 2Si — bela plast valja

	346— 362	363— 379	380— 396	397— 413	414— 430	431— 447	448— 464
33—37	2			1			
28—32		1	1				
23—27		1	2				
18—22		1	5	4	1		
13—17			5	4	4	1	
8—12			7	12	8	7	2
3—7			1	3	5	2	

Bela plast valja mm = y

Iz tabele izračunamo po znanih postopkih

$$\begin{aligned} \Sigma f_i &= 80, c_x = 17, c_y = 5 \\ \Sigma f_i x \Delta_i x &= 11, \Sigma f_i y \Delta_i y = -113 \\ \Sigma f_i x \Delta_i^2 x &= 127, \Sigma f_i y \Delta_i^2 y = 295 \\ \Sigma (\bar{x}_i - x)^2 &= 36269,5, \Sigma (y_i - \bar{y})^2 = 3387,5 \\ \Sigma (x_i - x)(y_i - y) &= -6584 \end{aligned}$$

Iz gornjih izrazov dobimo naslednje statistične parametre:

Srednje vrednosti:

$$\begin{aligned} \bar{x} &= M_x + \frac{\Sigma f_i x \Delta_i x \cdot c_x}{n} = 405 + \frac{11}{80} \cdot 17 = 407,35 \\ \bar{y} &= M_y + \frac{\Sigma f_i y \Delta_i y \cdot c_y}{n} = 20 - \frac{113}{80} \cdot 5 = 12,86 \text{ mm} \end{aligned}$$

Koeficient korelacije:

$$r = \frac{\Sigma (x_i - \bar{x}) \cdot (y_i - \bar{y})}{\sqrt{\Sigma (x_i - \bar{x})^2 \cdot \Sigma (y_i - \bar{y})^2}} = -\frac{6584}{\sqrt{36269,5 \cdot 3387,5}} = -0,595$$

Koeficient determinacije:

$$r^2 = (-0,595)^2 = 0,35$$

Koeficient regresije:

$$b = \frac{\Sigma (x_i - \bar{x}) \cdot (y_i - \bar{y})}{\Sigma (x_i - \bar{x})^2} = -\frac{6584}{36269,5} = -0,181$$

Rezidualna varianca regresije:

$$S^2_{xy} = \frac{\Sigma (y_i - \bar{y})^2 - b \Sigma (x_i - \bar{x}) \cdot (y_i - \bar{y})}{n - 2} = \frac{3387,5 + 0,181 \cdot 6584}{78} = 27,8$$

Napaka predvidevanja:

$$S_{yx} = \sqrt{S^2_{yx}} = \sqrt{27,8} = 5,27$$

Standardna deviacija za x in y

$$\begin{aligned} S_x &= \sqrt{\frac{\Sigma (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{36269,5}{79}} = 21,4 \\ S_y &= \sqrt{\frac{\Sigma (y_i - \bar{y})^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{3387,5}{79}} = 6,44 \end{aligned}$$

Enačba regresije:

$$\begin{aligned} a &= \bar{y} - b\bar{x} = 12,86 + 0,181 \cdot 407,35 = 86,59 \\ y &= 86,59 - 0,181x \end{aligned}$$

Interpretacija rezultatov: Koeficient korelacije je -0,595 in je višji od kritične vrednosti za 99 procentov stopnjo verjetnosti in 79 prostostnih stopenj, kajti ustrežna tabela kaže vrednost 0,293. Praktično to pomeni, da obstoji pomembna medsebojna zveza med x in y, ali v našem slučaju med kemično analizo (C + 2 Si) in belo plastjo na valju.

Koeficient determinacije, ki znaša 0,35, nam pove, kolik delež variacij (razsipanja, sprememb, nihanja) bele plasti na valju je pripisati kemični analizi (C + 2 Si). Delež je sicer relativno visok in kaže, enako kot koeficient korelacije, na močno medsebojno odvisnost, je pa najbrž nižji od tistega, ki bi ga pričakoval tehnolog z nezadostno prakso pri ulivanju valjev in ki bi se opiral v glavnem na diagrame iz strokovne literature.

Isto konstatacijo nam v drugi obliki posreduje napaka predvidevanja. Če namreč dobljeni rezultat pomnožimo z ustreznim številom po Studentovi distribuciji verjetnosti za 80—1 prostostnih stopenj, dobimo **meje natančnosti**:

$$y = y' \pm 1,99 \cdot 5,27 = y' \pm 10,5 \text{ mm}$$

To pomeni, da opirajoč se na kemično analizo (C + 2 Si), lahko zadenemo debelino bele plasti na valju le znotraj toleranc $\pm 10,5$ mm ali z drugimi besedami, v območju, ki je široko 21 mm. Če računamo, da se giblje spremenljivka ali predpisana bela plast na valju med 8 in 20 mm, to praktično pomeni, da pri istem C + 2 Si lahko dobimo dober, premehak ali pa pretrd valj. Tudi v idealnem slučaju, če imamo (C + 2 Si) · 100 v sestavi, ki po enačbi ustreza sredini med dopustno zgornjo in spodnjo mejo bele plasti (14 mm) in ki je:

$$14 = 86,59 \text{ g} - 0,181 x$$

$$x = \frac{86,59 \text{ g} - 14}{0,181} = 401$$

dobimo, upoštevajoč Studentovo distribucijo verjetnosti pri že omenjenih pogojih, da bo verjetnost uspeha le:

$$1,99 \cdot \frac{12}{21} = 1,13$$

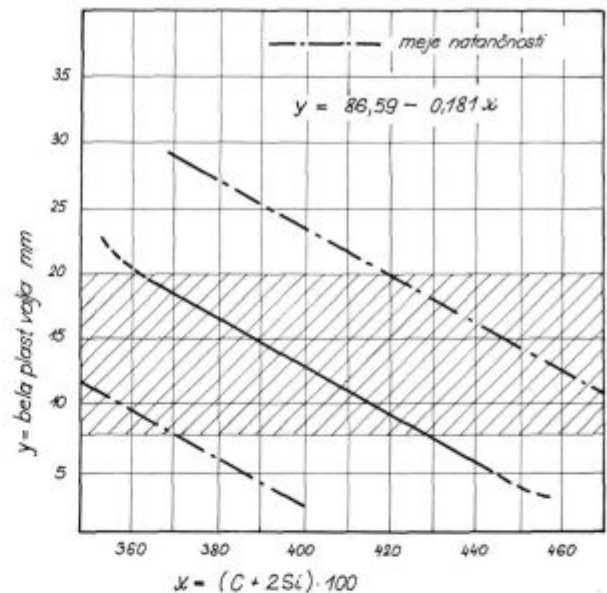
ali 73 procentna stopnja verjetnosti. To praktično pomeni, da lahko računamo, da bo tudi v slučaju, če nam uspe, da držimo C + 2 Si konstantno 401, vsaj vsak četrti valj izmeček zaradi neustrezne bele plasti. Vsako nihanje analize to možnost seveda še povečuje. Tak rezultat nam torej matematično ilustrira nemoč livarskega tehnologa, da bi obvladal debelino bele plasti v slučaju, ko bi se oslanjal izključno na analizo ogljika in silicija, ki jo je dobil iz kemičnega laboratorija pred izpustom železa iz peči.

Enačbo regresije (C + 2 Si) · 100 — bela plast valja z vrisanimi mejami natančnosti in označenim pasom ustrezne bele plasti, nam ponazarja diagram 1.

BIVARIANTNA DISTRIBUCIJA KOKILNI VZOREC EC — BELA PLAST VALJA

Kokilni vzorci so bili ocenjeni po fotografijah prelomov. Ker je bilo zaradi različno osvetljenih fotografij in zato, ker so prelomi vzorcev za plo-

Diagram 1. Odvisnost bele plasti na valju od ogljika in silicija



čev. valje že skoraj popolnoma beli, težko odmeriti debelino bele plasti, so bili vzorci razdeljeni v 5 tipov in sicer:

tip I: vzorec s prvimi sivimi pikami pod 25 mm od roba

tip II: vzorec s prvimi sivimi pikami med 25 in 40 mm od roba

tip III: vzorec z belo osnovo in izrazitejšim sivim jedrom

tip IV: vzorec z belo osnovo in manj izrazitim sivim jedrom

tip V: popolnoma bel vzorec.

Dimenzije vzorcev so 130 × 130 × 35 mm. Podatki za belo plast valjev so bili enako kot v prejšnjem slučaju razdeljeni na 7 razredov. Vzorec je kot druga neodvisna spremenljivka označen s z.

Tip kokilnega vzorca = z

Tabela 2. Distribucija kokilni vzorec — bela plast valja

	I	II	III	IV	V
	33—37			2	1
	28—32			2	
	23—27		1	2	
Bela plast valja	18—22		3	8	
mm = Y	13—17	2	9	3	
	8—12	14	17	5	
	3—7	6	4	1	

Iz tabele smo dobili:

$$\Sigma f_i = 80, c_z = 1, c_y = 5$$

$$\Sigma f_i z \Delta_i z = -8, \Sigma f_i y \Delta_i y = -113$$

$$\Sigma f_i z \Delta_i^2 z = 70, \Sigma f_i y \Delta_i^2 y = 295$$

$$\Sigma (z_i - \bar{z})^2 = 69,2, \Sigma (y_i - \bar{y})^2 = 3387,5$$

$$\Sigma (z_i - \bar{z})(y_i - \bar{y}) = 308,5$$

Iz gornjih izrazov izračunamo statistične parametre:

Srednji vrednosti:

$$\bar{z} = M_z + \frac{\Sigma f_i z \cdot \Delta_i z \cdot c_z}{n} = 3 - \frac{8}{80} = 2,9$$

$$\bar{y} = 12,86 \text{ mm (izračunana že prej)}$$

Koeficient korelacije:

$$r = \frac{\Sigma (z_i - \bar{z})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\Sigma (z_i - \bar{z})^2 \Sigma (y_i - \bar{y})^2}} = \frac{308,5}{\sqrt{69,2 \cdot 3387,5}} = 0,635$$

Koeficient determinacije:

$$r^2 = 0,635^2 = 0,403$$

Koeficient regresije:

$$b = \frac{\Sigma (z_i - \bar{z})(y_i - \bar{y})}{\Sigma (z_i - \bar{z})^2} = \frac{308,5}{69,2} = 4,46$$

Rezidualna varianca regresije:

$$S_{yz}^2 = \frac{\Sigma (y_i - \bar{y})^2 - b \Sigma (z_i - \bar{z})(y_i - \bar{y})}{n - 2} = \frac{3387,5 - 4,46 \cdot 308,5}{78} = 25,3$$

Napaka predvidevanja:

$$S_{yz} = \sqrt{S_{yz}^2} = \sqrt{25,3} = 5,03$$

Standardna deviacija za z in y:

$$S_z = \sqrt{\frac{\Sigma (z_i - \bar{z})^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{308,5}{79}} = 1,94$$

$$S_y = 6,44 \text{ (izračunana že prej)}$$

Enačba regresije:

$$a = \bar{y} - b\bar{z} = 12,86 - 4,46 \cdot 2,9 = -0,07$$

$$y = -0,07 + 4,46 z$$

Interpretacija rezultatov: Koeficient korelacije je 0,635 in je višji od kritične vrednosti 0,283 po tabeli in tudi višji od vrednosti, ki smo jo dobili pri binominalni distribuciji (C + 2 Si) . 100 — bela plast valja. Odvisnost med belo plastjo na kokilnem vzorcu in belo plastjo na valju je torej močnejša, kot odvisnost med kemično analizo (ogljik in silicij) in belo plastjo na valju. V skladu s tem je tudi koeficient determinacije višji in kaže, da je 40,3 % variacij bele plasti pojasnjeno s spremembami na kokilnem vzorcu.

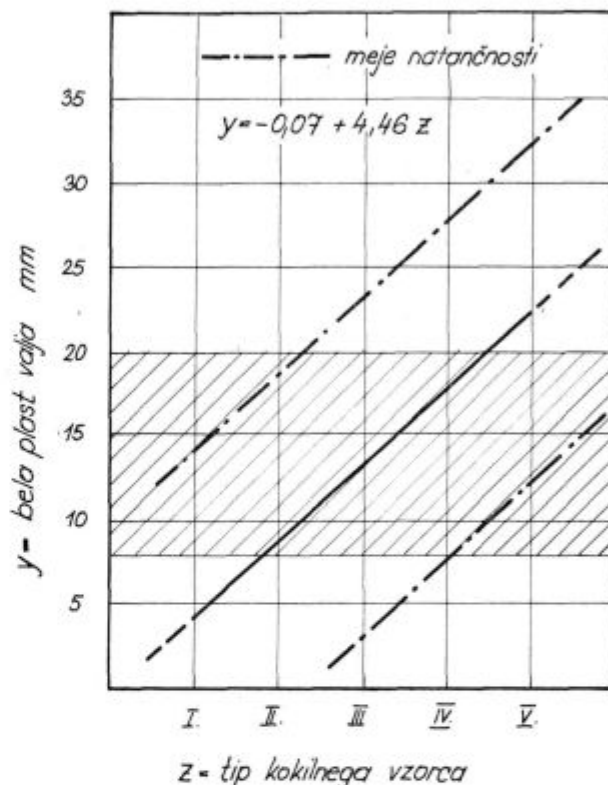
Meje natančnosti so:

$$y = y' \pm 1,99 \cdot 5,03 = y' \pm 10 \text{ mm}$$

Uporaba kokilnega vzorca za zadetje bele plasti na valju je, po rezultatih sodeč, nekoliko zanesljivejša od kemične analize, nikakor pa še ne nudi dovolj garancije za zanesljivo delo.

Enačbo regresije kokilni vzorec — bela plast valja z vrisanimi mejami natančnosti in črtkanim pasom ustrezne bele plasti nam kaže diagram 2.

Diagram 2. Odvisnost bele plasti na valju od tipa kokilnega vzorca.



TRIVARIANTNA DISTRIBUCIJA (C + 2 Si) . 100 — KOKILNI VZOREC — BELA PLAST

V tem slučaju obravnavamo (C + 2 Si) . 100 in kokilni vzorec kot neodvisni, belo plast valja pa kot odvisno spremenljivko. Če bi bila C + 2 Si in kokilni vzorec med seboj neodvisna, bi lahko vplive obeh kratkomalo sešteli. Tak slučaj imamo, če raziskujemo n.pr. vplive posameznih elementov na mehanske lastnosti jekla. Tročlenska enačba obdrži v tem slučaju iste koeficiente regresije, kot jih dobimo pri računanju zveze za vsak posamezen element. V slučaju naše trivariantne distribucije pa lahko že v naprej sklepamo, da imamo opraviti z močno medsebojno odvisnostjo med ogljikom in silicijem na eni in kokilnim vzorcem na drugi strani. Morda se ne bomo preveč zmotili, če na osnovi analogije predpostavimo, da je ta zveza približno tako močna, kot tista med C + Si in belo plastjo valja. Iz tega razloga lahko pričakujemo, da bosta oba koeficienta manjša,

kot smo jih našli pri bivariantnih distribucijah in da koeficient determinacije ne bo enostavna vsota obeh vplivov, temveč bo manjši.

Pri računanju označimo:

y = odvisna spremenljivka — bela plast valja
 x = 1. neodvisna spremenljivka — $(C + 2Si) \cdot 100$
 z = 2. neodvisna spremenljivka — kokilni vzorec
 a = konstanta v enačbi regresije
 b_1 = koeficient regresije za x
 b_2 = koeficient regresije za z

Poleg že preje izračunanih statističnih izrazov potrebujemo še izraz:

$$\Sigma(x_i - \bar{x})(z_i - \bar{z})$$

ki prikazuje zvezo med neodvisnima spremenljivkama. Izračunamo ga iz tabele 3.

Tip kokilnega vzorca = z

Tabela 3. Distribucija kokilni vzorec — $(C + 2Si) \cdot 100$

	I	II	III	IV	V
346—362	2				
363—379	2	4	3	1	
380—396		8	8	2	
$(C + 2Si) \cdot 100 = x$					
397—413	1	4	12	7	
414—430		4	9	8	
431—447			1	2	
448—464				1	1

$$\Sigma(x_i - \bar{x})(z_i - \bar{z}) = 811,3$$

Konstanto in oba koeficienta izračunamo iz enačb:

$$b_1 \Sigma(x_i - \bar{x})^2 + b_2 \Sigma(x_i - \bar{x})(z_i - \bar{z}) = \Sigma(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})$$

$$b_1 \Sigma(x_i - \bar{x})(z_i - \bar{z}) + b_2 \Sigma(z_i - \bar{z})^2 = \Sigma(z_i - \bar{z})(y_i - \bar{y})$$

$$a = \bar{y} - b_1 \cdot \bar{x} - b_2 \bar{z}$$

$$b_1 \cdot 36269,5 - b_2 \cdot 811,3 = -6584$$

$$b_1 \cdot 811,3 + b_2 \cdot 69,5 = 308,5$$

$$a = 12,86 - b_1 \cdot 407,35 - b_2 \cdot 2,9$$

$$a = 50,85, b_1 = -0,114, b_2 = 3,12$$

Enačba regresije:

$$y = 50,85 - 0,114x + 3,12z$$

Koeficient korelacije:

$$r = \frac{\sqrt{b_1 \Sigma(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}) + b_2 \Sigma(z_i - \bar{z})(y_i - \bar{y})}}{\Sigma(y_i - \bar{y})^2} = \frac{\sqrt{1707,4}}{3387,5} = 0,71$$

Koeficient determinacije:

$$r^2 = 0,71^2 = 0,504$$

Rezidualna varianca regresije:

$$S_{y_{xz}}^2 = \frac{\Sigma(y_i - \bar{y})^2 - b_1 \Sigma(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}) - b_2 \Sigma(z_i - \bar{z})(y_i - \bar{y})}{n - 3} = \frac{3387,5 - 0,114 \cdot 6584 - 3,12 \cdot 308,5}{77} = 21,8$$

Napaka predvidevanja:

$$S_{y_{xz}} = \sqrt{S_{y_{xz}}^2} = \sqrt{21,8} = 4,66$$

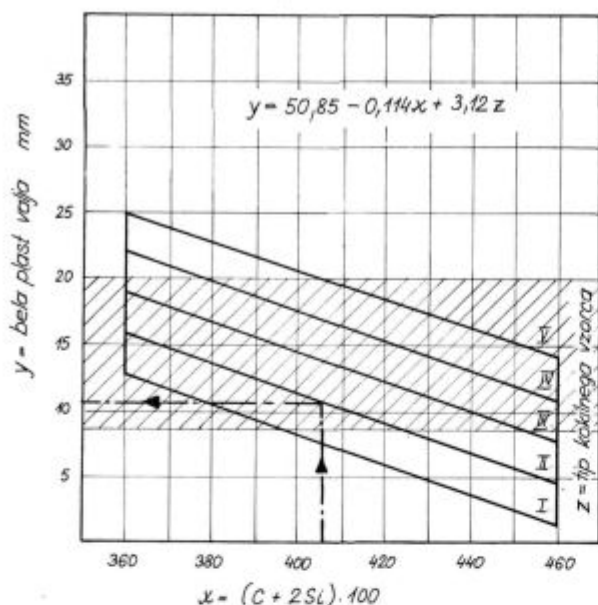
Interpretacija rezultatov: Koeficient determinacije je v primerjavi s prej obravnavanima distribucijama narastel, vendar je precej izpod vsote posamičnih vplivov $C + Si$ in kokilnega vzorca, tako da ostane še vedno skoraj 50 % vplivov na spremembo bele plasti nepojasnjenih. Meje natančnosti se ustrezno zožijo in sicer:

$$y = y' \pm 1,99 \times 4,66 = y' \pm 9,3 \text{ mm}$$

Če upoštevamo, da so tolerance za debelino bele plasti 8 do 20 mm, t. j. 12 mm, so meje natančnosti še vedno preširoke (18,6 mm), da bi bilo omogočeno zanesljivo delo in da bi na osnovi ogljika, silicija in kokilnega vzorca obvladal in zadel na valju pravilno belo plast. Kljub temu pa bi se v praksi izplačalo preizkusiti nomogram, ki ga prikazuje diagram 3 in ki je konstruiran na osnovi izračunanih parametrov. Upoštevati namreč moramo, da veljajo izračunane meje natančnosti $\pm 9,3$ mm samo v slučaju, če sta vrednosti za y , izračunani iz obeh bivariantnih regresij enaki. V vseh ostalih slučajih so meje natančnosti ožje in sicer tem ožje, čimbolj se rezultata med seboj razlikujeta. Če n. pr. dobimo po enačbi regresije $(C + 2Si) \cdot 100$ — bela plast valja za y vrednost 10 mm $\pm 10,5$ mm, po regresiji kokilni vzorec — bela plast valja pa vrednost 20 mm ± 10 mm, je logično, da je mogoče pričakovati dejansko belo plast samo v območju med spodnjo mejo po drugi regresiji in zgornjo mejo po prvi regresiji, t. j. med 10 in 20,5 mm in to zaradi prekrivanja obeh regresij še z višjo stopnjo verjetnosti (ali ožjimi mejami natančnosti pri isti stopnji verjetnosti).

Po našem izračunu ostane $100 - 50,4 = 49,6$ % variacij v beli plasti nepojasnjenih. Ta nihanja lahko pripišemo samo takim vplivnim faktorjem kot je na primer sestava vložka, ostali kemični elementi poleg ogljika in silicija, način zakladanja peči, režim taljenja, izpustna in ulivna temperatura, temp kokile in ostalim, katere je svoječasno že poizkušala ugotoviti študija, izdelana s pomočjo strokovnjakov iz Železarne Ravne. Ne smemo zanemariti tudi vplivov nenatančnih kemičnih analiz in subjektivnega ocenjevanja kokilnih prob. V splošnem pa lahko rečemo, da naši računi ponovno potrjujejo spoznanje, da je zanesljivo delo pri izdelavi valjev možno samo pri konstantnem strogo predpisanem tehnološkem režimu.

Diagram 3. Odvisnosti bele plasti valja od ogljika, silicija in kokil. vzorca.



Vpliv ogljika, silicija in kokilnega vzorca na debelino bele plasti pri valjih

Vpliv ogljika, silicija in kokilnega vzorca na debelino bele plasti pri valjih

Vpliv ogljika, silicija in kokilnega vzorca na debelino bele plasti pri valjih

IZVLEČEK

Za 80 valjev za tanko pločevino so bili zbrani arhivski podatki, na podlagi katerih je bila izdelana analiza regresije med belo plastjo na valju kot odvisno spremenljivko in vsebnostjo ogljika

in silicija ter belo plastjo na kokilnem vzorcu kot neodvisnimi spremenljivkami. Najprej je bila izračunana enačba regresije z vsemi važnejšimi statističnimi parametri za odvisnost (C + 2 Si) . 100 bela plast valja, nato za odvisnost kokilni vzorec — bela plast valja in končno enačba regresije z dvema neodvisnima spremenljivkama.

Rezultati so pokazali, da je z obema vplivnima faktorjema tj. C + Si in kokilnim vzorcem pojasnjeno samo 50,4 % variacij bele plasti na valju. To postavlja pred tehnologe zahtevo, da je potrebno držati vse druge vplivne faktorje čim bolj konstantne.

Na podlagi izračunanih statističnih parametrov so bili konstruirani nomogrami, ki kažejo odvisnost bele plasti od ogljika, silicija in kokilnega vzorca.

Literatura

1. A. E. Krivošejev: Litije valki. Metalurgizdat, Moskva 1957.
2. Jože Rodič: Priručnik za praktičnu upotrebu matematič-kih statističkih metoda. Metalbiro, Zagreb 1965.
3. Edwin M. Bartec: Statistical methods in engineering experiments — Charles E. Merrill Books inc., Columbus, Ohio 1966.

Nekateri izrazi v tujih jezikih:

tankoploč. valj: tonkolistovoj valok (rus.)

Feinblechwalze (nem.), sheet roll (angl.)

bela plast: otbeljenij sloj (rus.), Abschrecktiefe (nem.), chill (angl.)

Kokilni vzorec: tehnološkiška proba, Abschreckprobe (nem.), chill sample (angl.)

ZUSAMMENFASSUNG

Auf Grund der Betriebsdaten für 80 Feinblechwalzen ist eine Regressionsanalyse zwischen der Abschrecktiefe an der Walze als der abhängigen Variable und dem Kohlenstoff und Siliziumgehalt und der Abschrecktiefe an der Abschreckprobe als der Unabhängigen Variablen ausge-arbeitet worden. Zuerst ist die Regressionsgleichung mit allen wichtigen statistischen Parametern für die Abhängigkeit (C + 2 Si) 100 — Abschrecktiefe der Walze ausgerechnet worden, dann für die Abhängigkeit Abschreckprobe — Abschrecktiefe der Walze, und zuletzt Regressionsgleichung mit zwei unabhängigen Variablen.

Die Ergebnisse zeigten, dass durch die beiden Einfluss-faktoren, das ist Kohlenstoff + Silizium und die Abschreck-probe nur 50,4 % von Variationen der Walzenabschrecktiefe erklärt werden können. Das bedeutet, dass alle anderen Einflussfaktoren möglichst konstant gehalten werden müssen.

Auf Grund der ausgerechneten Statistischen Parame-tern sind Nomogramme konstruiert worden, welche die Abhängigkeit der Abschrecktiefe von Kohlenstoff, Silizium und der Abschreckprobe darstellen.

SUMMARY

Archive data for 80 sheet rolles were gathered to analyze regression between the chill of the roll as dependant variable and the carbon and silicon content, and the chill on the chill sample as independent variables. At first equation of regression with all more important statistical parameters for relationship between (C + 2 Si) 100 — chill of the roll was calculated, then it was calculated for the relationship chill sample — chill of the roll, and finally also the regression equation with two inde-

pendent variables.

Results showed that both influential parameters, i. e. C + Si and chill sample explain only 50,4 % of variations of the chill of the rolles. This finding demands that all the other influential parameters must be kept as constant as possible.

Nomograms based on evaluated statistical parameters were composed, showing dependance of the chill from the carbon and silicon content, and from the chill sample.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Пользуясь данными исследования 80-ти валков для прокатки листовой стали поставлен анализ регрессии между отбеленным слоем валка как величины зависимой и содержанием С и Si и отбеленным слоем на технологической пробы как независимыми переменными. Сначала поставлено уравнение регрессии с всеми необходимыми статистическими параметрами для зависимости $(C + Si) \times 100$: отбеленный слой валка. Следует зависимость технологической пробы от отбеленного слоя валка и, наконец, поставлено уравнение регрессии с двумя независимыми переменными.

Результаты этого исследования показали, что с двумя влиятельными факторами т. е. с С и Si и технологической пробы валка объяснено только 50,4 % изменений отбеленного слоя валка. Этот факт ставит перед технолога требование чтобы все остальные влиятельные величины были крайне константные.

На основании вычисленных статистических показателей составлены номограммы которые дают зависимость отбеленного слоя валка от содержания С и Si и от технологической пробы.



Nova valjarna v železarni Store

Žilavost orodnega jekla kot statistično zanesljiva srednja vrednost

Sodobnejše metode vrednotenja zahtevajo pomoč statistike tudi pri tehnoloških preizkusih. Ker tehnika kljub vsej eksaktnosti ne more doseči popolne enakosti posameznih artiklov, so nujne umetno postavljene meje, znotraj katerih imamo izdelke za enake. Podobno kot pri izdelkih tolerance mer so pomembne pri rezultatih tehnoloških preizkusov poleg toleranc v dimenzijah prob še tolerance, znotraj katerih se lahko pojavljajo izračunane srednje vrednosti, da jih še nimamo za bistveno različne.

Z največjo praktično možno natančnostjo sta se določili udarni upogibni žilavosti dveh orodnih jekel za hladno delo. Natančnost preizkusov se primerja z natančnostjo drugih preizkusov orodnih jekel, da se ugotovi, koliko prednosti ima preizkušanje probe z novjšim tipom zarez glede na preizkuse prob brez zarez.

Za krhka orodna jekla, kaljiva v olju, je ugotovljeno izboljšanje natančnosti za 30 %, pri drugih jeklih pa je ugoden vpliv zarez večji.

Prikazan je postopek določanja takšnega števila paralelnih prob, ki natančno podaja vpliv nihanja standardnega odklona na spreminjanje računске srednje vrednosti.

Uvod

Razni podatki o žilavosti orodnih jekel govorijo, da je najprimernejši postopek določanja žilavosti isti kot za konstrukcijska jekla. To je v Evropi udarni upogibni preizkus na Charpy nihalu. Poleg številnih prednosti, ki jih ima, pa bremenijo to metodo določanja žilavosti orodnih jekel tudi šibke točke, kot so na primer veliko trosenje rezultatov, neenakomerni zlomi, premajhne žilavostne vrednosti, dobljene na probah z ostrimi zarezami, premalo podakov o žilavostnem obnašanju jekla. Zaradi enostavnosti metode in razlage rezultatov je ta poskusni način še zmerom najbolj v veljavi in se skuša odpraviti njegove šibke točke z vpeljavo prob, ki dajejo natančnejše rezultate in z uporabo elektronskih naprav ter napetostnih trakov, da se dobi več značilnih podatkov o žilavostnem obnašanju jekla.

Poskusili smo izboljšati natančnost preizkusa s tem, da smo namesto prob brez zarez in namesto prob z zarez DVM vpeljali probe z rahlo oslabitvijo preseka na mestu, kjer proba udari

nihalo. Statistično smo že poprej obravnavali natančnost preizkusov z novo zarez, vendar tiste ugotovitve niso sledile vsestranski analizi možnih napak in odstopanj od dejanske neznane srednje vrednosti. Poleg tega nismo imeli primerjalne raziskave o natančnosti preizkusov s probami različnih zarez. Zato se je planirala raziskava, da se ugotovi, ali dejansko dobimo znatno natančnejše žilavostne rezultate s probami, ki imajo blago zarez kot s probami brez zarez.

SPLOŠNO O STATISTIČNEM DOLOČANJU NATANČNOSTI MERJENJ

Podatke o natančnosti merjenja žilavosti lahko dobimo iz porazdelitve pogostnosti nastopanja posameznih žilavostnih vrednosti. Kot merilo odstopanja posameznih vrednosti od neke izračunane srednje vrednosti ima velik pomen standardni odklon. Ta določa znotraj krivulje, ki kaže pogostnost nastopanja posameznih vrednosti, področje, ki obsega 68,3 % vseh merjenih vrednosti. Tako govorimo o 68,3 % tolerančnem razponu ali o 68,3 % statistični varnosti, da leži neka vrednost v točno določenem območju blizu srednje vrednosti. Za celoto vrednosti, ki jih je neskončno, se pri tem predpostavlja normalna Gaussova porazdelitev, vendar veljajo izvajanja tudi tedaj, če odstopanja od normalne porazdelitve niso premočna. Iz končnega števila meritev izračunani standardni odklon s služi kot najboljši približek pravemu standardnemu odklonu osnovne celote. Ko je standardni odklon s enkrat določen, seje treba najprej vprašati, kolikšno zaupanje lahko imamo v njegovo vrednost. Zaupanje lahko označimo z gornjo in spodnjo mejo standardnega odklona. Obe meji povesta, da je za določeno izbrano statistično varnost npr. 99 % pravi standardni odklon σ manjši od ugotovljene zgornje meje s_u in večji od spodnje meje s_o . Obe meji sta tem bolj narezni, čim večjo statistično varnost zahtevamo in čim manjše je število N merjenih vrednosti. Izbira statistične varnosti je odvisna od tega, koliko dopuščamo napačen zaključek. Pri statistični varnosti 95 % obstaja tveganje 5 %, da bo pravi standardni odklon nad izračunano zgornjo ali pod izračunano spodnjo mejo standardnega odklona. Meje zaupanja se določijo na naslednji način:

$$s_u = x_u \cdot s \quad s_o = x_o \cdot s$$

Faktorja x_u in x_o sta funkciji obsega vzorca N in statistične varnosti, ter se dobata iz ustreznih tabel¹.

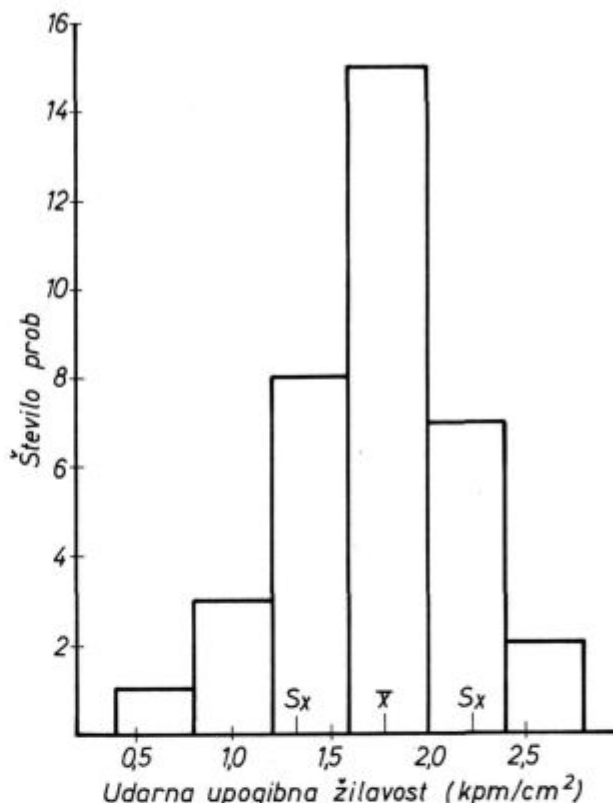
Posebej koristno vlogo igra izračunani standardni odklon pri določanju natančnosti srednje vrednosti izračunane na osnovi določenega števila N meritev. Za določeno statistično varnost se lahko določi območje zaupanja za resnično srednjo vrednost, ki je ne poznamo same na sebi, temveč samo po njeni oceni iz končnega števila paralelek. To območje je tem ožje, čim večje je število N paralelnih prob in čim manjši je standardni odklon s . Ustrezna formula se glasi:

$$x_{o,u} = \bar{x} \pm t \frac{s}{\sqrt{N}}$$

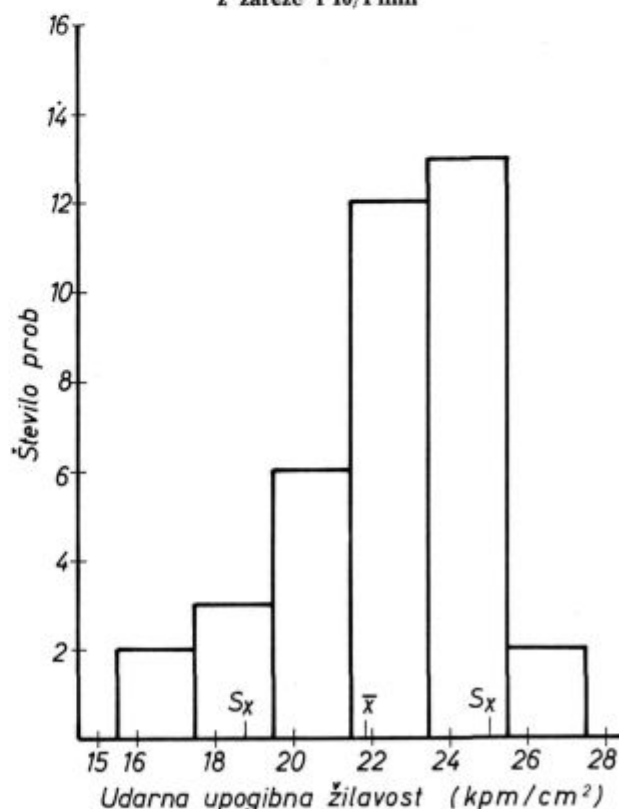
Pri tem je t faktor, odvisen od števila N paralelnih prob (vzorca) in od statistične varnosti. Ima tudi to vlogo, da poravna nenatančnost standardnega odklona s . Z izračunom meje zaupanja za standardni odklon se za določeno statistično varnost dobi še popolnejša podoba o natančnosti posamezne srednje vrednosti. Tako razširimo območje, v katerem z določeno verjetnostjo lahko pričakujemo pravo srednjo vrednost.

STATISTIČNO IZVREDNOTENJE UDARNIH UPOGIBNIH PREIZKUSOV NA JEKLIH MERILO (Č. 3840) IN OSIKRO 2 (Č. 6443)

Za primerjavo z rezultati preizkusov na žilavostnih probah brez zarez se statistično podajajo zanesljivosti in natančnosti vrednosti, ki se dobijo z žilavostnim preizkusom prob z milo zarezo. Sliki 1 in 2 kažeta trosenje posameznih vrednosti pri 40 (oziroma 36) paralelnih probah. Razvidna je porazdelitev pogostnosti nastopanja posameznih žilavostnih vrednosti. Žilavost je merjena na probah $10 \times 10 \times 55$ mm z zarezo globine 1 mm in polmera zaokrožitve 10 mm. Preizkušalo se je pri sobni temperaturi. Probe iz jekla merilo (Č. 3840) so se kalile s 780°C v olju in nato popustile na 180°C . Od šestintrideset žilavostnih vrednosti, dobljenih s preiskusi na Charpy kladivu, so vse nastopale med 0,78 in $2,56 \text{ kpm/cm}^2$. Za podajanje porazdelitve pogostnosti posameznih vrednosti se je območje med 0,4 in $2,8 \text{ kpm/cm}^2$ razdelilo na razrede po $0,4 \text{ kpm/cm}^2$ (slika 1). Dobi se stolpni diagram, ki bi pri neskončnem številu paralelek prevzel obliko zvonaste Gaussove krivulje. Srednja vrednost pri 36 paralelkah je $1,78 \text{ kpm/cm}^2$, standardni odklon znaša $0,45 \text{ kpm/cm}^2$. To pomeni, da leži 68,3 % vrednosti v območju od 1,33 do $2,23 \text{ kpm/cm}^2$. Podobno so obdelani rezultati merjenja žilavosti na jeklu osikro 2 (Č. 6443). Probe so bile kaljene z 940°C v olju in nato popuščene na 200°C . Srednja vrednost žilavosti, izračunane iz 40 žilavostnih vrednosti, je $21,8 \text{ kpm/cm}^2$, standardni odklon je $\pm 3,04 \text{ kpm/cm}^2$. Krivulja pogostnosti nastopanja posameznih žilavostnih vrednosti ne bi bila po-



Slika 1
Pogostnost nastopanja žilavostnih vrednosti pri jeklu Č.3840 (Merilo), kaljenem 780°C /olje, popuščanem na 180°C . Probe z zarezo $r 10/1$ mm

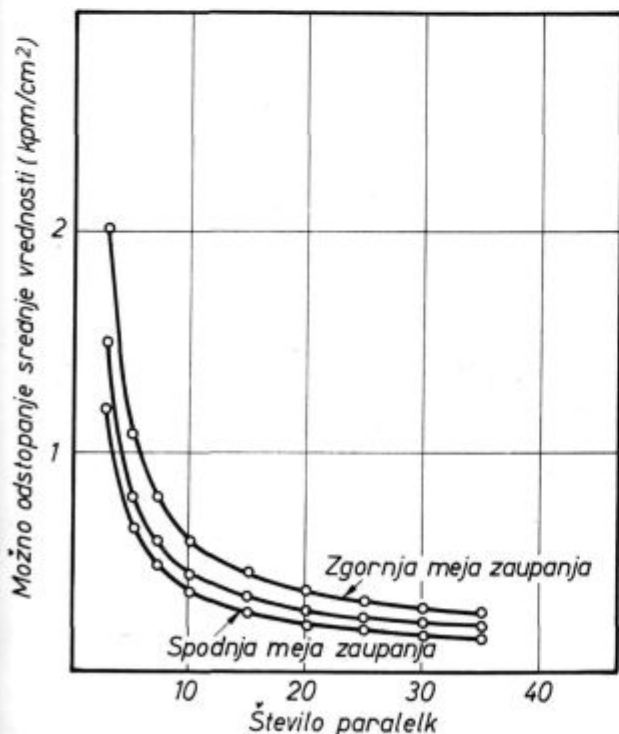


Slika 2
Pogostnost nastopanja žilavostnih vrednosti pri jeklu Č.6443 (Osikro 2), kaljeno 940°C /olje, popuščeno na 200°C .

dobna Gaussovi krivulji, temveč prej desno nesimetrični krivulji Poissonove porazdelitve (sl. 2). To pomeni, da bi z izločitvijo raznih vzrokov prežgodnjih zlomov (razpok) dobili večino žilavostnih vrednosti v območju od približno 20 do približno 26 kpm/cm². Ta približnost je dana z razdelitvijo žilavosti na razrede po 2 kpm/cm². Če razdelimo absciso na razrede po 3 kpm/cm², kar približno ustreza standardnemu odklonu, dobimo precej bolj simetrično porazdelitev pogostnosti nastopanja žilavostnih vrednosti. Vendar pride v tem primeru na absciso premalo stolpcev in slika ni pregledna. Tudi pri jeklu merilo bi z zmanjšanjem razreda dobili desno nesimetrično krivuljo porazdelitve, kar kaže, da majhne napake v probah lahko spremenijo simetričnost krivulje porazdelitve.

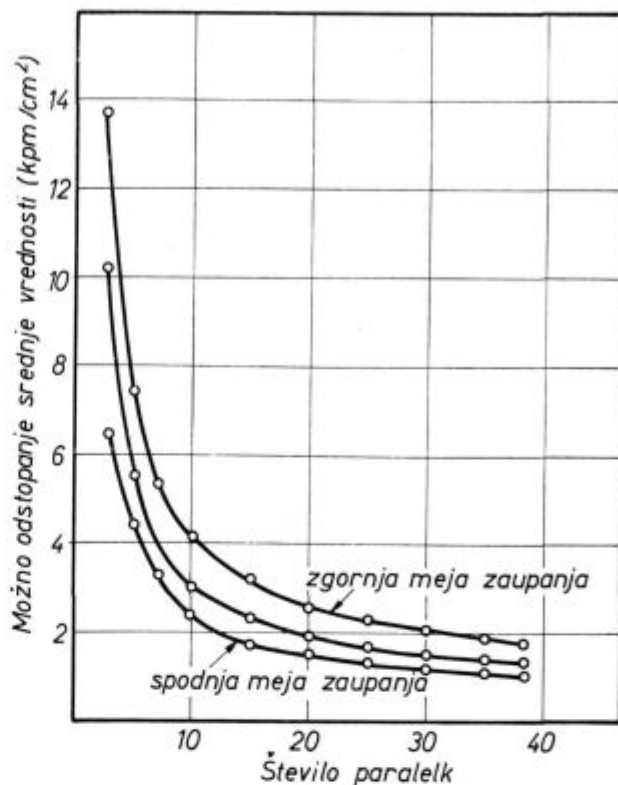
Kako pada natančnost z jemanjem manjšega števila paralelnih prob, se lahko prikaže s slikama 3 in 4. Za 40 oz. 36 paralelnih prob od vsakega jekla je že določeno možno odstopanje posameznih vrednosti od izračunane srednje vrednosti.

Nadalje so bile določene meje zaupanja odklonov izračunane srednje vrednosti od prave za statistično varnost 99 %. Ko je enkrat že izračunano možno trosenje posameznih vrednosti pri 40 paralelnih merjenjih, je območje verjetnosti, znotraj katerega nastopajo odkloni, razmeroma ozko. Možna odstopanja srednje vrednosti iz 40 posameznih vrednosti in pripadajoče meje zaupanja so, ne glede na faktor t , za $(1/\sqrt{N}) = (1/\sqrt{40})$ manjša kot možni odkloni in meje verjetnosti za



Slika 3

Možna odstopanja srednje vrednosti žilavosti jekla Č.3840 (Merilo) od resnične srednje vrednosti. Statistična varnost za odstopanja in njihove meje zaupanja je 99 %



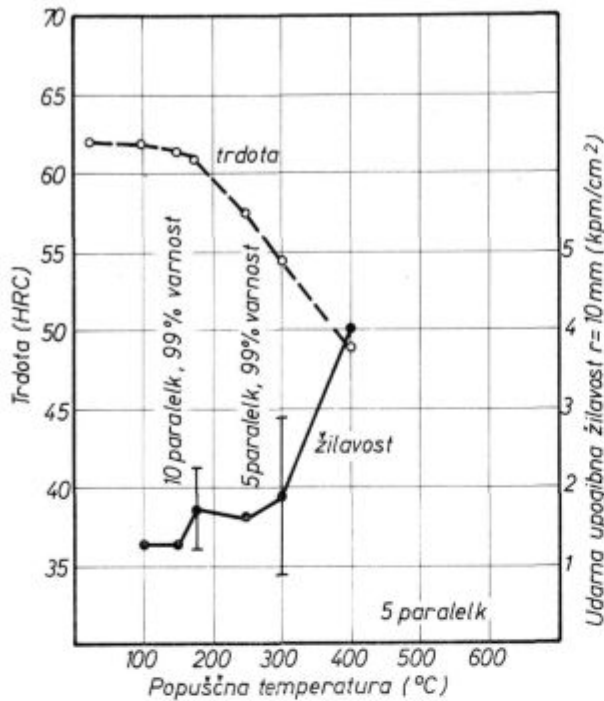
Slika 4

Možna odstopanja izračunane srednje vrednosti od prave srednje vrednosti za žilavost jekla Č.6443 (Osikro 2). Statistična varnost je 99 %, enako tudi za meje zaupanja možnega odstopanja

posamezne vrednosti. To pomeni, da je faktor zmanjšanja nenatančnosti približno obratno sorazmeren kvadratnemu korenu iz števila paralelnih prob. Ena posamezna meritev (obseg vzorca je 1) ima največjo nenatančnost. Interpolacija možnih napak in njihovih mej zaupanja med obsegom vzorca 1 in obsegom vzorca 40 je možna z variacijo faktorja $(1/\sqrt{N})$. Rezultat takšnih računov sta diagrama 3 in 4, ki kažeta za statistično varnost $T = 99\%$ možna odstopanja z vzorci dobljene srednje vrednosti od iskane srednje vrednosti celote. Enako kažeta meje zaupanja teh odstopanj za statistično varnost 99 % in v odvisnosti od obsega vzorca. Žilavost se je merila pri navadni temperaturi, probe so imele radialno oslabitev s polmerom 10 mm in globine 1 mm.

Rezultati na sl.5 kažejo odvisnost žilavosti jekla merilo (Č.3840) od popuščne temperature. Vsaka točka je srednja vrednost 5 do 10 meritev žilavosti na Charpy nihalu. Preizkusi, opravljeni na 36 paralelkah, popuščeni na temperaturo 180° C nam povedo, kakšna je natančnost teh vrednosti.

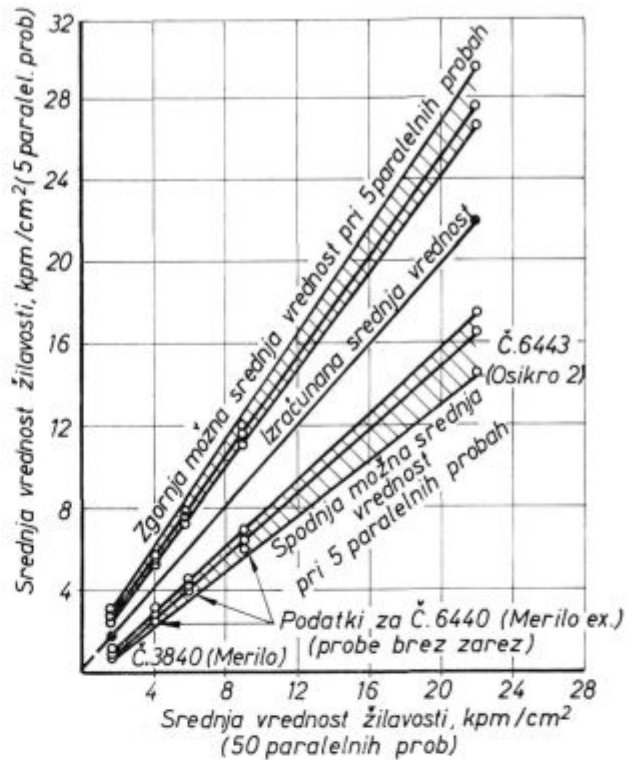
Možna odstopanja srednjih vrednosti manjših vzorcev od srednjih vrednosti celote obenem s pripadajočimi mejami zaupanja za 5 prob manjšega vzorca so podana kot pas trosenja okoli srednje vrednosti celote, ki jo predstavlja 36 do 50 paralelnih prob (sl. 6). Srednja vrednost, dobljena s 36



Slika 5

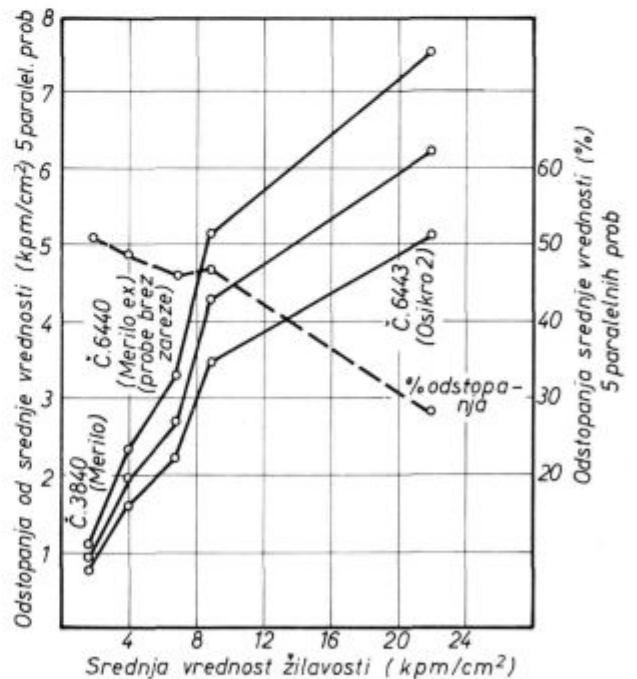
Odnosnost žilavosti jekla Č.3840 (Merilo) od popuščne temperature

do 50 meritvami je tu podana namesto prave srednje vrednosti, ki je ne poznamo natančno. Čim večja je ta srednja vrednost, tem večja moramo pričakovati tudi odstopanja srednjih vrednosti majhnih vzorcev od verjetne srednje vrednosti. V prvem približku ni napaka od vzorca glede na pravo srednjo vrednost odvisna od velikosti prave srednje vrednosti, temveč od števila paralelnih prob. Medtem ko je napaka pri posamezni merjeni vrednosti za statistično varnost 99 % okoli 170 %, je pri petih paralelnih probah manjša približno za faktor $1/\sqrt{5}$. Glede na veliko statistično varnost je to majhna napaka ter znaša le še 50 %. Pri varnosti 95 % bi bila ta napaka samo 30 %. Možna odstopanja srednje vrednosti iz petih paralelnih prob so podana tudi na sliki 5 in vidi se, da 5 paralelk ne zadostuje za zadosti natančno podajanje udarne upogibne žilavosti v odvisnosti od toplotne obdelave. Število zahtevanih paralelnih prob pa je seveda odvisno od tega, kaj želimo razločevati in zato od velikosti pripadajoče nenatančnosti. Če želimo, da relativna napaka srednje vrednosti ni večja kot 10 %, t.j., da pri srednji vrednosti 1,7 kpm/cm² napaka ne prekorači $\pm 0,17$ kpm/cm² (ali pri žilavosti 20 kpm/cm² napaka ni več kot ± 2 kpm/cm²), tedaj se zahteva 20–30 paralelnih prob. To število paralelnih prob velja tudi za določanje srednje vrednosti žilavosti drugih orodnih jekel, katerih žilavosti merjene na probah z radialno plitvo zarezo se gibljejo v mejah 0,5 do 25 kpm/cm². Natančnost poskusov s probami, ki imajo plitvo, milo zarezo, je za približno 30 % večja kot natančnost preizkusov s probami brez zarez.



Slika 6

Pričakovani pasovi trosenja srednjih vrednosti pri določanju žilavosti jekel Č.3840 (Merilo), Č.6440 (Merilo ex.) in Č.6443 (Osikro 2). Statistična varnost je pri tem 99 %. Podane so tudi meje zaupanja za te odklone (šrafirano). Statistična varnost za meje zaupanja je 99 % pri Č.6443 (Osikro 2) in Č.3840 (Merilo) ter 95 % pri Č.6440 (Merilo ex.).



Slika 7

Odstopanje izračunane vrednosti (iz 5 paralelnih prob) od predpostavljene srednje vrednosti. Zunanji krivulji kažeta območje verjetnosti 95 % za nastopanje odklonov od prave srednje vrednosti. Z rastočo žilavostjo se odstopanje od srednje vrednosti postopno zmanjšuje po 1,2%/kpm/cm²

Pomembno je raziskati tudi razliko v vplivu ostre (npr. DVM) zarez in šibke radialne na natančnost žilavostnih vrednosti. Ugotovljeno je, da ublažitev zarez na probah jekel tipov merilo, merilo extra, OW 3, osikro 2, osikro 4 ne poveča žilavostnih vrednosti tako učinkovito kot ublažitev zarez na probah iz hitroreznih jekel. Zato se tudi ob uporabi prob z blago zarez ne zahteva odkrivanje sprememb manjših od $\pm 15\%$, če merimo žilavost jekel tipov OW 3, merilo, merilo extra, osikro 2. V takem primeru rabimo za 95 % statistično varnost 10—17 paralel pri preizkušanju jekla osikro 2 in 12—30 pri preizkušanju krhkih jekel. S prehodom od prob brez zarez ali prob z normalno ostro DVM zarez na probe s plitvo oslabitvijo preseka največ pridobi raziskovanje žilavosti zelo krhkih, to je hitroreznih jekel. Da bi občutili že razlike $\pm 0,1 \text{ kpm/cm}^2$ v žilavosti različno kaljenih prob iz jekla BRC 3, rabimo po navadnem računu 6 paralel. Po računu pa, ki smo ga prikazali v članku in upošteva tista nihanja srednje vrednosti, ki nastopajo z nenatančnostjo standardnega odklona, se za statistično varnost 95 % rabi 10 paralelnih prob.

ZAKLJUČEK

Z natančnim določanjem napak, ki se lahko pojavljajo pri kakršnih koli merjenjih, imamo možnost napovedati, koliko paralelnih prob rabimo, da za dogovorjeno statistično varnost razlikujemo med seboj srednje vrednosti, ki so si precej blizu druga drugi.

ZUSAMMENFASSUNG

Den modernen Methoden der Bewertung technologischer Untersuchungen kann Statistik zur grossen Hilfe sein. Da in der Technik trotz der Exaktheit nicht ganz gleichartige Artikel hergestellt werden können, sind künstlich aufgestellte Grenzen in welchen die Erzeugnisse als gleichgehalten werden, dringend. Ähnlich wichtig wie die Abmessungstoleranzen bei den Erzeugnissen, sind bei den Ergebnissen der technologischen Untersuchungen neben der Abmessungstoleranzen der Proben wichtig auch die Toleranzen drinnen derer ausgerechnete Mittelwerte auftreten können, welche sich aber untereinander nicht wesentlich unterscheiden.

Es ist die Kerbschlagbiegezugfestigkeit zweier Werkzeugstähle mit der grösst möglichen Genauigkeit bestimmt

Ugotovljeno je, da se z zadovoljivo varnostjo ločijo med seboj srednje vrednosti žilavosti žilavih orodnih jekel za hladno delo in enako hitroreznih jekel, če imamo na razpolago 10 do 17 paralelnih prob. Poskusi s probami, ki imajo plitvo zarez s polmerom zaokrožitve $r = 10 \text{ mm}$, so glede na poskuse s probami brez zarez za okoli 30 % natančnejši, kar je ugotovljeno s primerjavo preizkusov jekel C. 3840 (merilo) in C. 6440 (merilo extra). Pri drugih jeklih pa mila zarez natančnost še bolj poveča.

Kot kaže slika 6, je razlika med probami brez zarez in probami z zarez skoraj enaka razliki med 95 in 99 % statistično varnostjo za meje zupanja. Razumljivo je, da sta pasova statistične varnosti razmeroma širša in bolj narazen pri zelo majhnih vrednostih, saj ne moremo pričakovati, da bodo zelo majhne vrednosti zelo natančne. Vedeti moramo, da je v pojmu »žilavost« zajeto precejšnje število tehnoloških lastnosti materiala hkrati z različnimi napakami.

Podoben postopek določanja števila potrebnih meritev, kot je prikazan v članku, se lahko uporabi povsod, kjer nam gre za čim popolnejšo izločitev napak, ki nastajajo z odstopanji izračunanih vrednosti od neznanih pravih vrednosti.

Literatura

Graf U., H. J. Henning: Formeln und Tabellen der mathematischen Statistik, Springer Verlag 1958.

worden. Die Genauigkeit dieser Prüfungen wird mit der anderer Prüfungen der Werkzeugstähle miteinander verglichen, um die Vorteile der Probe mit einem neuen Kerbtyp im Vergleich zu den Proben ohne Kerb festzustellen.

Für spröde, im Öl härtbare Werkzeugstähle ist eine Verbesserung der Genauigkeit um 30 % festgestellt worden, bei anderen Stählen ist der günstige Einfluss des Kerbes grösser.

Es wird ein Verfahren für die genaue Bestimmung der Anzahl der parallelen Proben gezeigt, welches den Einfluss der Streuung der Standardabweichung auf die Änderung des rechnerisch ermittelten Mittelwertes genauer angibt.

SUMMARY

Modern methods of evaluation demand help of statistics in technological tests. As complete equality of single products cannot be obtained in spite of exactness in the production methods tolerances for the products must be fixed. Like tolerances in dimensions also tolerances of technological properties determined by tests must be fixed so that calculated mean values which are supposed not to be essentially different fit into the prescribed interval.

With the greatest practically possible exactness impact bending toughness for two tool steels for cold forming

were determined. Accuracy of tests is compared with exactness of the other tests of tool steels in order to determine the advantage of the test-pieces with the new type of notch compared with test-pieces without notch.

Accuracy was improved for 30 % for fragile tool steels quenchable in oil while this percentage was even higher for the other steels.

The procedure of determining the number of parallel probes is shown so that variation of standard deviation from the calculated mean value is exactly determined.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Современные методы оценки требуют помощь статистики также при технологических исследованиях. Так как техника несмотря на точность не в состоянии произвести совершенно одинаковые изделия поставлены искусственные пределы внутри которых считается что изделия одинаковы.

Также како поле допусков размер изделий при технологических исследований поставлены допуски в пределах которых должно находится вычисленное среднее число которое можно взять как величину материала ещё не разнородного.

С максимально возможной точностью определена ударно-изгибная вязкость двух инструментальных

сортов стали для холодной работы. Точность исследования необходимо сравнить с точностью остальных исследований с целью чтобы определить какие преимущества имеет исследование образцов с новым видом засечки в сравнении с образцами без засечек. При хрупкой инструментальной стали закалку которой проводят в масле установлено повышение точности до 30 %, а при других сортах положительное влияние засечки ещё более выразительно.

Приведен способ определения такого количества образцов которые с большой точностью показывают влияние колебания стандартного отклонения на изменения вычисленной средней величины.

Preiskave varilnotehničnih in mehanskih lastnosti elektrodnih žic pri varjenju v zaščitni atmosferi CO₂

Za varjenje jekel v zaščitni atmosferi CO₂ se uporablja žica VAC 60, ki je namenjena predvsem za varjenje jekel, trdnosti 50—60 kp/mm². V članku so opisane raziskave žic, ki bi prišle v poštev tudi za varjenje jekel nižjih in višjih trdnosti. Raziskave se nanašajo predvsem na možnost uporabe CO₂.

I. UVOD

V zadnjem času se je poleg ročnega obločnega varjenja zelo razvilo tudi polavtomatsko in avtomatsko varjenje, ki se bo v prihodnosti še povečalo. Postopno povečanje teh postopkov varjenja v primerjavi z ročnim je v posameznih časovnih razdobjih naslednje:

	1965	1968	1971	1975
ročno varjenje	86 %	80 %	75 %	68 %
polavtomatsko in avtomatsko varjenje	14 %	20 %	25 %	32 %

Iz tega je razvidno, da bo leta 1975 polavtomatsko in avtomatsko varjenje zajelo že skoraj eno tretjino vseh varilskih del. Od tega pa bo velik delež zajelo tudi varjenje v zaščitni atmosferi. Glavne prednosti varjenja v zaščitni atmosferi v primerjavi z ročnim so predvsem velika produktivnost, ekonomičnost ter dobra uporabnost pri varjenju tankih pločevin. Odvisno od varilnotehničnih in metalurških lastnosti, ki jih želimo pri varjenju doseči, se kot zaščitna atmosfera uporablja lahko en sam plin ali pa mešanica več plinov, ki po svoji kemijski aktivnosti pri procesu varjenja deluje kot kemijsko neaktivni, n. pr. Argon, Helij, ali pa kemijsko aktivni, n. pr. CO₂ ter mešanice Ar + CO₂ (+ O₂). Z ozirom na tehniko varjenja razlikujemo dva postopka, ki sta naslednja:

1. S pomožno elektrodo (TIG, WIG)

Pri tem postopku se električni oblok vzpostavi s pomožno netaljivo volframovo elektrodo. Varilna žica pa se ročno podaja v oblok. Da se prepreči oksidacija W-elektrode, se kot zaščitni plin uporabljajo neaktivni plini kot Ar, He, mešanice Ar + He, Ar + N₂ itd. Po mednarodni oznaki se

postopek imenuje WIG (TIG) (Wolfram-Tungsten Inert-Gas). Če se uporablja kot zaščitni plin čisti Ar, se postopek imenuje tudi Argonarc. Na ta način se lahko varijo vsi v tehniki uporabni materiali. Pri jeklih varimo z enosmernim tokom — elektroda na minus pol. Pri varjenju Al se mora uporabljati izmenični tok.

2. Varilna žica sama kot elektroda (SIGMA)

Postopek je nadaljni razvoj WIG postopka. Namesto netaljive W elektrode se kot elektroda uporabi sama dodajna varilna žica. Postopek je prva uvedla tvrdka Linde Aier Products Kompany — New York in ga nazvala:

Shielded Inert Gas Metal Ar (SIGMA). Kot zaščitni plin se lahko uporabi neaktivni ali aktivni plin. Če se uporabi neaktivni plin, se postopek imenuje MIG (Metal Inert Gas). Če pa se uporabi aktivni plin, pa se postopek imenuje MAG (Metal Activ Gas).

Postopka MIG in MAG se v tehniki bolj uporabljata kot TIG, oziroma WIG, ker pri tem ni potreben dodatni material — volframova elektroda, kakor tudi ne žica, ki jo mora varilec držati v levi roki. Pri teh postopkih je torej dodatna žica istočasno tudi že elektroda. Postopka MIG — MAG se dasta tudi avtomatizirati, ali samo delno ali pa tudi v celoti. V tehniki največ uporabljajo polavtomatski postopek. V tem primeru varilec vodi samo elektrodno žico, medtem ko pravilno napetost toka in hitrost odtaljevanja regulira avtomat sam.

Zaščitni plini

Kot je bilo že omenjeno, se kot zaščitna atmosfera uporabljajo plini Ar, He, CO₂ ter mešanice Ar z CO₂, O₂, N₂, H₂.

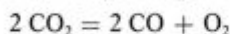
Sestavo različnih normiranih plinskih mešanic in njih komercialne nazive prikazuje tabela št. 1. Argon se shranjuje v jeklenkah pod pritiskom 150 atmosfer, enako tudi mešanice argona in kisika. Argon se uporablja predvsem v Evropi, medtem ko se v ZDA več uporablja helij. Argon je 1,4 × težji od zraka, medtem ko je helij 7,2 × lažji in zato manj ugoden za uporabo.

V zadnjem času se je zaradi večje ekonomičnosti zelo uveljavila tudi uporaba CO₂. Uporablja se predvsem za varjenje nizkoogljčnih jekel, trdnosti do 65 kp/mm².

Tabela št. 1: Sestava zaščitnih plinov

plin	Ar	CO ₂	O ₂	H ₂
CO ₂		99,90	—	—
argon R	99,99	—	—	—
argon za varj.	99,5	—	—	—
Argon S 1	99	—	1	—
Argon S 2	98	—	2	—
argon S 3	97	—	3	—
Argon S 5	95	—	5	—
Argon	89	6	5	—
Corgon 2	80	15	2	3
Coxogen	80	15	5	—
Krysal	88	12	—	—
Argomix D	92	—	8	—
Argomix S	88	—	12	—

CO₂ prištevamo h kemijsko aktivnim plinom. Pri varjenju namreč zaradi visoke temperature električnega obloka razpade po enačbi:



Pri tem en del nastalega kisika reagira s talino čistega vara v FeO. Ogljik, ki se nahaja v talini, zaradi svoje večje afinitete do kisika reagira dalje z FeO in tako se na osnovi enačbe



tvori v talini CO, ki išče izhod iz taline in na ta način tvori pore. Za preprečitev odgora železa in preprečitev nastanka por se v tem slučaju dodaja žici višji odstotek silicija in mangana. Pri tem nastanejo lahko tekoči silicijevi in manganovi oksidi, ki se dvignejo na površino. CO, ki se tvori v električnem obloku na površini hladnejšega varjenca, ponovno zgori v CO₂. Zaradi te dodatne toplote je globina in enakomernost uvara večja kot pri argonu. Varjenje s CO₂ daje zato globlji uvar, ki se še poveča z rastočim varilnim tokom in rastočo varilno napetostjo, manjša pa z rastočo varilno hitrostjo. Posledica tega je tudi mnogo večji delež osnovnega materiala v zvaru, posebno še, kadar varimo samo z enim varkom. To ima dobre in slabe strani. Če je osnovni material nečist, poveča nevarnost za nastanek kristalizacijskih razpok. Če pa varimo čist material, pa povečan uvar predstavlja dodatno možnost za gospodarno varjenje. CO₂ se hrani v jeklenkah pod pritiskom 50—60 atm v tekočem stanju.

Vrsta zaščitnega plina vpliva tudi na mehanske lastnosti. Z isto elektrodo žico dobimo pri uporabi različnih plinov različne mehanske vrednosti. Velik vpliv na mehanske lastnosti pri varjenju v zaščitni atmosferi ima tudi debelina pločevine ter varilni parametri (jakost, napetost, varilna hitrost). Varjenje pri visoki jakosti toka ob istočasni nizki napetosti in veliki varilni hitrosti da sorazmerno dobro žilavost. Pri varjenju z visoko jakostjo toka je namreč nevarnost tvorbe por in vključkov mnogo manjša. Prevelik vnos toplote

zaradi visoke jakosti toka se pri tem izravna z veliko varilno hitrostjo. Debelina pločevine pa vpliva na hitrost ohlajevanja in s tem na kristalizacijo, od česar je ravno tako odvisna dobra žilavost.

Pri varjenju v zaščitni atmosferi se za posamezne kvalitete jekel uporabljajo predvsem naslednji zaščitni plini in plinske mešanice:

Ar	— za splošno buporabo — za vse metale
Ar + 1 % O ₂	— visoko legirana jekla (n. pr. PK 18/8)
Ar + 3 % O ₂	— nizko in srednje legirana jekla (n. pr. Č 7100, Č 7400)
Ar + CO ₂ + (O ₂)	— vsa jekla razen visoko legiranih
Ar + 6,5 % H ₂	— za Ni, Ni legirana jekla, za avstenitna Cr-Ni jekla
Ar + 15 % H ₂	— za avstenitna Cr-Ni jekla, vendar se manj uporablja, ker vsebnost H ₂ nad 10 % že predstavlja nevarnost za poroznost
CO ₂	— za nizkoogljična nizkolegirana jekla

Za mešanico Ar-He se uporablja dodatek Helija 50—80 %.

Žice za varjenje v zaščitni atmosferi

Za varjenje jekel v zaščitni atmosferi je danes na razpolago več vrst žic. Za varjenje nizkoogljičnih jekel, trdnosti do 65 kp/mm² se uporabljajo predvsem žice legirane s Si in Mn. Za varjenje visokotrdnih jekel pa uporabljamo žice, ki so dodatno legirane, z ozirom na njihov namen, še z Ni Mo, Ni V, Ni Mo Cr. Sestava je odvisna od vrste uporabljenega zaščitnega plina. Za varjenje po MIG postopku se lahko uporabljajo žice s sorazmerno nižjim Mn in Si, ker pri uporabi neaktivnih plinov ne pride do oksidacije Fe v FeO in s tem ni nevarnosti za nastanek por. Pri varjenju po MAG postopku pa mora biti vsebnost Si in Mn višja. Si in Mn zaradi svoje večje afinitete do kisika kot Fe nastopata kot dezoksidanta in s tem preprečita nastanek por.

Poleg Si in Mn so poznani še drugi elementi, ki imajo še večjo afiniteto do kisika, n. pr. Al in Ti. Pri tem pa se nastali Al₂O₃ in TiO₂ zaradi visokega tališča zelo težko topita v nastali žilindri in ostajata kot vključka v talini zvara. Zato Al in Ti načelno ne dodajamo v večjih količinah. Kljub temu pa jih mnoge žice vsebujejo v manjših količinah, predvsem zaradi drugih namenov. Žice za varjenje jekel, trdnosti do 60 kp/mm² se izdelujejo po predpisu ASTM — A 599. Njihovo kemijsko sestavo ter odgovarjajoče žice posameznih proizvajalcev prikazuje tabela št. 2.

Tabela št. 2: Sestava žic po ASTM — A 559

	E60-S1	E60-S2	E60-S3	E70-S4	E70-S5	E70-S6
C	0,07—0,19	0,06	0,07—0,19	0,07—0,15	0,07—0,19	0,07—0,15
Si	0,15—0,50	0,40—0,70	0,40—0,70	0,65—0,85	0,30—0,60	0,80—1,15
Mn	0,90—1,40	0,90—1,40	0,90—1,40	0,90—1,40	0,90—1,40	1,40—1,85
Ti	—	0,05—0,15				
Zr		0,02—0,12				
Al		0,05—0,15			0,50—0,90	
Zaščitni plin	mešani plin	mešani plin	mešani plin	mešani plin	mešani plin	CO ₂
Linde	Fe32 (+Cr)	—	Fe55 (Cr)	—	—	Fe67
Böhler	EML2 (+Cr)	—	EML -5	—	—	EMK6 (+Cr) EMK7 (+Cr)
Phönix	—	—	—	5	—	K -56
Esab	—	—	—	—	—	OK12 51 OK12 52
Oerlikon	—	—	—	Carboflux 2	—	Carboflux 1
Hobart	HB 20	—	HB 25	—	HB 30	HB 28
Cloos	—	—	—	—	—	C 5
Philips (Penng)	—	—	—	—	—	PZ 6000
Arcos	—	—	Stabilar A	—	—	Stabilar B Stabilar C
SAF	Nertalic 60	Nertalic 65	Nertalic 60	—	—	Nertalic 70
Buderus	—	—	lava-SG55	—	—	LAVA-SG-56
Jesenice	VAC 50	—	—	—	—	VAC 60

II. Preiskave varilnotehničnih in mehanskih lastnosti varilnih žic z uporabo zaščitnega plina CO₂

1. Namen in vrsta preiskav

Za varjenje konstrukcijskih jekel v zaščitni atmosferi CO₂ se danes uporabljajo predvsem žice, ki imajo naslednjo povprečno sestavo:

C	Si	Mn
0,10	0,85	1,35
0,10	0,90	1,50
0,10	0,90	1,70
0,10	1,0	1,50
0,10	1,10	1,70

Z vsemi žicami navedenih sestav dobimo mehanske vrednosti, ki se nahajajo v naslednjih mejah:

- meja raztezanja v območju 42—50 kp/mm²
- natezna trdnost v območju 52—62 kp/mm²

To pomeni, da so te žice prvenstveno namenjene za varjenje konstrukcijskih jekel z natezno

trdnostjo 50—65 kp/mm², to je do Č 0562 (St 52). Sem prištevamo tudi žico VAC 60 z orientacijsko sestavo C = 0,10 %, Si 0,90 %, Mn 1,65 % in natezno trdnostjo čistega vara 50—58 kp/mm².

Za varjenje jekel z nižjo trdnostjo, to je do 50 kp/mm², in jekel z višjo trdnostjo, 60—75 kp na mm², do sedaj nismo imeli ustreznih varilnih žic. Zato je bilo izdelanih in preizkušenih več žic različne sestave. Na osnovi rezultatov naj bi ugotovili možnost izdelave žice za varjenje jekel, trdnosti do 50 kp/mm² (VAC 50) in jekel trdnosti do 75 kp/mm² (VAC 70).

Istočasno smo preiskovali še vpliv razmerja Si : Mn na varilno tehnične in mehanske lastnosti ter oblikovanje zvara. Poleg tega smo preiskovali mehanske lastnosti zvarov, dobljenih z različnimi dimenzijami žic a enake kemijske sestave. Nadalje je bilo ugotovljeno, v katerem območju trdnosti dobimo pri uporabi CO₂ še zadovoljive rezultate.

Za izvršitev omenjenih nalog je bilo izdelanih več šarž z analiznimi zahtevami, ki jih prikazuje tabela št. 3

Na osnovi teh analiznih zahtev smo ugotovili možnost izdelave varilnih žic za varjenje jekel, trdnosti do 50 kp/mm² in jekel, trdnosti 60 do

Tabela št. 3

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V
0,08—0,10	0,20—0,35	0,60—0,90	0,20—0,30	—	—	—
0,08—0,10	0,30—0,50	0,90—1,10	0,20—0,30	—	—	—
0,08—0,10	0,50—0,70	1,10—1,30	—	—	—	—
0,08—0,10	0,50—0,70	1,60—1,70	—	—	—	—
0,08—0,10	0,60—0,80	1,70—1,90	—	—	—	—
0,08—0,10	0,70—0,90	1,60—1,80	—	—	—	—
0,08—0,10	0,80—1,0	1,50—1,70	—	—	—	—
0,08—0,10	0,90—1,10	1,40—1,60	—	—	—	—
0,08—0,10	1,0—1,20	1,60—1,80	—	—	—	—
0,08—0,10	1,0—1,20	1,90—2,0	—	—	—	—
0,08—0,10	0,80—0,90	1,40—1,60	—	—	0,30—0,40	—
0,08—0,10	0,80—0,90	1,40—1,60	—	—	0,45—0,55	—
0,08—0,10	0,80—0,90	1,40—1,60	—	0,95—1,05	0,30—0,40	—
0,08—0,10	0,80—0,90	1,40—1,60	—	0,95—1,05	—	0,08—0,12
0,08—0,10	0,80—0,90	1,40—1,60	—	0,45—0,55	0,20—0,30	0,08—0,12
0,08—0,10	0,80—0,90	1,40—1,60	—	0,95—1,05	0,45—0,55	0,08—0,12

Sarže so bile za nadaljnje preiskave predelane v žico \varnothing 1,2 mm.

75 kp/mm². Nadalje smo lahko ugotovili, kolikšna je razlika med varilno tehničnimi in mehanskimi lastnostmi ter oblikovanjem zvara pri žicah z nizko vsebnostjo silicija in visoko vsebnostjo mangana ter obratno.

Pri žicah, legiranih z Ni, Mo, V smo ugotovili zgornjo mejo natezne trdnosti, pri kateri z varjenjem v atmosferi CO₂ še vedno dobimo zadovoljive rezultate, oziroma od katere natezne trdnosti dalje moramo že uporabiti mešane pline, da dobimo zadovoljivo žilavost.

Za preiskave so bile žice razvrščene v tri skupine. Prvo so sestavljale žice, ki naj bi po predvidevanju prišle v poštev za varjenje jekel do 50 kp/mm² (VAC 50). Drugo so sestavljale žice, ki po sestavi odgovarjajo za varjenje jekel 50 do 60 kp/mm² (VAC 60). Tretjo grupo pa so sestavljale žice, ki naj bi prišle v poštev za varjenje jekel 60—75 kp/mm² (VAC 70). Pri žicah, ki naj bi prišle v poštev za varjenje jekel do 50 kp/mm² in jekel 60—75 kp/mm², smo predvsem ugotavljali mehanske in varilno tehnične lastnosti pri uporabi CO₂ ter dodatno pri nekaterih žicah tudi pri uporabi mešanice CO₂ + Ar. Pri žicah za varjenje jekel 50—60 kp/mm², to je vrste VAC 60 pa smo ugotavljali varilno tehnične in mehanske lastnosti predvsem z ozirom na različno vsebnost silicija in mangana v varilni žici.

Preiskave so bile izvršene pri naslednjih varilnih pogojih:

a) zaščitni plin:	CO ₂	b) mešani plin Ar + CO ₂ (80:20)
\varnothing žice	1,2 mm	1,2 mm
jakost toka	180 A	350 A
napetost toka	24—26 V	30—32 V
hitrost pomika žice	6 m/min	9,5 m/min
pretok plina	15 l/min	15 l/min

Kemijsko sestavo uporabljenih žic ter rezultate kemijskih in mehanskih lastnosti izdelanih čistih varov prikazuje tabela št. 4 in št. 5.

2. Rezultati preiskav

Na osnovi varilno tehničnih preiskav ter rezultatov, ki jih prikazuje tabela št. 4 in št. 5 smo prišli do naslednjih zaključkov. Žici št. 1 in št. 2 po svoji kemijski sestavi ne odgovarjata za varjenje v atmosferi CO₂. Pri varjenju smo v vsakem primeru dobili porozne zware, ki so bili opazni tudi na površini zvara. Pri žicah št. 3 in št. 4 se je občasno poroznost še pojavila, vendar v mnogo manjši obliki kot pri žicah št. 1. in 2. Pri žicah št. 5, 6, 7 pri varjenju por ni bilo opaziti, pač pa smo opazili mikro pore pri radiografskem pregledu. Zato tudi žice teh sestav ne moremo uporabiti za varjenje s CO₂. Šele z žicami od št. 8 dalje smo dobili homogene zware. Iz tega sledi, da se za varjenje v atmosferi CO₂ lahko uporabijo žice, ki imajo minimalno 0,60 % Si in 1,30 % Mn. Žice št. 3, 4, 5 smo preizkusili tudi z uporabo mešanega plina (80 % Ar + 20 % CO₂). V tem primeru smo pri vseh žicah dobili homogene zware. Iz tega sledi, da moremo z žicami, ki imajo vsebnost silicija pod 0,60 % in mangana pod 1,30 % uspešno variti samo z uporabo mešanega plina. Pri tem uporabimo zaradi ekonomičnosti tako razmerje Ar : CO₂, da pri gotovi žici še dobimo homogene zware. S tem v zvezi odpade vsaka možnost varjenja v zaščitni atmosferi CO₂ jekel, trdnosti do 50 kp/mm² z žico, s katero bi dobili odgovarjajoče mehanske lastnosti za ta jekla. Z vsemi žicami, ki po sestavi odgovarjajo za varjenje v atmosferi CO₂, dobimo mehanske vrednosti čistega vara nad 50 kp/mm². Zato jekla nižjih trdnosti lahko uspešno varimo samo z žicami, s katerimi dobimo zware s sorazmerno višjo trdnostjo. Poizkusi so bili narejeni zaradi varjenja

Tabela št. 4: Kemijska sestava elektrodnih žic in čistega vara

Sestava elektrodne žice					Sestava čistega vara				
tek. št.	C	Si	Mn	Cr	zašč. plin	C	Si	Mn	Cr
A. VAC - 50									
1.	0,05	0,21	0,56	0,32	CO ₂	0,07	0,11	0,20	0,19
2.	0,11	0,30	0,70	0,28	CO ₂	0,11	0,13	0,37	0,18
3.	0,05	0,46	0,71		CO ₂ meš. plin	0,03 0,06	0,18 0,24	0,32 0,45	
4.	0,05	0,53	0,68	0,30 + Ti	CO ₂ meš. plin	0,09 0,05	0,25 0,33	0,36 0,44	0,25 0,26
5.	0,11	0,38	0,97	0,25 + Ti	CO ₂ meš. plin	0,08 0,09	0,24 0,23	0,66 0,66	0,19 0,22
6.	0,10	0,41	1,10		CO ₂	0,08	0,20	0,53	
7.	0,10	0,45	1,02	0,29	CO ₂	0,09	0,25	0,67	0,24
8.	0,09	0,66	1,33		CO ₂	0,07	0,36	0,86	
9.	0,10	0,62	1,70		CO ₂	0,08	0,38	1,40	
B. VAC - 60									
10.	0,10	0,71	1,60		CO ₂	0,08	0,35	0,99	
11.	0,12	0,75	1,52		CO ₂	0,08	0,37	1,12	
12.	0,09	0,74	1,70		CO ₂	0,09	0,36	0,67	
13.	0,10	0,74	1,80		CO ₂	0,07	0,30	0,96	
14.	0,10	0,75	1,82		CO ₂	0,09	0,37	1,14	
15.	0,12	0,75	1,90		CO ₂	0,10	0,45	1,26	
16.	0,11	0,79	1,48		CO ₂	0,09	0,43	1,01	
17.	0,10	0,80	1,67		CO ₂	0,07	0,53	1,12	
18.	0,10	0,80	1,70		CO ₂	0,09	0,48	1,15	
19.	0,11	0,83	1,20		CO ₂	0,08	0,52	0,92	
20.	0,10	0,88	1,26		CO ₂	0,06	0,73	0,94	
21.	0,08	0,88	1,62		CO ₂	0,07	0,44	1,0	
22.	0,11	0,90	1,26		CO ₂	0,09	0,55	0,87	
23.	0,12	0,95	1,34		CO ₂	0,09	0,65	1,15	
24.	0,11	0,90	1,50		CO ₂	0,10	0,70	1,26	
25.	0,08	0,90	1,60		CO ₂	0,07	0,45	1,02	
26.	0,10	0,90	1,70		CO ₂	0,10	0,69	1,32	
27.	0,11	0,90	1,80		CO ₂	0,10	0,54	1,25	
28.	0,13	0,97	1,50		CO ₂	0,11	0,74	1,11	
29.	0,10	0,96	1,80		CO ₂	0,07	0,60	1,17	
30.	0,10	1,0	1,60		CO ₂	0,10	0,74	1,24	
31.	0,11	1,0	1,68		CO ₂	0,10	0,55	1,25	
32.	0,10	1,0	1,70		CO ₂	0,08	0,59	0,96	

Sestava elektrodne žice								Sestava čistega vara							
tek. št.	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V	zašč. plin	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V
33.	0,10	1,0	1,70					CO ₂	0,08	0,58	1,05				
34.	0,11	1,0	1,75					CO ₂	0,08	0,64	1,12				
35.	0,13	1,05	1,35					CO ₂	0,12	0,77	0,96				
36.	0,15	1,05	1,50					CO ₂	0,10	0,76	1,01				
37.	0,11	1,03	1,60					CO ₂	0,08	0,51	1,10				
38.	0,12	1,10	1,40					CO ₂	0,06	0,80	1,01				
39.	0,10	1,10	1,65					CO ₂	0,08	0,64	1,12				
40.	0,12	1,12	1,70					CO ₂	0,10	0,75	1,22				
C. VAC - 70															
41.	0,14	1,04	1,80	—	—	—	—	CO ₂	0,12	0,80	1,23	—	—	—	—
42.	0,16	1,06	1,80	—	—	—	—	CO ₂	0,10	0,71	1,20	—	—	—	—
43.	0,08	1,10	2,0	—	—	—	—	CO ₂	0,05	0,67	1,25	—	—	—	—
44.	0,10	1,05	1,35	—	—	0,32	—	CO ₂	0,10	0,66	0,98	—	—	0,30	—
45.	0,10	0,70	1,10	—	—	0,50	—	CO ₂ meš. plin	0,09 0,09	0,40 0,46	0,75 0,80	—	—	—	—
46.	0,11	0,80	1,45	—	—	0,54	—	CO ₂ meš. plin	0,09 0,11	0,45 0,55	0,97 1,15	—	—	0,54 0,38	—
47.	0,06	0,50	1,80	—	1,10	0,36	—	CO ₂ meš. plin	0,06 0,04	0,13 0,17	0,72 0,80	—	1,08 1,08	0,36 0,36	—
48.	0,10	0,93	1,58	—	1,04	0,38	—	CO ₂ meš. plin	0,08 0,11	0,46 0,56	0,95 1,16	—	0,94 0,64	0,34 0,30	—
49.	0,12	0,70	1,70	—	1,00	—	0,10	CO ₂ meš. plin	0,07 0,09	0,34 0,41	0,89 1,02	—	0,85 0,85	—	0,07 0,07
50.	0,10	0,97	1,57	—	1,00	—	0,11	CO ₂	0,07	0,55	1,08	—	0,90	—	0,10
51.	0,10	0,90	1,63	—	0,53	0,29	0,12	CO ₂	0,10	0,61	1,17	—	0,45	0,25	0,12
52.	0,10	0,60	1,20	—	1,20	0,40	0,10	meš. plin	0,10	0,42	0,79	—	1,15	0,39	0,08
53.	0,12	0,90	1,45	—	1,00	0,50	0,13	CO ₂	0,10	0,70	1,11	—	0,98	0,50	0,12
54.	0,08	0,70	1,10	0,3	2,50	0,45	—	CO ₂ meš. plin	0,06 0,06	0,34 0,41	0,58 0,64	0,26 0,25	2,20 2,23	0,41 0,42	—

Tabela št. 5 — Mehanske lastnosti čistega vara

Tek. št.	Natezni preizkus					Zilavost V-Notch (kpm/cm ²)		
	zaščitni plin	meja raz. kp/mm ²	trdnost kp/mm ²	raztezek L = 5 d %	kontrakcija %	temperat. preizkušanja 20° 0° — 20° C		
A. VAC - 50								
1.	CO ₂	33,2	43,0	10,0	22,0	zvar porozen		
2.	CO ₂	34,3	42,8	7,13	20	zvar porozen		
3.	CO ₂ meš. pl.	40,7 43,5	47,7 51,3	20,0 13,0	49,6 21,0	10,0 8,0	8,0 6,0	5,0 5,0

Tek. št.	Natezni preizkus					Žilavost V-Notch (kpm/cm ²)		
	zaščitni plin	meja raz. kp/mm ²	trdnost kp/mm ²	raztezek L = 5 d %	kontrakcija %	temperat. preizkušanja		
						20°	0°	-20° C
4.	CO ₂ meš. pl.	42,9	50,6	15,0	35,0	9,5	8,0	5,0
		44,6	49,2	10,0	16,5	8,0	6,0	5,0
5.	CO ₂ meš. pl.	43,8	54,6	27,0	63,6	17,5	14,0	12,0
		48,9	57,2	24,0	61,2	15,0	12,0	7,0
6.	CO ₂	47,1	56,0	24,0	66,3	12,5	11,0	9,0
7.	CO ₂	41,7	52,5	26,0	60,0	16,0	15,0	10,0
8.	CO ₂	44,2	55,6	22,0	44,5	10,5	8,0	6,0
9.	CO ₂		54,7	28,0	70,8	15,0	13,0	9,0
B. VAC - 60								
10.	CO ₂	45,4	57,4	26,0	28,5	11,0	8,0	6,0
11.	CO ₂ meš. pl.	42,0	55,0	26,0	65,0	13,0	10,0	8,0
		42,0	56,0	28,0	68,0	16,0	12,0	10,0
12.	CO ₂	43,5	54,4	34,0	71,0	16,0	14,0	12,0
13.	CO ₂	45,9	56,0	30,0	71,0	16,2	14,5	12,5
14.	CO ₂	46,0	56,5	24,0	64,0	15,5	12,5	10,5
15.	CO ₂	44,4	54,4	30,0	65,2	16,0	13,0	12,0
16.	CO ₂	42,3	54,2	27,3	62,8	14,3	12,5	10,0
17.	CO ₂	45,5	55,9	24,0	68,0	14,0	10,5	9,5
18.	CO ₂	43,0	59,3	30,0	66,6	14,5	11,5	9,5
19.	CO ₂	43,0	54,5	29,0	68,0	12,3	9,5	7,3
20.	CO ₂	46,8	58,8	28,0	59,5	9,0	6,0	5,0
21.	CO ₂	45,0	55,5	28,0	68,2	16,0	14,0	12,0
22.	CO ₂	43,0	56,3	30,0	67,2	12,5	10,0	7,5
23.	CO ₂	42,7	54,5	28,0	60,3	13,0	9,5	6,5
24.	CO ₂	51,7	65,6	20,0	38,5	12,0	10,0	8,0
25.	CO ₂	44,5	56,0	28,0	67,0	15,0	13,5	11,5
26.	CO ₂	52,2	63,6	24,0	60,3	15,0	12,0	9,0
27.	CO ₂	49,2	61,4	26,4	66,5	12,5	8,5	7,0
28.	CO ₂	49,5	63,1	26,0	64,0	13,0	10,5	9,0
29.	CO ₂	42,9	54,3	28,0	69,0	12,5	9,5	8,5
30.	CO ₂	55,5	67,5	24,0	60,8	13,5	8,5	7,0
31.	CO ₂	48,0	60,0	26,0	65,0	12,0	9,0	7,0
32.	CO ₂	43,9	54,9	25,5	64,0	11,5	10,0	7,5
33.	CO ₂	47,1	58,0	23,0	63,5	12,25	9,5	8,0
34.	CO ₂	42,9	56,0	24,5	64,5	10,0	7,5	6,0
35.	CO ₂	45,0	58,0	25,3	66,2	10,0	8,0	6,0
36.	CO ₂	49,6	62,5	28,0	64,0	13,0	9,0	6,0

Tek. št.	zaščitni plin	Natezni preizkus				Žilavost V-Notch (kpm/cm ²)		
		meja raz. kp/mm ²	trdnost kp/mm ²	raztezek L = 5 d % ₀	kontrakcija %	temperat. preizkušanja		
						20°	0°	-20° C
37.	CO ₂	42,1	55,5	28,0	69,8	13,5	10,5	7,5
38.	CO ₂	51,4	64,3	24,0	63,5	9,0	6,0	4,0
39.	CO ₂	42,9	56,0	28,0	70,4	9,5	7,0	6,0
40.	CO ₂	45,5	65,3	25,0	65,2	11,75	9,5	6,5
C. VAC - 70								
41.	CO ₂	52,7	63,4	20,0	55,0	13,6	11,65	4,5
42.	CO ₂	53,0	64,2	20,0	44,5	10,0	9,5	8,5
43.	CO ₂	48,0	62,0	26,0	64,0	11,5	7,5	5,5
44.	CO ₂	48,0	59,0	24,0	64,0	12,5	9,5	6,5
45.	CO ₂ meš. pl.	54,5	62,5	26,0	62,5	12,5	8,5	6,5
		56,5	64,0	27,5	63,0	14,0	10,0	7,6
46.	CO ₂ meš. pl.	56,0	65,5	20,0	62,1	11,5	9,0	6,6
		63,0	72,0	20,0	56,0	13,0	9,5	7,5
47.	CO ₂ meš. pl.	48,5	60,3	22,0	55,0	11,0	6,2	5,1
		53,7	63,0	23,0	60,0	11,8	8,3	6,0
48.	CO ₂ meš. pl.	54,0	66,9	21,0	63,0	10,5	8,0	5,5
		65,6	75,5	18,0	59,0	12,5	10,0	7,5
49.	CO ₂ meš. pl.	58,0	70,0	22,0	62,0	11,0	6,2	4,5
		58,6	71,1	23,0	60,0	12,0	7,9	9,0
50.	CO ₂	65,0	72,7	20,0	62,0	11,5	8,0	6,5
51.	CO ₂	63,6	74,0	20,0	53,0	9,0	6,5	4,5
52.	CO ₂	67,5	72,0	20,0	58,0	9,0	5,0	3,5
53.	CO ₂	70,0	84,0	20,0	56,0	6,5	4,5	4,0
54.	CO ₂ meš. pl.	64,0	71,6	21,0	58,0	10,0	5,5	3,7
		64,7	72,0	22,0	61,0	13,5	8,3	5,7

jekel Č 0245, Č 0345, Č 0360. Pri varjenju teh jekel z žico VAC 60 dobimo zware s sorazmerno višjo trdnostjo, kot jo imajo običajno jekla. V mnogih primerih pa predpisi tega ne dovoljujejo in zahtevajo, da imajo tudi zvari nižjo trdnost. Zato je bilo poželjno, da bi se za varjenje teh jekel uvedla žica VAC 50, ki bi dala nižje mehanske trdnosti. Kot je razvidno take žice izrecno za varjenje v atmosferi CO₂ ni mogoče izdelati, temveč moramo v takem primeru ako želimo doseči nižjo trdnost uporabiti mešani plin ter ustrezno nižje legirano žico.

Nadaljnje preiskave od št. 9 do št. 40 so bile preiskave žic, tipa VAC 60, različnih sestav ter medsebojna primerjava lastnosti, z ozirom na različno vsebnost silicija in mangana. Pri tem smo ugotovili predvsem naslednje: Žice z nizkim silicijem v območju 0,60—0,70 % in nizkim manganom v območju 1,25—1,35 nimajo dobrih varilnih lastnosti. Zvari se ne razlivajo dobro in imajo

hrapavo površino. Žilavost je slaba. Žice z nizkim silicijem v območju od 0,60—0,80 in visokim manganom v območju 1,70—1,90 ravno tako nimajo dobrih varilno tehničnih lastnosti. Talina zvara je bolj gosto tekoča. Zaradi tega se zvari ne razlivajo lepo, temveč so zelo izbočeni. Posebno je to opazno pri varjenju kotnih zvarov, zaradi česar moramo variti s sorazmerno višjo jakostjo toka. Zaradi goste taline in slabega razlivanja te žice tudi niso primerne za varjenje tanjših pločevin, ko varimo samo z enim varkom. Površina zvarov je hrapava. Nastala žindra ima zaradi večje vsebnosti manganovih oksidov nižje tališče in se zato bolj zapeče in težje odstranjuje. Zaradi večje vsebnosti manganovih oksidov je žindra tudi bolj temno rjave barve. Dobimo pa s temi žicami sorazmerno dobro žilavost. Zvari imajo v tem primeru nižji silicij in višji mangan kot zvari, dobljeni z ostalimi žicami, kar ugodno vpliva na žilavost. Prav tako vsebnost nizkega

silicija in višjega mangana ugodno vpliva na boljšo obstojnost zvarov pri hladnem preoblikovanju.

Žice z vsebnostjo silicija v območju 0,80—1 % in mangana v območju 1,40—1,60 % imajo dobre varilno tehnične lastnosti ter zadovoljive mehanske lastnosti. Talina zvara je lažje tekoča. Zvari se lepo razlivajo. Nastala žindra je zelenkasto rjave barve in se rada odstranjuje.

Žice z višjim silicijem v območju 1—1,20 % in manganom v območju 1,50—1,80 % imajo zelo dobre varilnotehnične lastnosti. Talina zvara je zaradi vsebnosti višjega silicija lahko tekoča. Zvari se lepo razlivajo in oblikujejo. Nastala žindra je svetlo zelene barve. Zaradi dobrih varilno-tehničnih lastnosti in lepega razlivanja so žice teh sestav tudi primerne za varjenje tanjših pločevin — posebno še pri varjenju od zgoraj navzdol. Žilavost zvara je nekoliko nižja kot pri žicah z nizkim silicijem. Prav tako je obstojnost zvarov pri hladnem preoblikovanju manjša. Z ozirom na to, da dobimo z žicami z nižjo vsebnostjo silicija boljšo žilavost, a slabše varilno tehnične lastnosti, pri žicah z višjim silicijem pa boljše varilnotehnične lastnosti, a nekoliko slabšo žilavost, se je kot najprimernejša srednja sestava pokazala sestava s Si 0,80—1,00 % in Mn 1,40—1,70 %. Na ta način dobimo še vedno zadosti dobro razlivanje in oblikovanje zvarov ob istočasnih zadovoljivi žilavosti.

Od št. 41 nadalje so bile preizkušene žice, ki so namenjene za varjenje visokotrdnih jekel, trdnosti nad 60 kp/mm².

Za začetne preiskave smo uporabili žice, ki so bile legirane samo s silicijem in manganom. Vendar samo z večjo vsebnostjo silicija in mangana ni bilo mogoče doseči zadovoljive rezultate. Dobljene so bile prenizke mehanske vrednosti, ki naj bi jih žice za varjenje visokotrdnostnih jekel imele. Tako smo dosegli pri vsebnosti 1,20 % Si in 2 % Mn mehanske vrednosti, ki so bile le minimalno višje, kot jih dobimo z žico VAC 60. Poleg tega razlivanje in oblikovanje zvarov zaradi visoke vsebnosti mangana ni najboljše. Zato so bili nadaljnji poizkusi narejeni z žicami, legiranimi z Mo, NiMo, NiV, NiMoV. Pri tem smo pri varjenju v zaščitni atmosferi CO₂ dosegli zadovoljive rezultate do trdnosti 70 kp/mm². Pri žicah, kjer smo dobili pri varjenju v zaščitni atmosferi CO₂ višjo trdnost od 70 kp/mm², nismo dobili več zadovoljivih rezultatov za žilavost. S tem dobimo tudi odgovor na vprašanje, v katerem območju trdnosti je možno zadovoljivo variti v atmosferi CO₂. Iz navedenih poizkusov je razvidno, da je to območje trdnosti 50—70 kp/mm². Jekla pod to trdnostjo in nad njo pa moramo variti z uporabo mešanega plina.

Z ozirom na izvršene preiskave varilno tehničnih in mehanskih lastnosti z žicami različnih sestav se je izkazalo, da od vseh preizkušenih žic pridejo v poštev za varjenje v zaščitni atmosferi predvsem sestave žic, ki jih prikazuje tabela št. 6.

Podane so tudi dobljene mehanske lastnosti čistih varov, ki so bile dosežene z uporabo odgovarjajočih zaščitnih plinov.

Za določitev vpliva dimenzije na mehanske lastnosti smo preiskovali čiste vare z žicami Ø 0,8 in 1,2 in 1,6 mm, izdelanimi iz iste šarže, to je z enako kemijsko sestavo. Dobljeni rezultati so prikazani v tabeli št. 7. Iz teh je razvidno, da dimenzija žice nima bistvenega vpliva na mehanske lastnosti, razen na žilavost, ki je pri žicah Ø 0,8 nekoliko boljša.

ZAKLJUČEK

Z ozirom na izvršene raziskave je razvidno, da v atmosferi CO₂ lahko uspešno varimo samo jekla v območju trdnosti 50—70 kp/mm². Za varjenje jekel s trdnostjo pod 50 kp/mm² ne moremo izdelati ustrezne žice, ki bi bila uporabna za ta namen. Zato lahko ta jekla varimo pri uporabi CO₂ samo z žicami, s katerimi dobimo višjo trdnost zvara. Pri varjenju jekel višjih trdnosti, tj. nad 70 kp/mm² pa pri uporabi CO₂ kot zaščitne atmosfere ne dobimo več zadovoljive žilavosti. Zato moramo tako v prvem kot v drugem slučaju uporabiti mešani plin.

Pokazalo se je tudi, da je za dosego dobre žilavosti zelo važna vsebnost silicija in mangana v zvaru. Iz preizkusov je razvidno, da je bila mnogo boljša žilavost dosežena pri zvarih, pri katerih je bila vsebnost silicija pod 0,50 %, a vsebnost mangana nad 1 %. Zato morajo žice, ki so namenjene za varjenje visokotrdnih jekel, vsebovati sorazmerno nižji silicij in višji mangan, kljub temu da so s tem varilno tehnične lastnosti nekoliko slabše.

Po oceni in pregledu sestav preizkušenih žic ter po analizi dobljenih rezultatov bi za varjenje jekel v zaščitni atmosferi prišle v poštev predvsem sestave žic, ki jih prikazuje tabela št. 8.

Rezultati v tabeli veljajo pri uporabi CO₂.

Pri uporabi mešanega plina Ar + CO₂ pa so rezultati za 2—3 kp/mm² višji. Prav tako dobimo boljšo žilavost. Sestava št. 1 pa je namenjena za uporabo mešanih plinov, predvsem za varjenje jekel do 50 kp/mm². Zvari imajo zaradi uporabe mešanih plinov in nizke vsebnosti silicija dobro žilavost. Namenjena je tudi za taka varilska dela, kjer se zvari kasneje hladno preoblikujejo. Žice št. 2—4 so namenjene za varjenje jekel, trdnosti 50—65 kp/mm². Sestava št. 2 je namenjena predvsem za večvarkovno varjenje debelejših pločevin, in to predvsem tam, kjer se zahteva višja žilavost. Sestava št. 4 ima večjo vsebnost silicija. Zaradi boljših varilno tehničnih lastnosti je namenjena predvsem za varjenje tanjših pločevin, posebno še za varjenje od zgoraj navzdol. Sestava št. 3 pa je namenjena za univerzalno uporabo.

Sestave od št. 5 dalje so namenjene za varjenje jekel, trdnosti nad 60 kp/mm².

Tabela št. 6: Sestava in mehanske lastnosti žic za varjenje v zaščitni atmosferi

Analiza žice							plin	meja razt. kp/mm ²	trdnost kp/mm ²	raztezek L = 5 d %	žilavost		
C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V					20°	0°	— 20°
0,10	0,38	0,97	0,25	+Ti	,—	—	CO ₂	45,5	55,1	25,0	16,0	11,7	9,2
								39,5	47,8	29,0	16,2	10,0	9,0
								35,6	44,5	34,0	16,0	10,0	9,0
0,10	0,70	1,70	—	—	,—	—	CO ₂	48,9	55,2	24,0	11,6	10,0	7,2
											12,2	10,3	7,3
											15,0	12,1	7,7
0,10	0,90	1,50	—	—	,—	—	CO ₂	41,0	54,4	30,0	16,0	12,0	8,5
											15,5	10,5	7,5
											14,5	10,5	9,0
0,10	0,90	1,50	—	—	,—	—	CO ₂	44,2	55,7	26,0	14,5	10,5	7,5
											15,0	7,5	6,5
											14,5	9,5	7,5
0,12	1,10	1,70	—	—	,—	—	CO ₂	47,3	61,0	25,0	12,0	8,5	7,0
											11,0	7,5	6,0
											12,5	8,5	6,5
0,08	1,05	1,35	—	—	0,32	—	CO ₂	48,0	59,0	24,0	12,3	9,1	6,0
											12,4	9,5	6,5
											12,6	9,9	6,6
0,11	0,80	1,45	—	—	0,54	—	CO ₂	56,0	65,5	20,0	10,0	6,7	6,6
								56,0	66,9	24,0	11,5	8,7	6,6
											11,6	7,5	5,7
0,10	0,93	1,58	—	1,04	0,38	—	CO ₂	63,0	72,0	20,0	12,2	9,0	6,5
											12,7	9,7	6,5
											13,1	9,7	8,1
0,10	0,93	1,58	—	1,04	0,38	—	CO ₂	54,0	66,9	21,0	10,3	7,9	5,3
								61,1	72,0	20,0	10,6	8,0	5,6
											10,6	8,5	6,0
0,10	0,93	1,58	—	1,04	0,38	—	CO ₂	65,6	75,5	18,0	12,2	9,0	7,5
											12,2	10,2	7,2
											11,5	11,0	8,5
0,08	0,50	1,80	—	1,10	0,36	—	CO ₂	54,0	66,9	20,0	10,0	6,0	5,0
								61,1	72,0	20,0	11,0	7,0	6,0
											12,0	6,0	5,2
0,08	0,50	1,80	—	1,10	0,36	—	CO ₂	53,7	63,4	20,0	11,5	8,0	7,5
											12,5	8,5	6,5
											12,5	8,0	6,5
0,12	0,70	1,70	—	1,0	—	0,10	CO ₂	58,0	70,0	21,0	10,0	6,2	4,5
								55,0	64,5	22,0	10,5	6,5	4,5
											11,5	7,0	5,5
0,10	0,97	1,57	—	1,0	—	0,11	CO ₂	55,6	66,1	23,0	11,5	8,0	8,0
											12,0	8,2	8,5
											13,0	7,5	9,0
0,10	0,97	1,57	—	1,0	—	0,11	CO ₂	65,0	72,7	20,0	11,0	7,7	5,8
								62,5	70,0	22,0	11,9	8,5	6,5
											11,9	8,7	7,3
0,10	0,90	1,63	—	0,53	0,29	0,12	CO ₂	63,6	74,0	20,0	8,5	6,4	4,6
											9,5	5,9	5,1
											9,0	7,3	5,3
0,12	0,90	1,45	—	1,0	0,50	0,13	CO ₂	68,8	84,0	20,0	6,25	4,1	3,5
											6,5	4,75	4,1
											6,75	4,75	4,1
0,10	0,50	1,20	—	1,20	0,40	0,10	CO ₂	67,5	72,0	20,0	8,0	6,5	4,5
											9,5	6,5	5,5
											8,5	7,5	5,5

Tabela št. 7 — Mehanske lastnosti žic različnih dimenzij

Lastnosti čistega vara

C	sestava žice		dimenz. žice Ø mm	sestava čistega vara			meja raztez. kp/mm ²	trdnost kp/mm ²	raztezek L = 5 d %	kontrakc. %	Žilavost V-Notch kpm/cm ²			
	Si	Mn		C	Si	Mn					20°	0°	— 20°	
1.	0,11	0,75	1,80	0,8	0,10	0,39	1,24	47,6	59,2	26,0	53,0	16,0	14,0	13,0
				1,2	0,09	0,37	1,14	46,0	56,5	24,0	64,0	15,0	11,75	10,2
				1,6	0,10	0,34	1,10	43,0	53,4	32,0	60,0	12,0	8,6	6,5
2.	0,12	1,10	1,45	0,8	0,10	0,75	1,06	50,1	61,8	20,0	52,0	14,5	11,0	10,5
				1,2	0,08	0,77	1,03	47,5	58,2	24,0	71,0	12,5	9,5	9,0
				1,6	0,10	0,71	1,01	48,5	61,9	26,0	60,4	11,5	8,0	7,0
3.	0,12	0,75	1,90	0,8	0,11	0,46	1,42	54,8	63,0	23,0	59,0	14,5	11,5	8,5
				1,2	0,06	0,45	1,26	44,6	54,7	28,0	65,2	16,0	12,5	11,5
				1,6	0,10	0,45	1,33	46,3	58,5	28,0	70,5	17,5	12,0	10,5
4.	0,13	0,90	1,70	0,8	0,10	0,70	1,30	48,0	59,3	25,0	65,0	13,25	9,5	7,25
				1,2	0,11	0,66	1,21	47,5	57,2	25,0	66,0	14,0	10,0	6,25
				1,6	0,12	0,68	1,25	45,0	55,0	30,0	65,9	14,0	9,5	7,5
5.	0,10	0,65	1,70	0,8	0,07	0,35	1,23	43,9	56,6	24,0	63,6	16,5	13,0	12,0
				1,2	0,08	0,38	1,40	46,0	59,0	24,0	51,0	15,0	12,0	9,0
				1,6	0,07	0,36	1,26	46,1	57,0	28,0	70,0	15,0	13,0	10,0
6.	0,14	0,97	1,50	0,8	0,12	0,75	1,15	44,5	65,6	20,0	58,5	12,5	10,5	9,5
				1,2	0,11	0,70	1,11	49,5	63,1	26,0	64,0	13,0	11,0	8,0
				1,6	0,10	0,62	0,96	49,0	59,8	26,0	65,1	14,0	10,5	9,0
7.	0,11	0,92	1,55	0,8	0,10	0,64	1,30	45,0	62,5	19,0	55,5	11,0	9,5	7,5
				1,2	0,10	0,70	1,26	51,7	65,6	20,0	58,5	12,5	9,0	7,5
				1,6	0,10	0,65	1,22	54,7	66,2	24,0	69,0	12,0	10,5	8,0

Tabela št. 8

	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V	kp/mm ² meja raz.	trdnost	mkp/cm ² žilavost
1.	0,10	0,40	1,00	0,25	—	—	—	35—45	45—55	14—16
2.	0,10	0,70	1,70	—	—	—	—	40—48	50—58	12—16
3.	0,10	0,90	1,60	—	—	—	—	42—50	52—60	10—16
4.	0,12	1,10	1,70	—	—	—	—	44—52	54—64	8—14
5.	0,10	0,70	1,70	—	—	0,50	—	52—60	62—70	9—13
6.	0,10	0,70	1,70	—	1,0	0,30	—	52—60	62—70	9—13
7.	0,10	0,70	1,70	—	1,0	—	0,10	56—64	66—74	8—12
8.	0,10	0,70	1,70	—	0,50	0,25	0,10	56—64	66—74	8—12
9.	0,10	0,70	1,70	—	0,55	0,25	0,10	60—68	70—78	6—10
10.	0,10	0,70	1,70	—	1,0	0,50	0,10	66—74	76—84	4—7

Tabela št. 9

predvidena oznaka	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	kp/mm ² trdn. č. vara	namen uporabe
VAC 50	0,10	0,35	1,00	0,25	—	—	45—55	za jekla do 55 kp/mm ²
VAC 60	0,10	0,90	1,60	—	—	—	52—60	za jekla 50—65 kp/mm ²
VAC 65	0,12	1,10	1,70	—	—	—	54—64	za varjenje tankih pločevin, reparature
VAC 70 (Mo)	0,10	0,70	1,70	—	—	0,50	62—70	za jekla 60—75 kp/mm ²
VAC 70 (NiMo)	0,10	0,70	1,70	—	1,0	0,30	62—70	

Iz vsega navedenega sledi, da bi torej za izdelavo žice VAC 50, v kolikor bi se za to pokazala potreba, prišla v pošte sestava št. 1. Za izdelavo žice VAC 70 pa bi prišle v pošte sestave št. 5 in št. 6.

Kot končni rezultat bi torej za potrebe varjenja jekel do 75 kp/mm² bile najbolj primerne žice, ki jih prikazuje tabela št. 9.

III. PREISKAVE ZVARNIH SPOJEV

Preiskave so imele namen ugotoviti uporabnost posameznih žic za varjenje posameznih kvalitet jekel.

Izvršene so bile naslednje preiskave:

1. preiskave spojev kvalitet Č 0345, Č 0460, Č 0462 in Č 0562 z žico VAC 60

2. Preiskave spojev visokotrdnega jekla z min. mejo raztezanja 50 kp/mm² z žico VAC 60 in VAC 70 (Mo)

3. Preiskave spojev kvalitete HPA-10 z VAC 70 (Mo) in VAC 70 (NiMo).

Preiskave zvarnih spojev kvalitet Č 0345, Č 0460, Č 0462, Č 0562

Preiskave so bile izvršene z uporabo žice VAC 60. Uporabljena je bila pločevina, debeline 12 mm. Velikost vzorcev zvarjenega spoja je znašala 800 × 300 × 12 mm. Izdelani so bili V zvari s popravo korena pod naslednjimi pogoji:

žica Ø 1,2 mm
jakost toka: 180 A
napetost toka: 26 V

Tabela št. 10: Natezni preizkus

Kvaliteta	natezni preizkus spoja		natezni preizkus čistega zvara		
	trdnost kp/mm ²	meja raztežka kp/mm ²	trdnost kp/mm ²	raztezek l = 5 d %	upogib. stop.
Č 0345	40,5 pretrgal v osnovi	44,5	59,9	30	2 × 180
Č 0460	47,7 47 pretrgal v osnovi	41,8 47,4	56,8 57,1	32,0 28,0	2 × 180
Č 0462	53,9 52,0 pretrgal v osnovi	44,9 46,9	58,5 60,0	20,0 24,0	2 × 180
Č 0562	59,5 60,0 pretrgal v osnovi	46,4 46,0	59,0 58,6	24,0 28,0	2 × 180

pomik žice: 6 m/min.
pretok plina: 15 l/min.
položaj varjenja: vodoraven

Iz vzorcev smo preiskovali naslednje:

1. mehanske lastnosti spoja in čistega zvara
2. zarezno žilavost zvara in prehodne cone
3. pregibni kot alfa
4. trdoto po preseku zvara
5. radiografski izvid

Rezultati preiskav

Rezultati preiskav so prikazani na tabelah št. 10, 11, 12, 13.

Tabela št. 11: Žilavost V-Notch — kpm/cm²

temp.	zvar		prehodna cona	
	20°	0°	20°	0°
Č 0345	8,7	8,6	7,3	5,6
	5,2	6,0	9,2	6,3
	0,6	6,0	10,0	7,3
Č 0460	15,1	11,5	12,3	8,2
	16,2	14,7	11,2	8,5
	17,4	12,5	10,0	9,2
Č 0462	7,8	6,8	6,9	6,0
	8,7	6,5	7,1	6,3
	7,1	6,3	6,6	7,5
Č 0562	7,8	6,8	6,6	5,3
	8,7	6,5	7,2	6,7
	7,1	6,3	7,4	5,4

Tabela št. 12: Trdota po preseku zvara — HB

Kvaliteta	zvar	prehodna cona	osnova
Č 0345 V	200—223	174—207	165—172
Č 0460	184—207	156—174	156—165
Č 0462	168—198	160—211	145—160
Č 0562	195—239	180—229	164—170
Č 0562	195—239	180—229	164—170

Tabela št. 13: Radiografski izvid

Kvaliteta	ocena
Č 0345 V	5
Č 0460	5
Č 0462	5
Č 0562	5

Ocenjevanje je bilo izvršeno po mednarodni rentgenkoteki IIW/IIS; najboljši zvar = 5, najslabši = 1.

Zaključek: Rezultati potrjujejo kvalitetno izvedbo. Mehanske lastnosti so zadovoljive. Žilavost zvara je v mejah zahtevanih vrednosti, zato se žica VAC 60 lahko uporabi za varjenje teh kvalitet.

Preiskave zvarnega spoja jekla z minimalno mejo raztezanja 50 kp/mm²

Preiskave so bile izvršene z žico VAC 60 in VAC 70 (NiMo)

1. Sestava jekla:	C	Si	Mn	Ti	Al
	0.20	0.60	1.55	0.15	+

3. Sestava uporabljenih žic

	C	Si	Mn	Ni	Mo
VAC 60	0.11	0.87	1.72	—	—
VAC 70 (NiMo)	0.10	0.93	1.58	1.04	0.38

2. Mehanske lastnosti jekla

meja raztez. kp/mm ²	trdnost kp/mm ²	raztezek L = 5d %	žilavost kpm/cm ²	upogib stop.
52	69.5	28	10.75	180

Namen preiskave je bil ugotoviti uporabnost žice VAC 60 in VAC 70 za varjenje pločevine omejenjene kvalitete. Za preiskavo smo uporabili pločevino, debeline 8 mm. Izdelan je bil V-zvar s popravo korena. Varili smo pod naslednjimi pogoji:

žica	Ø 1.2
napetost toka:	26 V
jakost toka:	180 A
pomik žice	6 m/min
pretok plina	15 l/min

Rezultati preiskav z žico VAC 60

Narejene so bile naslednje preiskave:

- A. brez predgrevanja — vmesni sloji ohlajani na 100° C
- B. brez predgrevanja — varjenje neprekinjeno brez ohlajanja vmesnih slojev
- C. predgrevanje na 250° — ohlajanje vmesnih slojev na 150° C
- D. predgrevanje na 350° C — ohlajanje vmesnih slojev na 150° C

Dosegli smo naslednje rezultate:

(Tabela št. 14, 15)

Vsi preizkušanci so se pretrgali v osnovnem materialu

Tabela št. 15. Trdota po preseku zvara

	prehodna cona	osnova	zvar
A.	290—380	210	207
B.	318—406	210	198
C.	280—290	201	198
D.	266—285	198	198

Preiskave so pokazale, da je v obeh primerih, ko smo varili brez predgrevanja, z ohlajanjem in brez ohlajanja vmesnih slojev, prehodna martenizna cona zelo ostro izražena in ima pri poizkusu, ko varimo brez ohlajanja vmesnih slojev, pri vrhu zvara trdote 390—460 HB, po sredini zvara pa 318—343 HB. Če pa vmesne sloje ohlajamo na 100°, pa je trdota prehodne cone pri vrhu zvara ca. 380 HB, po sredini pa 290—312 HB. Spoji, ki so bili predhodno predgrevani na temp. 250 in 350° C, imajo znatno nižjo trdoto prehodne cone, ki v nobenem primeru ne presega 300 HB. Metalografska preiskava je pokazala, da je struktura pregrete cone osnovnega materiala, ki meji na zvar, feritno perlitna, zaradi česar so tudi trdote nižje kot pri vzorcih, varjenih brez predgrevanja.

Tabela št. 14. Mehanske lastnosti

	meja raztez. kp/mm ²	trdnost kp/mm ²	raztezek l = 5d %	upogib stop.	žilavost kpm/cm ² 20°	V-Notch 0°
A.	52	69.4	25.0	2 × 180	10.2	8.5
B.	55	70.5	22.0	2 × 180	9.5	9.0
C.	52.3	69.5	22.0	2 × 180	10.3	8.3
D.	51.5	68.9	23	2 × 180	10.7	8.7

Rezultati preiskav z žico VAC 70 (NiMo)

Varili smo pri naslednjih pogojih:

Predgrevanje na 250° C. Ohlajanje vmesnih slojev na 150° C.

Rezultati preiskav:

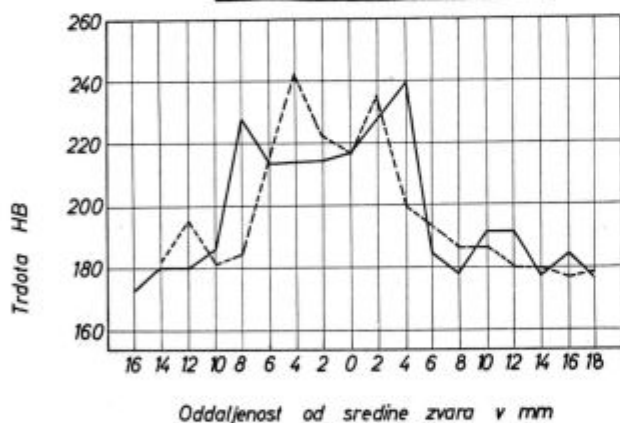
Mehanske lastnosti prikazuje tabela št. 16

Tabela št. 16

meja raztez.	trdnost	upogib	raztezek	žilavost	V-Notch
kp/mm ²	kp/mm ²	stop.	l = 5d %	kp/cm ² 20°	0°
54,2	72,3	22,0	2 × 180	7,2	6,0
				8,3	6,0
				8,5	6,3

Preizkušane se je pretrgal v osnovnem materialu.

Meritev trdot zvarnega spoja je podana na sliki št. 1.



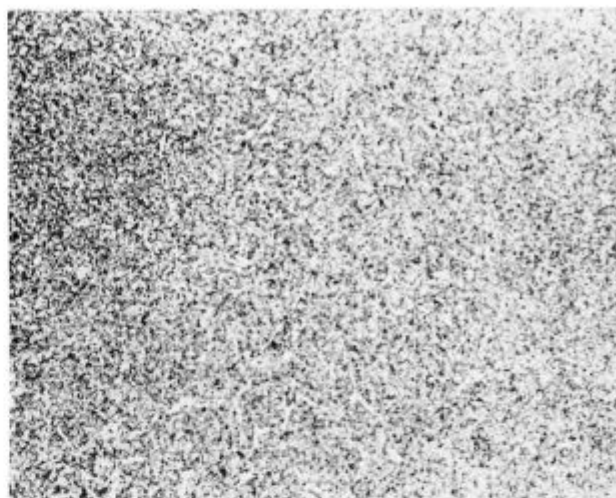
Slika št. 1
Zvarni spoj z žico VAC 70 (NiMo)

Strukture zvara prehodne cone in osnovnega materiala pa prikazujejo slike št. 2, št. 3. in št. 4.

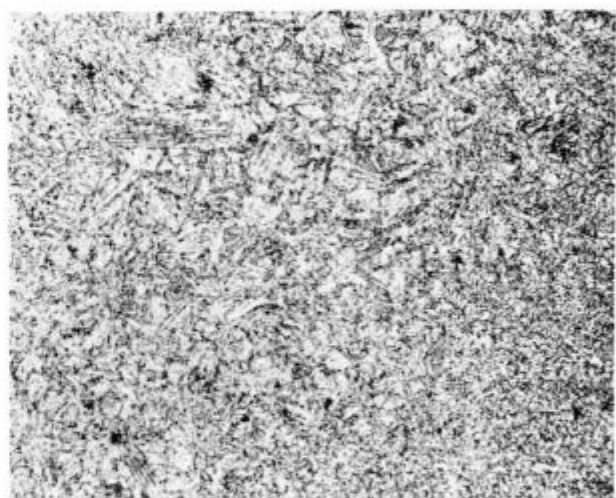
Doseženi rezultati so ugodni. Z ozirom na to, da smo varili s predgrevanjem, je trdota prehodne cone v mejah 210—240 HB.

Zaključek:

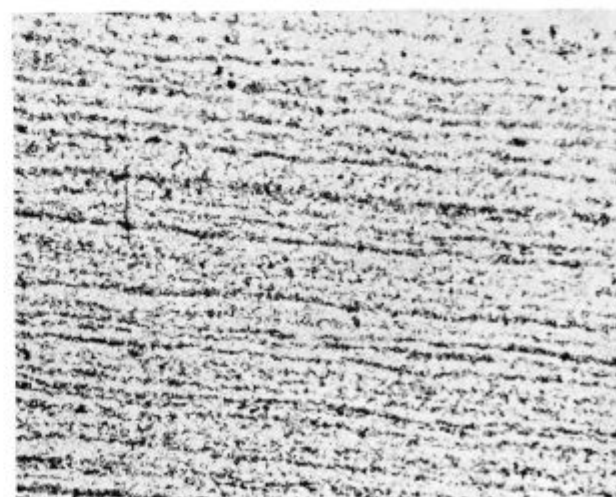
Za varjenje jekel z mejo raztezanja min. 50 kp/mm² se priporoča predgrevanje, ki bi moralo biti temperaturno tako regulirano, da bi trdota v prehodni coni ne preseгла 300 HB ob istočasnem ohlajanju varkov na 100—150° C. Če



Slika št. 2
Mikrostruktura zvara (200:1)



Slika št. 3
Mikrostruktura prehodne zone (200:1)



Slika št. 4
Mikrostruktura osnovnega materiala (200:1)

varimo brez predgrevanja, dobimo zaradi tvorbe martenzitne strukture v prehodni coni konice izredno visoke trdote, ki presegajo tudi 400 HB.

Z ozirom na dobljene rezultate je razvidno, da dobimo z žico VAC 60 pri tej debelini pločevine (8 mm) spoj z dovolj visoko trdnostjo in mejo raztezanja ter ni potrebna žica z višjo trdnostjo čistega vara.

Trdota po preseku zvara

Preiskave zvarnega spoja kvalitete HPA 10

Preiskave so bile izvršene s pločevino, debeline 10 mm. Izdelana sta bila dva V zvara z žico VAC 70 (Mo) in VAC 70 (NiMo). Namen preiskave je bil določiti uporabnost obeh žic za varjenje te kvalitete.

Sestava pločevine:

C	Si	Mn	Cr	Cu	Ni	Mo
0.22	0.93	1.16	0.71	0.20	0.11	0.40

Sestava žic:

	C	Si	Mn	Ni	Mo
VAC 70 (Mo:)	0.11	0.80	1.45	—	0.54
VAC 70 (NiMo)	0.10	0.93	1.58	1.04	0.38

Pred varjenjem je bila pločevina odžarjena na temperaturi 720° C.

Pogoji varjenja:

žica	Ø 1.2 mm
jakost toka:	180 A
napetost toka:	26 V
pomik žice	6 m/min.
pretok plina:	15 l/min.
predgrevanje na	250° C.

Med varjenjem je bila temperatura varjenja 250° C.

Po varjenju smo pločevino počasi ohlajali.

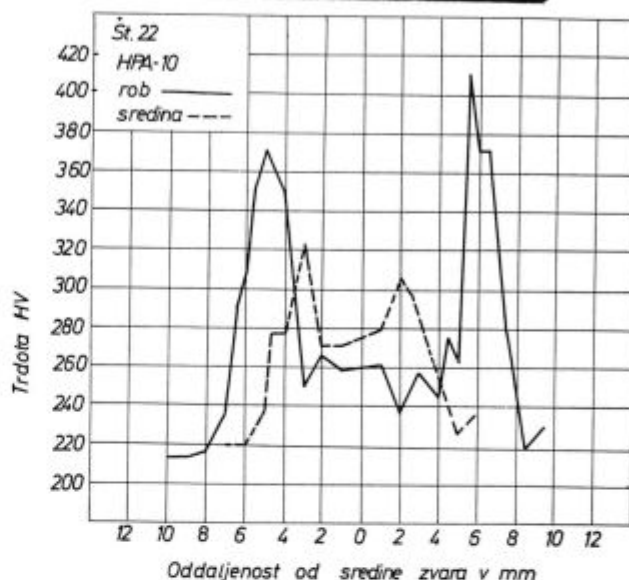
Rezultati preiskav

1. Mehanske lastnosti zvarnega spoja prikazuje tabela št. 17

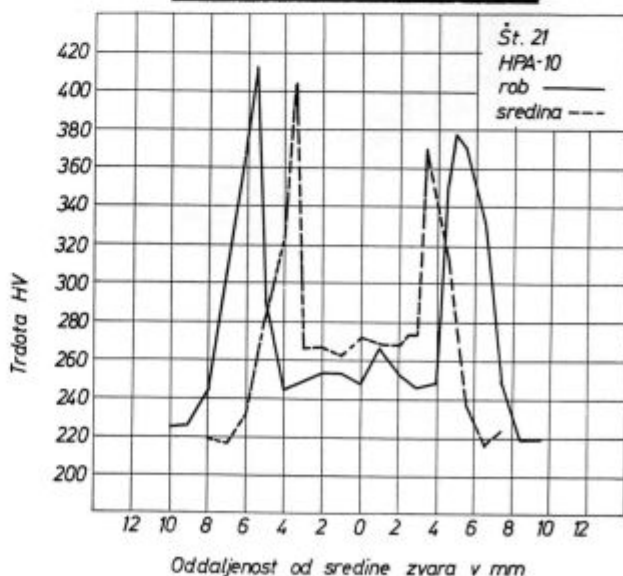
Preizkušanca sta se pretrgala v osnovnem materialu

2. Trdota po preseku zvara

Meritev trdot zvarnega spoja je podana na slikah št. 5 in št. 6.



Slika št. 5
Zvarni spoj HPA — 10 z žico VAC 70 (Mo)



Slika št. 6
Zvarni spoj HPA — 10 z žico VAC 70 (NiMo)

Tabela št. 17

uporabljena žica	meja raztez. kp/mm ²	trdnost kp/mm ²	raztezek l = 5d %	upogib stop.	žilavost		V-Notch 0°
					-20°	20°	
VAC 70 (Mo)	58	72.5	18	2 × 180	8.6	6.1	4.9
					9.4	6.4	5.6
					9.9	6.9	6.0
VAC 70 (NiMo)	59.0	73.0	25	2 × 180	7.5	6.0	4.4
					9.0	6.0	4.6
					9.1	6.0	6.0

3. Kemijska analiza čistega zvara

	C	Si	Mn	Cr	Cu	Ni	Mo
spoj VAC 70 (Mo)	0.13	0.65	0.11	0.31	0.18	0.09	0.53
spoj VAC 70 (NiMo)	0.14	0.70	1.10	0.40	0.20	0.65	0.35

Zaključek:

Z obema žicama dobimo zadovoljive rezultate. Pri tem dobimo z žico, ki je legirana samo z Mo, celo nekoliko boljše žilavost.

Literatura:

1. Leon Knez: Priručenik za upotrebu dodatnog materijala
2. Ivan Limpel: Varjenje v zaščiti CO₂
3. Dr. I. Masumoto: Verfahrenstechnische und werkstoffkundliche Fragen der CO₂-schweissung. Schweisstechnik (Wien) št. 1/1965
4. Phoenix-Union — Das Schweißen im Handwerk

ZUSAMMENFASSUNG

Die Silizium-Mangan-legierte Drahtelektrode mit einer durchschnittlichen Zusammensetzung C = 0.10 %, Si = 0.90 %, Mn = 1.60 % ist für das Schutzgasschweißen von Stahl mit einer Zugfestigkeit bis zu 60 kp/mm² bestimmt. Die Zugfestigkeit des Schweißgutes beträgt von 52 bis 58 kp/mm². Für das Schweißen der Stähle mit einer niedrigeren oder höheren Festigkeit als die der VAC 60 haben wir bisher keine geeigneten Drahtelektroden gehabt. Es sind deswegen mehrere Drahtelektroden verschiedener Zusammensetzung ausgefertigt und geprüft worden. Auf Grund dieser Untersuchungsergebnisse sollte in den Produktionsprogramm auch die Drahtelektrode VAC 50 für das Schweißen der Stähle bis zu 50 kp/mm² Zugfestigkeit,

und VAC 70 für das Schweißen der Stähle bis zu 70 kp/mm² Zugfestigkeit eingeführt werden. Gleichzeitig ist auch der Einfluss des Si: Mn Verhältnisses auf die mechanischen Eigenschaften, auf die schweisstechnischen Eigenschaften, und auf die Formgebung der Schweißnaht untersucht worden.

Es ist auch der Anwendungsbereich für CO₂ Schutzgas in dem noch zufriedenstellende Ergebnisse erzielt werden, bestimmt worden. Neben dem sind auch Vergleichsuntersuchungen über die mechanischen Eigenschaften des Schweißgutes verschiedener Dickenabmessungen und gleicher Zusammensetzung durchgeführt worden.

SUMMARY

The wire for welding in CO₂ atmosphere — VAC 60, with average composition 0.10 % C, 0.90 % Si, 1.60 % Mn is intended for welding steels with strength up to 60 kp/mm². Tensile strength of pure weld is 52 to 58 kp/mm². For welding steels with lower and higher strengths as intended with VAC 60 wire no corresponding welding wires were available till now. Therefore wires with various compositions were made and tested and basing on the obtained

results also VAC 50 and VAC 70 wires will be introduced into our production program for welding steels with strengths 50 and 70 kp/mm² respectively. Simultaneously also influence of Si: Mn ratio on mechanical properties, welding properties, usability of CO₂ as protecting gas was determined in which satisfactory results are still obtainable. Also mechanical properties of pure weld with wires of various dimensions but the same composition were compared.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Для сварки стали прочности до 60 кг/мм² в атмосфере CO₂ применяется проволока VAC-60 с содержанием: C = 0.10 %, Si = 0.90 % и Mn = 1.60 %. Сопротивление разрыву чистого сварного шва находится в пределах между 52—58 кг/мм². Для сварки сталей прочности выше и ниже тех которые соответствуют проволоки VAC-60 исследовано несколько проволок различного химического состава которые бы дали возможность взять в программ выработку проволоки VAC-50, для сварки стали прочности

до 50 кг/мм² и проволоки VAC-70 для стали прочности до 70 кг/мм². Параллельно с этим исследовано влияние отношения Si: Mn на механические, сваро-технические свойства а также и на формирование сварочного слоя. Определена область применения CO₂ как защитного газа в которой получены ещё удовлетворительные результаты. Сравнены также механические свойства чистого сварочного шва проволок различной толщины но одинакового химического состава.

Elektronska mikroanaliza trdnih kovinskih in nekovinskih snovi

A. UVOD

V tem sestavku smo si namenili opisati značilnosti elektronske mikroanalize v takem obsegu, da bi bili raziskovalci različnih strok poučeni o principih elektronske mikroanalize, da bi dobili pregled o bistvenih sestavnih delih elektronskih mikroanalizatorjev, spoznali metode za analize in preiskave, dobili predstavbo o analitskih možnostih, elektronskih mikroanalizatorjev in končno vedeli kakšne so napake pri elektronski mikroanalizi.

Sestavek ni namenjen raziskovalcem, ki se bavijo s problemi mikroanalize, ampak raziskovalcem, ki bi radi uporabljali to metodo za preiskavo snovi. Zato smo iz sestavka izpustili vse, kar smo smatrali, da je drugotnega pomena za uporabnike analiz, od bolj obširnega fizikalnega opisa osnovnih principov elektronske mikroanalize do matematičnih postopkov za izračunavanje popravk.

Upamo, da smo uspeli in da je sestavek dovolj dostopna in dokumentirana informacija iz katere bodo zainteresirani lahko izluščili vse osnovne podatke, katere potrebujejo, da bi lahko elektronsko mikroanalizo koristno vključili v svoje delo.

B. METODE ZA MIKROANALIZO

Metode za mikroanalizo so osnovane na **absorbiciji** in **emisiji** X žarkov. Razvija se tudi metoda, pri kateri z joni izbijamo iz površine snovi tanke sloje atomov in jih nato analiziramo v masnem spektrografu. Ta tehnika pa prihaja sedaj v poštev le za posebne fizikalne preiskave. Bolj razširjena **absorbcijska** analiza sloni na razliki v absorpcijskem koeficientu za X žarke med različnimi atomi. Tudi ta metoda ni toliko dovršena, da bi dovoljevala kvantitativne preiskave, marveč se rabi le za kontaktno ali pa projekcijsko **rentgensko mikroradiografijo**.

Pri emisijski analizi se vzbuja atome z X žarki, to je **fluorescenčna** metoda ali z elektroni, to je **elektronska analiza**, zabeležen signal pa so v obeh primerih X žarki.

Uporabnost fluorescenčnega vzbujanja pri mikroanalizi omejuje razmeroma globoko prodiranje X žarkov in majhna gostota snopa. Zato ta tehnika ne prihaja v poštev za mikroanalizo, pač pa se je razširila pri **makroanalizi**.

Za mikroanalizo je najprimernejša metoda, pri kateri vzbuja atome s finim snopom incidenč-

nih (vpadnih) elektronov in beležimo nastale X žarke. Spekter emitiranih X žarkov je kompleksen, kar je slaba stran, katero pa široko kompenzirajo naslednje prednosti:

- možnost vzbujanja s snopom, ki ima zelo majhen premer,
- plitvo prodiranje elektronov v globino analizirane snovi,
- možnost vzbujanja praktično vseh atomov, razen helija in vodika,
- enostavno finofokusiranje elektronskega snopa z energijami 5 do 50 keV, kar pokriva celo področje energij, ki so potrebne za vzbujanje karakterističnih črt vseh atomov.

C. PRINCIP ELEKTRONSKE MIKROANALIZE IN ZGRADBA MIKROANALIZATORJEV

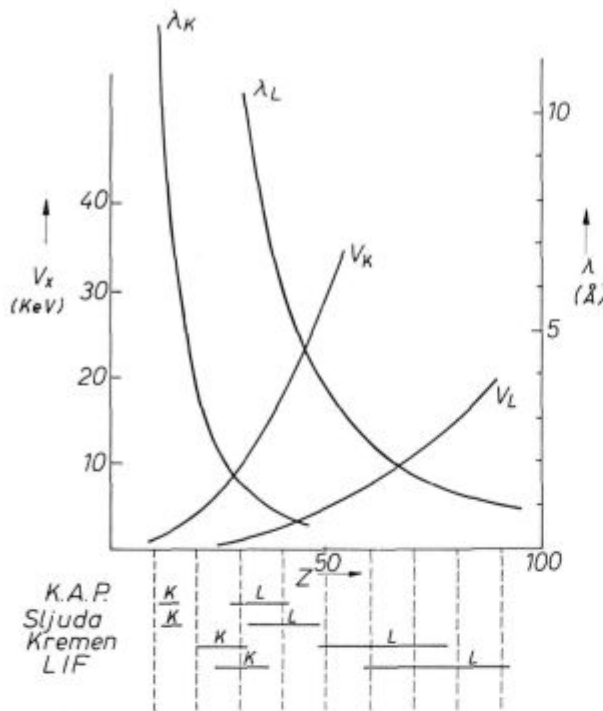
1. ZNAČILNOSTI VZBUJANJA X SEVANJA Z ELEKTRONI

Na sliki 1 so prikazane energije, ki so potrebne za vzbujanje K in L sevanj za elemente periodnega sistema.

Pri praktičnem delu na elektronskem mikroanalizatorju navadno ne gremo z energijo incidenčnih elektronov preko 30 kV, da elektroni ne prodirajo pregloboko v analizirano snov, ker bi se s tem zmanjšala geometrična ločljivost analize in povečalo ozadje. Zato navadno uporabljamo K sevanje do atomskega števila 30-33, nad 33 uporabljamo L sevanje, pri elementih z atomskim številom nad 80 pa uporabljamo tudi črte M sevanja.

Poglejmo sedaj katere so glavne fizikalne značilnosti analize s pomočjo elektronskega mikroanalizatorja (1). **Intenziteta vzbujenih X žarkov**, ki je v neposredni zvezi z občutljivostjo aparata, je odvisna od **gostote** in **energije** elektronov v incidenčnem snopu. Večina energije elektronov v tem snopu pa se ne porabi za vzbujanje X žarkov, marveč v trkih z vodljivimi in valenčnimi elektroni ustvarja toploto. Obsevana snov se zato ogreva, vendar je odvajanje toplote pri snopih s premerom približno 1 mikron tako intenzivno, da lahko zanemarimo pri anorganskih snoveh ogrevanje analizirane točke. Izjema so nekatere snovi, ki vsebujejo kristalno vodo.

Pri sedanjih konstrukcijah elektronskih mikroanalizatorjev dosega gostota toka pribl. 2 A/cm².



V_K in V_L : energije vzbujanja K in L serij

λ_K, λ_L : valovne dolžine K in L črt

Slika 1

Energije vzbujanja (V) in valovne dolžine (λ) K in L črt X sevanja v odvisnosti od atomskega števila. Pod absciso so shematično prikazani intervali valovnih dolžin, za katere se lahko uporabljajo različni kristali monokromatorji v mikroanalizatorju tipa JXA-3A

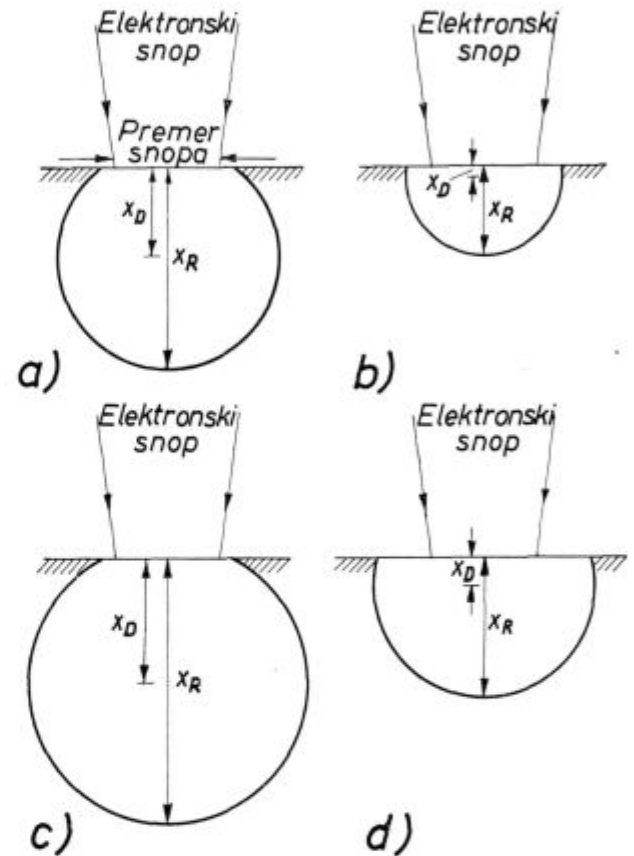
Pri sedanji elektronski optiki se ta gostota lahko ohranja do premera snopa pribl. 0,5 mikrona. Če se premer elektronskega snopa še zmanjšuje, močno pada gostota toka in s tem intenziteta X žarkov zaradi nepopolnosti leč. Vzbujanje z manjšim snopom ne prinaša izboljšave tudi zato, ker postane ločljivost analize neodvisna od premera snopa.

Če premer snopa ne presega dometa elektronov v snovi, je minimalni analizirani volumen odvisen od premera snopa. Pri snopih z manjšim premerom od 1 mikrona ta pogoj ni več izpolnjen in elektroni prodirajo v snov globlje od 1 mikrona. Zato postane analizirani volumen, in s tem geometrična ločljivost analize, odvisen od prodiranja elektronov v snov.

Prodiranje elektronov zavirajo neelastični trki z vodljivimi elektroni, kar incidenčnim elektronom zmanjšuje energijo in ustvarja toploto, elastični trki na različnih elektronskih lupinah v atomih pa so vzrok nastanka X žarkov.

Razdelitev elektronov v globino in njihova prečna energija sta odvisna od energije primarnega snopa in od atomskega števila analizirane snovi. V lahkih elementih incidenčni elektroni med prodiranjem v notranjost počasi izgubljajo

energijo, zato je globina prodiranja (X_R na sl. 2) razmeroma velika, odbija pa se malo elektronov. Če povečamo energijo elektronov, ostaja razdelitev enaka, poveča pa se premer vzbujenega volumna snovi. Pri obsevanju težkih atomov se zaustavijo elektroni bližje površini in je zato mnogo več elastično odbitih elektronov. Če se poveča energija incidenčnih elektronov, se seveda poveča tudi globina njihovega dometa, premer vzbujenega volumna pa se poveča manj, kot v lahkih elementih.



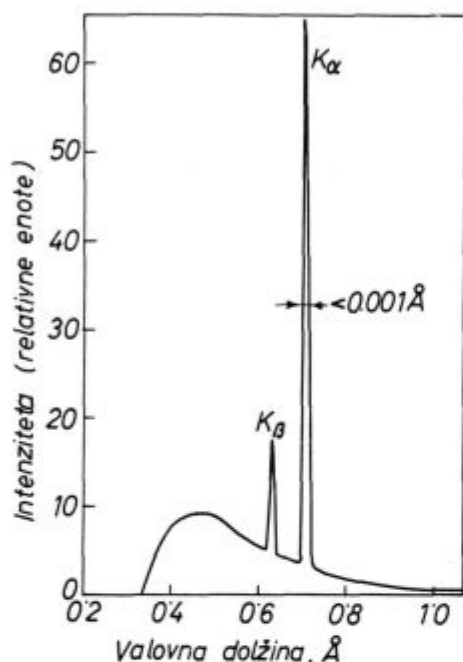
Slika 2

Oblika vzbujenega področja v elementu z majhnim (a) in z velikim (b) atomskim številom in sprememba oblike tega področja s povečavo energije incidenčnih elektronov (c, d). X_R je globina penetracije elektronov, X_D pa globina do katere imajo vpadni elektroni energijo, ki je večja od vzbujalne energije X žarkov

Za analizo v elektronskem mikroanalizatorju pa ni važen celoten domet elektronov v snovi, marveč le globina, do katere se njihova energija zmanjša pod energijo, ki je potrebna za vzbujanje X sevanja, katerega uporabljamo za analizo (X_D na sl. 2). Ta koristna globina se zmanjšuje z naraščanjem atomskega števila analizirane snovi, raste pa z energijo elektronskega snopa. V snoveh, ki so sestavljene iz različnih atomov, je koristna globina vzbujanja različna za različne elemente, na primer v Mn alumosilikatu je pri energiji elektronov 20 kV ca $2,5 \times 10^{-4}$ cm za Mn; $2,8 \times 10^{-4}$ cm za Si in $2,9 \times 10^{-4}$ za Al.

2. EMITIRANI SPEKTER

Emitirani spekter X žarkov (sl. 3) je sestavljen iz dveh delov — iz črtnega in zveznega. Karakteristične energije črtnega dela ustrezajo preskokom elektronov med različnimi elektronskimi lupinami v atomih. Oznake karakterističnih črt (valovnih dolžin so K, L, M in N, s podznakami α , β , γ , I, II. Črtni del spektra uporabljamo za elektronsko mikroanalizo.



Slika 3
Spekter X sevanja za molibden

Temu delu se superponira zvezno sevanje, katerega energija sega praktično od energije 0 do energije incidenčnih elektronov. Ta del spektra je pri elektronski mikroanalizi vir napak in se ga zato izogibamo. Delno uspemo s tem, da damo incidenčnim elektronom energijo, ki naj bo približno 2 do 3-krat večja od energije, ki je potrebna za vzbujanje karakteristične črte. Zaradi take energije vzbujalnih elektronov se predvsem poveča intenziteta črtastega dela spektra in zraste razmerje med intenziteto merjene valovne dolžine in ozadja, kar izboljša občutljivost analize. Pri analizi snovi, ki je sestavljena iz atomov z zelo različnimi atomskimi števili, na primer oksidi in sulfidi težkih elementov, zlitine težkih in lahkih kovin, lahko zvezno sevanje težkega elementa vzbuja črtni spekter lahkega elementa in dobimo tako napako zaradi fluorescence. Pri analizi takih snovi je najbolje, da uporabljamo mehkejše sevanje L ali M serije, ki rabi manjšo vzbujalno energijo.

Predstavo o učinku snopa elektronov nam da podatek, da je izkoristek ustvarjanja $K\alpha$ sevanja za baker reda velikosti 10^{-3} pri razmerju med stvarno energijo elektronskega snopa in vzbujalno

energijo 2. Emitirani X žarki so izotropno razdeljeni v prostoru in jih za analizo v mikroanalizatorju uporabimo le majhen del, kolikor jih zajame površina uklonskega kristala, ki jih usmerja v napravo za registracijo. Ta površina zavzema majhen del prostorskega kota 4π . Za grobo predstavbo naj povemo, da je delež izkoriščenih žarkov reda velikosti 10^{-5} .

3. ZGRADBA ELEKTRONSKEGA MIKROANALIZATORJA

Elektronski mikroanalizator sestavljajo naslednji primarni deli:

1. **Vir elektronov** je žareča volframova nitka, iz katere Wehneltov stožec ekstrahira elektrone, jih zbere v okrogel snop in jim da primarno energijo.

2. **Elektronske leče** (kondenzor, objektiv, projekтив) fokusirajo elektrone v snop z željeno velikostjo, ki je običajno med 0,5 in 1×10^{-4} cm. Nekateri tipi mikroanalizatorjev imajo samo eno lečo (objektivno lečo), drugi tipi instrumentov imajo 2 ali 3.

3. **Priprava za vstavljanje in premikanje** vzorca v mikroanalizatorju. Ta naprava ima tudi avtomatski premik vzorca za linijsko analizo ne da bi se prekinil vakuum.

4. Eden ali več **nedisperzijskih** ali **disperzijskih** (kristalnih) spektrometrov.

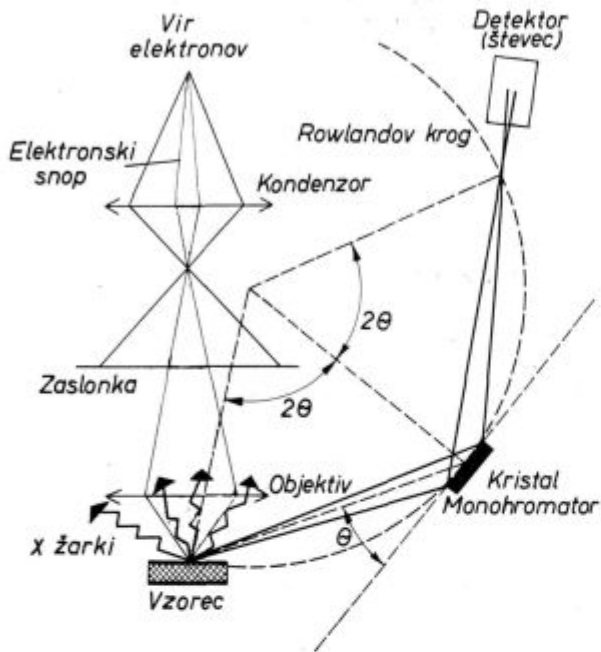
Disperzijski spektrometer sestavljajo gonio-meter, ukrivljeni kristal (monokromator), v katerem se uklanja po Braggovem kriteriju željena karakteristična črta in se tako loči od kompleksnega spektra X žarkov, katerega emitira obsevana snov, ter števec (detektor), s katerim merimo intenziteto uklonjenih X žarkov.

Večina mikroanalizatorjev ima po več uklonskih kristalov. Zaradi konstrukcije spektrometra je namreč omejen kot zasuka kristala in je le z več kristali mogoč uklon karakterističnih črt vseh elementov. Intenziteto uklonjenih X žarkov v večini aparatov registrira proporcionalni števec. Ta števec ima zelo kratek mrtvi čas in zato niso potrebne korekture do intenzitete ca. 20.000 impulzov na sekundo; pri standardnem delu korekture praktično niso nikdar potrebne. Stevci so pretočnega tipa, skozi nje se pretaka mešanica plinov argona in metana. Obsevano mesto, kristal in okno proporcionalnega števca morajo ležati na obodu kroga, ki ga imenujemo Rowlandov krog (sl. 4), sicer niso izpolnjeni pogoji za Braggov uklon.

Nedisperzijski spektrometer nima uklonskega kristala, ampak v njem neposredno določimo energijo sevanja karakteristične črte s pomočjo fotopomnoževalke. To informacijo nato obravnavamo na podoben način kot informacijo iz disperzijskega spektrometra. Prednost nedisperzijskega

spektrometra je večja učinkovitost. Iz konstrukcijskih razlogov ima namreč večji prostorski kot zajemanja emitiranih X žarkov.

Izhodni koti, pod katerimi spektrometri zajemajo emitirane X žarke, so različni pri različnih tipih mikroanalizatorjev in znašajo med 15 in 70°, celo do 90°. Čim večji je kot, tem manjše so izgube zaradi absorpcije X žarkov na poti od mesta nastanka do površine vzorca in boljša je občutljivost mikroanalizatorja.



Slika 4

Geometrija kristalnega spektrometra s popolnim fokusiranjem

5. Naprave za numerično registracijo intenzitete uklonjenih X žarkov, sestavljajo poleg proporcionalnih števecv še ojačevalci in dekadni števc, eno ali večkanalni analizator in elektronski diskriminator.

Dekadni števcji imajo navadno vgrajene ure, ki samodejno izklopijo štetje po določenih časovnih presledkih. Informacije z dekadnih števecv lahko prepisemo, lahko pa jih vodimo tudi v printer, ki jih avtomatsko beleži. Razen na dekadne števc se signal vodi na ratemeter (instrument, ki meri hitrost emisije uklonjenih X žarkov), iz tega pa še na mehanični zapisovalec in na napravo za slikovno analizo.

6. Naprava za slikovno (površinsko) analizo (angleško scanning, francosko balayage), je naprava, s katero dobimo elektronsko in kemično podobno analizirane površine. Analizirano polje ima ploščino do $0,5 \times 0,5$ mm. Slika se ustvarja lahko s pomočjo odbitih, izbitih in absorbiranih elektronov in s pomočjo X žarkov.

Naprava deluje tako, da na mirujočem ali stopnjasto premikajočem se vzorcu elektronski snop otipava analizirano polje v zaporednih vodoravnih črtah, signal pa se prenaša sinhrono na zaslon Braunove cevi, kjer se ustvarja slika.

7. Optični mikroskop se uporablja za viziranje in opazovanje analiziranega polja.

V nekaterih tipih mikroanalizatorjev je mogoče neposredno opazovanje analizirane točke med analizo. Zato je mogoče poleg optične metode opazovati tudi katodno luminescenco snovi, to je svetlobo značilne barve, ki jo emitira snov, ki jo obsevamo z elektroni. Pri analizi nekaterih sestavin oksidne narave je mogoče ločiti med seboj različne faze prav s pomočjo katodne luminescence.

Nekateri mikroskopi na mikroanalizatorjih imajo zrcalni objektiv z veliko goriščno razdaljo. Objektiv je v osi prevrtan in skozenj sega elektronski snop. Kvaliteta slike, ki jo da tak mikroskop zaostaja za kvaliteto slike standardnih metalografskih mikroskopov, praktična ločljivost pa je reda velikosti 1μ .

Pri drugih tipih mikroanalizatorjev opazovanje med analizo ni mogoče. Analizirano polje viziramo elektronsko ali pa indirektno s pomočjo kontaminacijske sledi. Taka izvedba optičnega mikroskopa ima boljšo kvaliteto slike, je pa za delo manj priročna.

8. Naprave za ustvarjanje in kontrolo vakuumu. Notranjost elektronskega mikroanalizatorja mora biti v vakuumu, da ne oksidira volframova žička, ki je vir elektronov in zato, da zračni steber ne zmanjšuje intenzitete elektronskega snopa na poti od njenega vira do obsevane točke. Pri analizi lahkih elementov (na primer O, C, N), morajo biti tudi spektrometri v vakuumu, sicer se intenziteta dolgovalovnih X žarkov preveč zmanjša zaradi absorpcije v zraku na poti od obsevane točke do kristala in naprej do števc.

9. Naprave za ustvarjanje in stabilizacijo napetosti, so potrebne za pospeševanje elektronov, za napajanje proporcionalnih števecv in za napajanje različnih tokokrogov in vezij, na primer elektronskih leč, scanning naprave itd.

D. OBČUTLJIVOST IN METODE ANALIZE V ELEKTRONSKEM MIKROANALIZATORJU

Kvantitativna analiza v elektronskem mikroanalizatorju je primerjalna. Geometrična ločljivost za kvalitativne analize je približno enaka premeru najmanjšega elektronskega snopa, to je cca. 0,5 mikronov. Da bi mogli izvršiti zanesljivo kvantitativno analizo mikroskopske faze, mora imeti v ravnini opazovanja velikost 3 do 5 mikronov. Iz čim težjih elementov je sestavljena tem boljša je geometrična ločljivost mikroanalizatorja. Analizirani volumen ima red velikosti kubičnega mikrona tj. 10^{-12} cm^3 . Pri železu ima ta prostornina maso približno $8 \times 10^{-12} \text{ g}$. Pri pazljivem delu izmerimo 0,02 do 0,03 % Al v raztopini v železu, to pa pomeni, da je masna občutljivost elektronskega mikroanalizatorja do 10^{-15} g . To je za več redov velikosti večja občutljivost kot pri standardnih metodah mikroanalize, če izvzamemo aktivacijsko analizo. Velika masna občutljivost je prednost, pa tudi

TABELA 1 — Razdelitev nekaterih elementov med ferit in perlit v jeklu kvalitete C 0561

Element	Perlit		Ferit	
	Intenziteta ¹	Vsebnost (%)	Intenziteta ¹	Vsebnost (%)
Al	255	0,02	341	0,027
Si	6498	0,43	6240	0,42
Mn	16936	1,76	14416	1,50
Sn	88	0,028	96	0,030
Sb	636	0,19	265	0,08

¹ Intenziteta za Al, Sn in Sb je aritmetično poprečje 15 meritev po 100 sek intenziteta za Mn in Si poprečje 5 meritev.

slaba stran elektronske mikroanalize. Pri analizi lahkih elementov, npr. kisika, ogljika, itd., je masna občutljivost manjša za red velikosti.

Predstavo o tem kolikšne vsebnosti elementov je mogoče še izmeriti z elektronskim mikroanalizatorjem nam dajo podatki v tabeli 1.

V prvem približku je razmerje intenzitet X žarkov med analiziranim vzorcem in standardom poznane sestave (intenziteta smo določili v položajih največje intenzitete spektrometra in pri enaki energiji ter intenziteta elektronskega snopa) enako razmerju masnih koncentracij elementa v vzorcu in v standardu. To proporcionalnost imenujemo tudi prvi približek po Castaingu, ki je izdelal prvi uporabni mikroanalizator.

Če sta si analizirani vzorec in standard po sestavi zelo različna, proporcionalnost ne velja več, ampak je potrebno eksperimentalne rezultate računsko popraviti. Vzrok odstopanja od prvega približka so razlike med vzorcem in standardom v atomskem številu, v absorpciji in v fluorescenci (3).

Razlika v atomskem številu je vzrok razlike v globini koristnega prodiranja elektronov v notranjost vzorca in standarda, to je razlika v velikosti vzbujene prostornine, kjer nastajajo X žarki. Elektronska mikroanaliza je primerjalna, zato morata biti analizirani prostornini identični. Obstojajo računski postopki, po katerih je mogoče izračunati približno vrednost popravka zaradi razlike v atomskem številu. Literaturni viri (4) pa priporočajo, da je točneje in bolj enostavno, če se pri analizi izognemo preveliki razliki v atomskem

številu med vzorcem in standardom. Pri običajnih analizah zadostuje že, da izberemo analizirani snovi primeren standard, na primer oksidni standard za oksidne vzorce in kovinski standard za kovinske vzorce. S tem postane zanemarljiva napaka zaradi razlike v povprečnem atomskem številu vzorca in standarda.

Rentgenski žarki nastajajo do globine, koder se energija elektronov zmanjša pod kritično vrednost, ki je potrebna za vzbujanje karakterističnega X sevanja. Čeprav je prodornost X žarkov v snovi večja od prodornosti elektronov, se intenziteta žarkov znatno zmanjša zaradi **absorpcije** na poti do površine. To zmanjšanje je tem večje iz čim večje globine sevanje izhaja in čim večji je masni absorpcijski koeficient vzorca za karakteristične X žarke ter čim manjši je izhodni kot pod katerim spektrometri sprejemajo X žarke. Ker imata vzorec in standard le izjemoma zelo enako ali podobno sestavo, je potrebno pri kvantitativni analizi praktično vedno izračunati popravek zaradi absorpcije.

Ta popravek je lahko zelo velik. Ker se masni absorpcijski koeficienti razlikujejo, je v istem vzorcu različen za različne elemente. Na primer za sevanje Si K α so masni absorpcijski koeficienti sestavin alumosilikatnih vključkov naslednji: Si 332, Al 3731, O 918, Mn 2247 cm²/g. Ker uporabljamo pri analizi nekovinskih vključkov običajno oksidne standarde, je vedno potrebno izračunati popravek zaradi absorpcije, da dobimo pravi koncentraciji za Al in Si. Predstavo o velikosti tega popravka si je mogoče ustvariti na osnovi podatkov v tabelah 2 in 3.

TABELA 2 — Sestava alumosilikatnih vključkov. Upoštevane so popravke na razliko v atomskem številu in v absorpciji po Büchnerju in Pitschu. Za standarde so uporabljeni oksidi sestavnih elementov. Vsebnosti elementov so zaradi preglednosti preračunane v okside. Vsebnost kisika ni bila določena.

Vključek	Razmerje intenzitet (%)					Sestava (%)				
	MnO	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Vsota	MnO	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Vsota
1	33,2	4,4	24,1	11,1	72,8	33,8	4,4	42,6	18,5	99,3
2	21,7	3,1	20,2	22,3	70,3	25,0	3,1	40,0	31,2	99,3
3	28,5	3,3	25,4	16,1	73,3	29,0	3,3	45,8	23,3	101,4
4	30,3	4,4	27,8	11,3	73,5	30,5	4,4	48,5	18,1	101,5
5	32,8	4,6	31,0	7,7	79,1	33,3	4,6	51,4	11,9	101,2

TABELA 3 — Sestava nekaterih mikrostrukturnih komponent hitroreznega jekla na sl. 9

Faza	Dendriti					Eutektik							Gomoljaste sekundarne tvorbe v dendritih							Interdendritski prostori					Primarni karbidi ^{1/}					
	W	Mo	Cr	Si	V	Mn	W	Mo	Cr	Si	V	Mn	W	Mo	Cr	Si	V	Mn	W	Mo	Cr	Si	V	Mn	W	Mo	Cr	Si	V	Mn
Inten-	2383	731	4353	494	460	691	7417	1493	4540	478	854	620	3550	830	3635	503	527	587	933	836	6419	357	730	965	10614	2063	3549	618	1766	254
ziteti	2289	455	3925	635	487	701	6290	1257	4313	457	991	540	3491	922	3675	496	567	543	1049	872	6815	353	656	876	12549	2427	3649	659	1758	262
imp/10"	2191	642	4351	396	480	680	6140	1371	4282	521	1024	616	3709	844	3663	537	490	575	1090	862	6851	294	848	899	11004	2600	3781	564	1805	237
na po-	2266	603	5047	395	474	694	6135	1276	4867	461	944	576	3139	826	3883	449	517	639	1290	816	7378	365	719	1035	12051	2239	3601	586	1485	202
sanaz-	2406	667	4151	416	509	660	8947	1563	4430	534	1088	500	3337	834	3952	511	512	503	1423	673	7660	344	592	978	12884	1770	3602	632	1738	249
nih	2443	659	4133	390	472	693	5796	1027	4264	446	1076	585	3493	953	3718	520	604	497	1255	739	8662	335	657	1034	12355	2036	3969	647	1550	254
nestih	2359	705	4519	440	484	676	6900	1487	4316	527	1038	569	3493	780	3747	452	529	550	1336	719	7430	376	721	982	10959	1999	4145	602	1458	253
	2282	660	4343	381	485	677	6530	1384	4272	487	899	573	4021	925	3824	512	510	514	1238	779	6786	303	694	922	11761	2475	4366	630	1580	255
	2314	676	4118	428	529	599	5546	1293	4321	512	979	443	3805	795	3825	479	517	564	1308	772	7131	309	600	850	11651	2646	4555	650	1623	307
	2397	673	4199	382	512	548	6646	1004	4366	483	957	449	3896	788	3681	411	558	553	1220	770	7157	271	686	927	11991	2132	3833	603	1584	225
	2349	684	4222	448	490	640	6283	1226	4193	513	1106	500	4068	820	3516	486	540	522	1330	681	7478	356	760	1007	12290	1794	4153	545	1340	435
	2399	701	4099	428	557	656	5956	1280	4561	484	1042	477	3833	703	3754	507	475	635	1310	691	6732	394	684	787	12721	1766	3740	556	1667	250
	2201	610	4296	449	554	637	5754	1120	4162	525	1017	480	3416	768	3749	539	533	525	1384	615	7219	350	615	601	12562	2167	4493	506	1569	197
	2232	698	4536	395	525	637	6575	1366	4224	512	881	500	3508	876	3823	552	522	563	1340	783	7640	438	656	903	12371	2021	3904	589	1657	262
	2289	595			552	737	5574	1203			1069	524	3705	854			505	572	1120	812	8237	391	700	966	11980	2539	4113	572	1617	253
	2184	575					6657	1465					3340	803						1313	697									
	2208	660					6484	1392					3910	810							1195	753								
	2173	666											3627	929							1220	721								
A	2298	647	4306	434	504	662	6449	1329	4365	495	997	534	3634	831	3746	496	527	556	1242	738	7307	349	682	915	11966	2178	3968	597	1613	259
B	85	62	261	63	31	45	757	132	180	28	75	52	237	66	108	37	32	41	139	73	570	41	50	107	633	359	20	42	122	54
C	3,7	9,7	6,1	14,5	6,1	6,8	11,7	9,9	4,8	5,6	7,5	9,7	6,5	7,9	2,9	7,5	6,1	7,4	8,9	9,9	7,8	11,7	7,3	11,7	5,3	16,5	0,71	7,05	7,55	20,8
D	9,7	0,25	4,8	0,10	0,78	0,34	27,4	0,51	4,2	0,11	1,54	0,20	15,4	0,32	4,1	0,11	0,81	0,29	5,2	0,29	8,1	0,08	1,06	0,47	50,8	0,85	4,4	0,14	2,5	0,13
E	13,1	0,45	5,00	0,44	0,90	0,39	34,2	1,2	4,9	0,37	1,96	0,34	20,5	0,62	4,6	0,43	0,96	0,34	7,2	0,46	8,6	0,42	1,17	0,53	57,9	2,6	5,6	0,43	3,5	0,17
F	23550	258000	90500	434000	64500	192500																								

A — aritmetično poprečje (imp/10"); B — standardna deviacija (imp/10"); C — koeficient variacije (%); D — razmerje intenzitet na vzorcu in standardu (%); E — koncentracija (%); F — standardi čiste kovine (imp/10")

Za izračunavanje popravka zaradi absorpcije je nekaj precej zanesljivih postopkov. Najbolj preprost je postopek po Büchnerju in Pitschu (5, 6). Postopek zahteva le malo računanja in ima prednost da upošteva istočasno popravek zaradi absorpcije in atomskega števila. Opis postopkov za izračun korektur bi presegal okvir tega članka.

Fluorescenca je sekundarno sevanje elementa A zaradi elementa B. Do nje pride zato, ker element A močno absorbira X žarke manjše valovne dolžine elementa B. Zato je fluorescenca tem večja, čim večja je absorpcija intenzivnih črt elementa B v elementu A. To se dogaja kadar valovna dolžina elementa B leži tik ob absorpcijskem pragu elementa A (3). Do tega pride, ko so med elementoma A in B naslednje razlike v atomskem številu (Z)

$$Z_B = Z_A + 1 \text{ pri } Z_B \leq 22$$

$$Z_B = Z_A + 2 \text{ pri } 23 \leq Z_B \leq 35$$

(A je element, katerega intenziteta se zaradi fluorescenca poveča).

Dodatna neprijetnost fluorescenca je, da zaradi večje prodornosti, fluorescenčni žarki lahko izvirajo iz prostornine, ki je večja od prostornine primarnega elektronskega vzbujanja. V takem primeru lahko mikroheterogenost vzorca vpliva na točnost analize.

Fluorescenca lahko vzbuja tudi zvezni spekter. Vendar je ta v splošnem zanemarljiva. Tudi v primerih, ko so velike razlike v atomskem številu med atomi v vzorcu, npr. aluminij in uran, ne dosega 1 %.

V večini primerov je napaka zaradi fluorescenca majhna in jo lahko zanemarimo. V primerih, ko pričakujemo velik popravek je bolje opraviti empirično kalibracijo, kajti metode za izračunavanje popravk so še precej zapletene in nezanesljive.

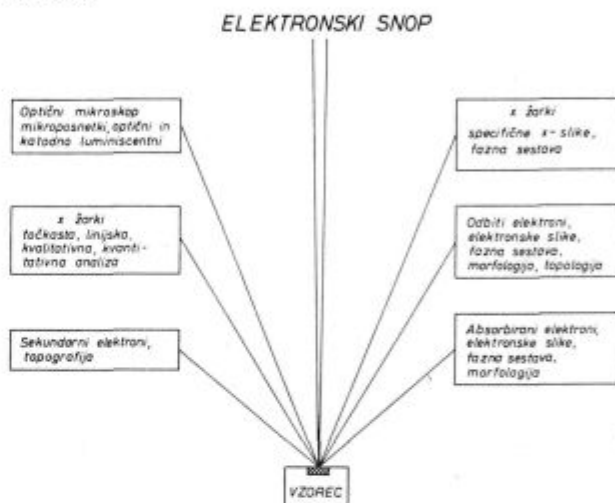
Martin in Poole (9) navajata trditev Reeda, da je pri analizi s K sevanjem fluorescenca zanemarljiva pri elementih z atomskim številom 11 do 18, pri analizi z L sevanjem pa je le redko pomembna pri elementih z atomskim številom pod 50.

V primerih analize večkomponentnih snovi, npr. nekovinskih vključkov, se smatra, da je rezultat kvantitativne mikroanalize zadovoljiv že, če v snovi iz več atomov vsota sestavin doseže $100 \pm 5\%$. V enostavnejših sistemih je mogoče doseči boljše rezultate.

Obstojajo tudi metode za izračunavanje korektur na računskih strojih. Verjetno pa je bodočnost eksaktne kvanti mikroanalize v tem, da se popravki izračunajo s pomočjo enostavnega algebralnega izraza. Predno bo mogoče na ta način izračunavati popravke, bo verjetno potrebno določiti empirično potrebne parametre. Za sedaj so na voljo taki parametri samo za oksidne sisteme (7, 8).

E. METODE ANALIZE

Raziskovalne možnosti elektronskega mikroanalizatorja shematično kaže sl. 5. Vzorec, ki ga želimo analizirati, mora imeti ravno, metalografsko polirano površino. Mikrorelief ali nagib lahko spreminita absorpcijske izgube. Vzorec, ki ga analiziramo, mora imeti prevodno površino, da se lahko odvajajo naboji, ki ga prinašajo primarni snop elektronov. Če ni odvajanja naboja, se površina negativno nabije in odklanja snop, ki zato ni stabilen v analizirani točki. Površino neprevodnih vzorcev zato naperimo v vakuumu s tankim slojem (red velikosti 50–100 Å) prevodne snovi, npr. različnih kovin ali ogljika. Naperjeno snov je potrebno izbrati tako, da direktno ali indirektno ne moti analize.



Slika 5

Shematičen prikaz raziskovalnih možnosti elektronskega mikroanalizatorja

Točkasta analiza je najstarejši način elektronske mikroanalize in osnovna metoda za kvantitativno mikroanalizo. Pri tej analizi mirujeta elektronski snop in vzorec. Analiza se izvrši tako, da se najprej izmeri intenziteta standarda, nato v istih pogojih intenziteta na vzorcu v eni ali več točkah, odvisno od koncentracije elementa in homogenosti vzorca. Od teh intenzitet se odšteje ozadje, nato pa po prvem približku izračuna razmerje intenzitet X sevanja za določen element na vzorcu in na standardu, ki je v prvem približku sorazmerno razmerju koncentracij. Ozadje se določi tako, da se izmeri intenziteta z defokusiranim goniometrom po možnosti na obeh straneh karakteristične črte. Merjenje intenzitete traja od 10 do več 100 sekund, odvisno od koncentracije analiziranega elementa. Priporočljivo je meriti krajši čas na več točkah, kot daljši čas v eni točki, da se tako izognemo slučajnim napakam. Tabela 3 kaže primer točkaste analize izcej v litem hitroreznem jeklu.

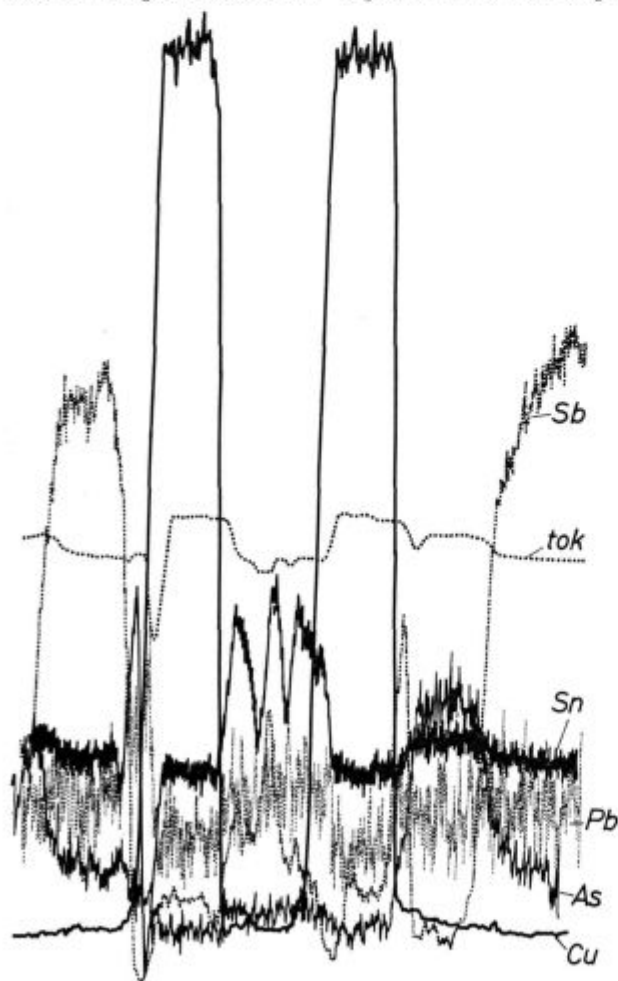
Po potrebi se nato izračunajo popravki, najprej popravki zaradi razlike v atomskem številu, nato zaradi razlike v absorpciji in končno zaradi fluo-

rescence. Vsi računi so iterativni, ter jih je potrebno večkrat ponoviti z upoštevanjem dobljenih vrednosti.

Z **linijsko analizo** (angleško line scanning) želimo določiti, kako se koncentracija spreminja na določeni črti, npr. pri prehodu med dvema fazama, pri prehodu čez izcejano področje, ali tam kjer pričakujemo gradient v koncentraciji. Analizo izvršimo tako, da vzorec pomikamo s stalno hitrostjo reda velikosti 10 mikronov na minuto pod mirujočim elektronskim snopom. V primeru, ko je porazdelitev posameznih elementov jasno definirana, uporabljamo lahko to metodo tudi za kvantitativne analize s tem, da v istih pogojih posnamemo tudi standarde in ozadje.

Ker ima proporcionalni števec zelo kratek mrtvi čas, je odklon ratemetra v vsem merilnem področju sorazmeren intenziteti X žarkov. Ordinata na registrirnem traku je zato sorazmerna spremembam v koncentraciji na analizirani poti. Primer profila koncentracij, ki je bil določen z linijsko analizo kaže sl. 6.

Tretja metoda je **površinska (slikovna) analiza** (angleško scanning, francosko balayage). Pri tej analizi snop elektronov v zaporednih črtah otipa



Slika 6

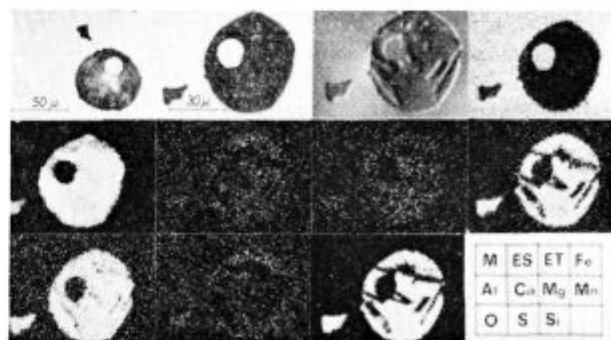
Ležajna zlitina. Sprememba v koncentraciji elementov bakra, arzena, svinca, kositra in antimona ter v vzorcu absorbiranega toka na razdalji 0,26 mm

analizirano polje, katerega velikost ne presega ca. $0,5 \times 0,5$ mm. Registrirni signal je lahko intenziteta X žarkov ali elektronov. Če izkoristimo X žarke, dobimo **specifične X posnetke**, ki dajejo neke vrste kemijsko podobo analizirane površine. Razporeditev in gostota točk na posnetku pokaže, kako je razdeljen analizirani element in koliko ga je. Pri analizi moramo paziti, da ne pride do defokusiranja snopa, tj. da snop ne pade zunaj Rowlandovega kroga. V tem primeru X žarki, emitirani s cele analizirane površine, ne izpolnjujejo več Braggovega uklonskega kriterija in zabeležena intenziteta signala se zmanjšuje z oddaljenostjo od vodoravne osi analiziranega polja. Na X sliki se pokaže to tako, da je gostota točk v sredini slike največja, proti obema robovoma pa pada, čeprav ima analizirani vzorec po vsem slikovnem polju enako sestavo. Te težave se pojavijo v primeru, ko ima mikroanalizator elektronsko scanning napravo, ki jo sestavljata dva para tuljav, ki odklanjata snop v X in Y osi. Pri polektronskih scanning napravah ne pride do defokusiranja, ker se v X smeri snop odklanja elektronsko, v Y smeri pa se stopnjema premika vzorec.

X posnetek pokaže običajno le razdelitev enega elementa. Več elementov spravimo na isti posnetek tako, da vsakega posnamemo na zaslonu Browneve cevi z drugačnim barvnim filtrom.

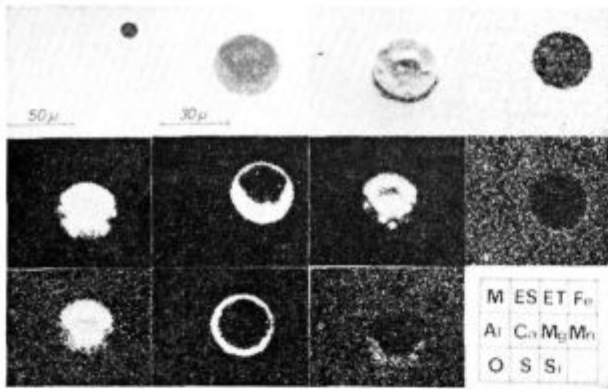
Že preje smo povedali, da je intenziteta odbitih in absorbiranih elektronov odvisna od atomskega števila snovi. Zato se lahko eno in drugo izkoristi za **elektronsko sliko**, ki pokaže, kako so na analiziranem polju razdeljene faze z različnim poprečnim atomskim številom. Dobimo torej **posnetek razdelitve faz**. S pomočjo odbitih elektronov je mogoče dobiti tudi **topografske podobe** analizirane površine. Topografske podobe z boljšo ločljivostjo pa dobimo s pomočjo izbitih elektronov z majhno energijo, imenujemo jih sekundarne elektrone, ki izhajajo iz površinskega vzorca sloja, ki je debel le nekaj 10 Å, zato je mogoče razločevanje majhnih topografskih detajlov.

Na sl. 7 do 15 vidimo različni vrsti elektronskih slik in X posnetke za različne elemente, ki so posnete na različnih vzorcih.



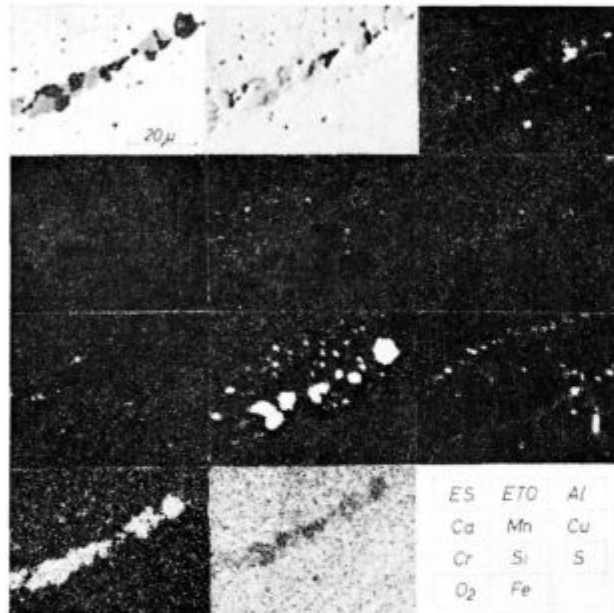
Slika 7

Nekovinski vključek v litem nizkoogljičnem jeklu. Mikroposnetek (M), elektronska posnetka sestave (ES) in topografije (ET) ter specifični X posnetki za različne elemente



Slika 8

Nekovinski vključek v litem nizkoogljicnem jeklu. Mikro-posnetek (M), elektronska posnetka sestave (ES) in topografije (ET) ter specifični X posnetki za različne elemente



Slika 9

Nekovinski vključek in izceje v valjanem nizkoogljicnem jeklu. Elektronska posnetka sestave (ES) in topografije (ETO) ter specifični X posnetki za različne elemente

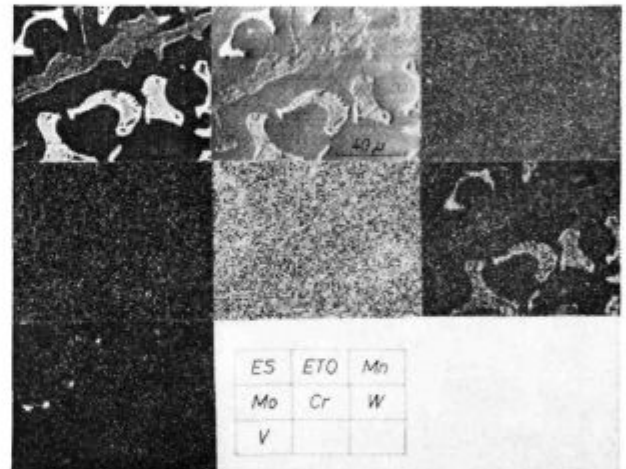
Vsaka analiza pušča na površini vzorca **kontaminacijsko sled**. Ta sled nastane zato, ker na mestu udara elektronov karbonizirajo oljne pare vakuumskih črpalk. Kontaminacija ne moti analize večine elementov, neprijetna postane pri analizi lahkih elementov, katerih sevanje se zmanjša zaradi absorpcije v kontaminiranem sloju in je seveda najbolj neprijetna pri analizi ogljika. Zmanjšati jo je mogoče z antikontaminacijsko napravo, s katero se ohladi analizirani vzorec s pomočjo tekočega dušika.

Poseben primer mikroanalize je **analiza lahkih elementov** (elementov z atomskim številom približno do 10), nekaj zaradi motenj, zaradi kontaminacije, predvsem pa zato, ker emitirajo malo prodorno X sevanje. Karakteristične črte imajo veliko valovno dolžino in se zato močno absorbi-

rajo v vzorcu, v oknu proporcionalnega števca in na poti od vzorca do števca. Lahki elementi fluorescirajo zaradi zveznega spektra težjih elementov. Tudi pri najboljših mikroanalizatorjih in pri najbolj skrbnem delu, je koncentracijska občutljivost pri analizi lahkih elementov za najmanj en red velikosti slabša, kot pri analizi ostalih elementov.

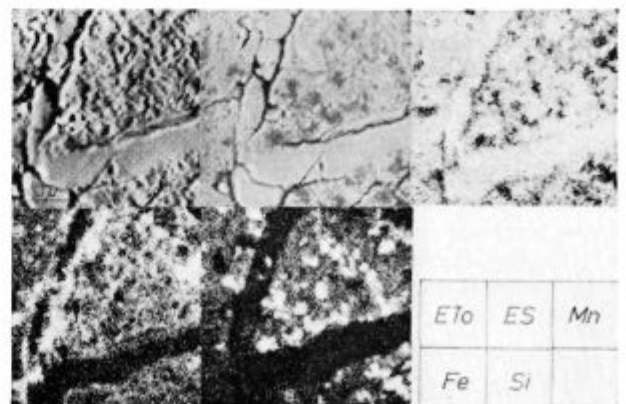
F. NAPAKE PRI DELU Z ELEKTRONSKIM MIKROANALIZATORJEM

Pri analizi izbrane mikrostrukturne faze v elektronskem mikroanalizatorju navadno zaporedoma v parih določujemo elemente, iz katerih je faza sestavljena. Pri oceni rezultatov si moramo biti na jasnem, kakšna sta napaka in ponovljivost pri zaporednih meritvah. Če izvzamemo razlike, ki nastanejo zaradi različne sestave vzorca in standarda, katere lahko zmanjšamo na sprejemljivo mejo z izračunom popravk, lahko nastajajo razlike zaradi različnih eksperimentalnih napak.



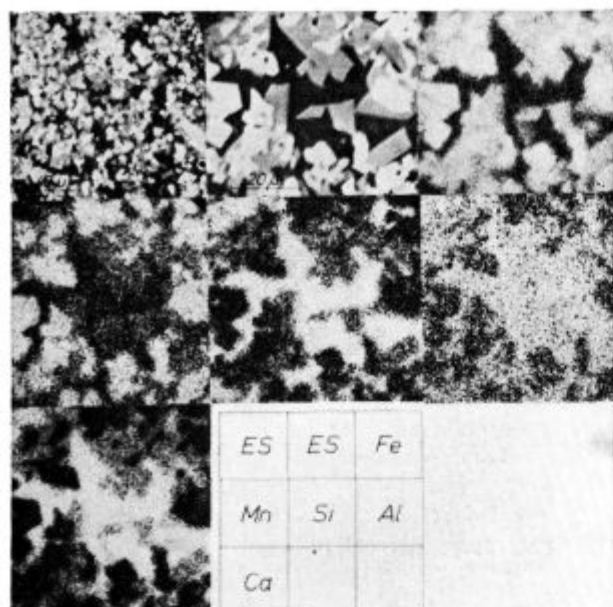
Slika 10

Hitrozrezo jeklo iz tabele 3, elektronska posnetka sestave (ES) in topografije (ETO) ter specifični X posnetki za različne elemente



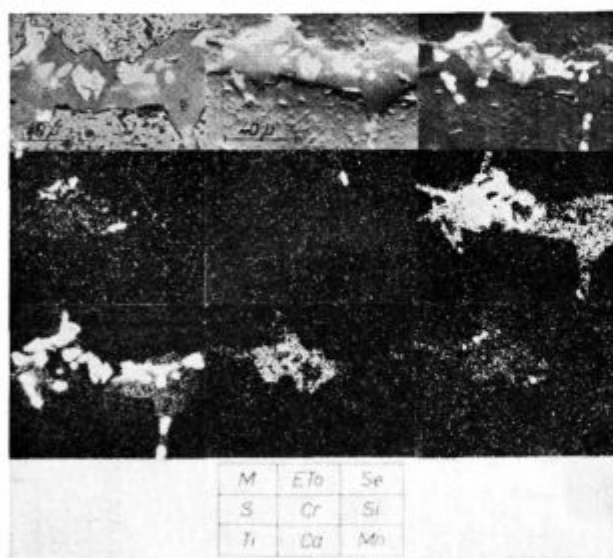
Slika 11

Vzorec manganove rude; elektronska posnetka topografije in sestave in X posnetki za mangan, železo in silicij



Slika 12

Vzorec sintra; elektronska posnetka sestave pri različnih povečavah in X posnetki za različne elemente



Slika 13

Vzorec elektrokorunda; mikroposnetek, elektronska posnetka topografije in sestave ter specifični X posnetki za različne elemente

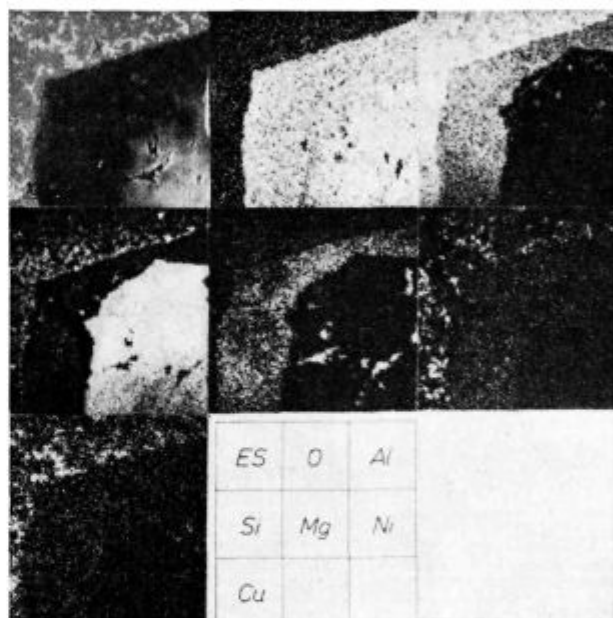
- Philibert³ navaja naslednje vrste napak:
- statistične napake v zvezi z emisijo X žarkov,
 - napake zaradi spektra,
 - napake števca,
 - napake zaradi elektronskega snopa in
 - napake katerih izvor je vzorec.

1. STATISTIČNE NAPAKE V ZVEZI Z EMISIJO X ŽARKOV

Emisija X žarkov je slučajen pojav in sledi v času statistični razdelitvi po Poissonu, pri kateri

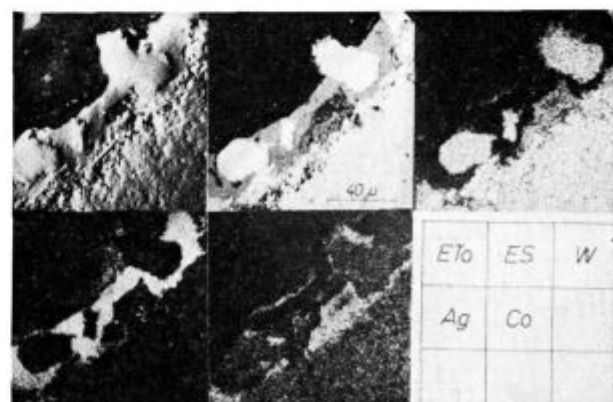
je standardna deviacija $\sigma = \sqrt{N}$ (N — aritmetično povprečje meritev) in je 95 % meritev v intervalu $N \pm 2\sigma$.

Vsaka kvantitativna analiza obsega 4 serije meritev: določitev intenzitete sevanja na vzorcu in na standardu in določitev intenzitete ozadja na vzorcu in na standardu (z intenziteto označujemo število zabeleženih impulzov v sekundi ali kakem drugem časovnem intervalu). Pri normalnih pogojih dela sta intenziteti X žarkov na standardu in na vzorcu mnogo večji od intenzitete ozadja in čeprav je standardna deviacija pri meritvi ozadja zelo velika, ostaja zanemarljiva, če je le razmerje med intenziteto vzorca in intenziteto ozadja $R \geq 50$.



Slika 14

Nekovinski vključek v zlitini Al; elektronski posnetek sestave in specifični X posnetki za različne elemente



Slika 15

Poškodovan površinski sloj na sintrani zlitini za električne kontakte. Elektronska posnetka topografije in sestave in X posnetki

Statistična napaka bo na primer 1 %, če je pri intenziteti štetja N v času t , $\sqrt{Nt} = 200$.

Problem se nekoliko zaplete, če hočemo doseči enako natančnost meritev pri koncentraciji reda velikosti 1 %. Napaka je mnogo večja kot pri veliki koncentraciji in za isto natančnost merjenja na vzorcu, ki ima 1 % določenega elementa in na vzorcu, ki ima 50 % istega elementa, potrebujemo teoretično 50-krat daljši čas, kar je seveda nesprejemljivo. Zato se navadno zadovoljimo z manjšo natančnostjo. Če dopuščamo pri vsebnosti 1 % relativno napako 10 %, moramo meriti tako dolgo, da bo $\sqrt{Nt} = 20$. Pri zelo majhnih koncentracijah reda velikosti 0,1 % je intenziteta X žarkov na vzorcu blizu intenzitete ozadja, zato so statistične napake štetja podobne na vzorcu in pri ozadju. V takih primerih je potrebno šteti dovolj dolgo, da je relativna napaka za povprečno intenziteto na vzorcu in na ozadju, ki je definirana s σ/p (p je število meritev), manjša od 5 % od aritmetične sredine meritev. To dovoljuje, da koncentracije nato določimo z relativno napako 10 %.

Če ocenimo, da bo napaka sprejemljivo velika v primeru, da bomo izmerili N impulzov, je bolje če v različnih točkah p , izmerimo N/p impulzov, kot če bi vse impulze (N) izmerili v isti točki. S tem se izognemo napakam, katerih izvor je analizirano mesto, na primer neznačilno mesto, napaka zaradi priprave vzorca, nehomogenost itd.

2. NAPAKE ZARADI SPEKTRA

Da bi dobili pravo intenziteto X žarkov za določen element, je potrebno od izmerjene intenzitete odšteti intenziteto ozadja.

Intenziteto ozadja sestavljajo impulzi različnega porekla: zvezni spekter X žarkov, difundirano žarčenje, kozmično sevanje, lastno ozadje števca, števene naprave in drugo.

Vse te motnje definiramo z ozadjem, ki ga določimo tako, da umaknemo kristal na eno in drugo stran valovne dolžine merjenega sevanja, izmerimo število impulzov in vzamemo za ozadje aritmetično povprečje meritev na obeh straneh. Paziti moramo, da pri umikanju od glavne črte ne pademo na črte drugih elementov, katere vzorec vsebuje v zelo majhni množini ali na sevanje malo intenzivnih črt glavnih sestavnih elementov.

Spektrometer mora biti naravnano točno na vrh intenzitete sevanja. Prav lahko pa se zgodi, da se črte različnih elementov prekrivajo, vzrok je lahko v tem, da je valovna dolžina X žarkov različnih prisotnih elementov tako blizu, da jih spektrometer ne loči, ali pa je valovna dolžina X žarkov enega elementa mnogokratnik valovne dolžine drugega.

Na primer intenzivni črti za analizo arzena in svinca, $K\alpha$ As 1,1747 KX in $L\alpha$ Pb 1,17258 KX se praktično prekrivata. Prekrivajo se tudi valovne dolžine drugih črt arzenove K serije in svinčeve L serije. Pri napetosti 20 kV je mogoče ta dva ele-

menta v istem vzorcu določiti le na osnovi malo intenzivnih linij $K\beta$ za As in $L\gamma$ za Pb. Druga taka para sta aluminij-srebro in titan-niobij.

Če so valovne dolžine mnogokratniki, si pomagamo lahko tudi tako, da eno elektronsko diskriminiramo.

Precejšnja napaka nastane lahko zaradi premika linij. To opazimo, ko primerjamo emisijo nekega elementa v čisti ali kovinski obliki in vezanega v nekovinskem neprevodniku. Premik črte opazamo pri tistih elementih, pri katerih nastanejo X žarki s prehodom elektronov med enim od globokih nivojev in nivojem, ki je tik pod valenčnim. Tak primer so elementi tretje skupine periodnega sistema. Linija se samo razširi, če se prehod elektronov izvrši med globokim nivojem in valenčnimi elektroni.

3. NAPAKE ZARADI ŠTEVCA

Ko števec sprejme foton, ga registrira in pošlje impulz v števeni sistem, nekaj časa ne more več odgovarjati na ekscitacije naslednjih fotonov. To dobo imenujemo mrtvi čas števca in zaradi njega ostaja določeno število neregistriranih signalov, katerih delež je mogoče izračunati. Sodobni mikroanalizatorji uporabljajo proporcionalne pretočne števce, pri katerih je mrtvi čas mnogo manjši kot pri Geiger-Müller števcih in je napaka štetja zaradi mrtvega časa le pribl. 0,5 % pri intenziteti registracije 20.000 imp/sek. V tem primeru je napaka štetja že bolj odvisna od mrtvega časa števne sistema. Pri standardnem delu z mikroanalizatorjem, ki ima spektrometre s proporcionalnimi števci, redko naletimo na tako velike intenzitete, da bi bilo potrebno upoštevati mrtvi čas števca.

4. NAPAKE ZARADI ELEKTRONSKEGA SNOPA

Napake zaradi elektronskega snopa sta odbijanje in uklanjanje snopa na neprevodnih površinah in kontaminacija. O obeh smo že govorili.

5. NAPAKE ZARADI VZORCA

Vzorec in standard morata ležati točno na istem nivoju, zato da je vir X žarkov na fokusiranem krogu spektrometrov. Analizirana površina mora biti popolnoma ravna, da se ne spreminja izhodni kot X žarkov in se zato ne spreminja napaka zaradi absorbcije. Optični mikroskop pomaga, da eno in drugo preverimo. Mehansko polirani vzorci so boljši za analizo od elektrolitsko poliranih, jedkanje pa naj bo minimalno, da ne nastaja mikrorelief, ki je tudi lahko vzrok za napake. Robovi por in razpok so vir močnega sevanja zaradi zmanjšane absorbcije in sevanja zaradi absorbcije odbitih elektronov, kar na eni strani povečuje ozadje, na drugi strani pa navidezno povečuje intenziteto merjene valovne dolžine.

G. SKLEP

Elektronska mikroanaliza je odprla nove raziskovalne možnosti in omogočila, da spoznamo poleg morfologije trdnih snovi, kakršno vidimo v optičnem mikroskopu, tudi elementarno sestavo mikrosestavlin. Raziskovalne možnosti sodobnih mikroanalizatorjev so velike, niso pa neomejene. Upoštevati je potrebno, da je lahko slaba stran prav osnovna značilnost elektronske mikroanalize, elektronski snop z majhnim premerom.

Zavedati se moramo, da je namen mikroanalize odkriti sestav mikrostrukturnih sestavin, katere vidimo v optičnem mikroskopu, ne pa določevanje povprečne sestave večjih nehomogenih vzorcev in določevanje sledov elementov. Analizirana masa je zelo majhna in zato tudi točnost analize kljub računskim popravkom rezultatov večinokrat ne more biti enaka točnosti, ki jo dosežemo po postopkih standardne kemijske analize.

Zahvaljujem se dr. L. Koscu, prof. dr. A. Podgorniku, dipl. ing. J. Zvočljaku in dipl. ing. J. Rodiču, ki so pregledali rokopis, dr. M. Gabrovšku, dr. S. Jurci, dr. J. Kosovincu, dipl. ing. S. Kovačiču, dipl. ing. J. Rodiču, dipl. ing. Puklavcu in dipl. ing. Z. Malenšku, ki so dovolili, da sem v članku uporabil rezultate analiz, ki so bile opravljene za njihova podjetja in ustanove.

Literatura

1. D. G. Brandon: *Modern Techniques in Metallography*, Butterworths, London 1966
2. G. Bury in V. Leroy: *La microanalyse par sonde électronique*, Centre National de Recherches Métallurgiques, Liège, 1970
3. J. Philibert: »L'analyse quantitative en microanalyse par sonde électronique«; *Métaux-Corrosion-Industries* (40) 1964; maj, št. 465, 157—176; junij, št. 466, 216—240 in september, št. 469 str. 325—342
4. W. J. M. Salter: »An Examination of Quantitative Electron Probe Microanalysis«; *British J. of Applied Physics D* (1), 1968, ser. 2, 541—547
5. A. R. Büchner in W. Pitsch: »A new correction for absorption and atomic number in quantitative microprobe analysis of metals«. *Z. Metallkunde* 62 (1971), št. 5, 392—400
6. A. R. Büchner in W. Wepner: »Berechnung von Tafeln der Absorptions und Ordnungszahlkorrektur für die quantitative Analyse mit der Mikrosonde«; *A. f. Eisenhüttenwesen* 42 (1971), št. 8, 565—573
7. A. E. Bence in A. L. Albee: *Empirical Correction Factors for the Electron Microanalysis of Silicates and Oxides*; *J. of Geology* (76) 1968, str. 382—403
8. A. L. Albee in L. Ray: »Correction Factors for Electron Probe Microanalysis of Silicates, Oxides, Carbonates, Phosphates, and Sulfates«; *Anal. Chemistry* (42) 1970, št. 12, str. 1408—1414
9. P. M. Martin and D. M. Poole: *Electron-probe microanalysis. The relation between intensity ratio and concentration*. *Metallurgical Reviews* 19—46

ZUSAMMENFASSUNG

Im Artikel werden der Arbeitsprinzip und der Aufbau des Elektronenmikroanalysators, die Analysenverfahren und die experimentellen Möglichkeiten und Fehler der Elektronenstrahl-Mikroanalyse beschrieben. Der Zweck dieses Artikels ist den eventuellen Kunden alle Grunddaten

über die Elektronenstrahl-Mikroanalyse zu geben, auf deren Grund die auch feststellen könnten, wie und in welchem Masse die Ergebnisse der Elektronen-Mikroanalyse nützlich in der Forschungsarbeit benutzt werden können.

SUMMARY

Principles of the operation, the construction of electron microanalyzers, analytical methods, experimental possibilities, and errors at the electron microanalysis are described in the paper. The intension was to give basic

data on the analysis in order to show how and to which extent results of electron microanalysis can be included in research projects.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Дано описание принципа работы и конструкция микроанализаторов, чувствительность и методы анализа а также ошибки как последствие основных принципов работы электронных микроанализаторов и наконец основные ошибки специфичности метода. Возможность употребления электронного микроана-

лизатора рассмотрена при помощи практических примеров на основании которых можно получить представление о геометрической отделительности и концентрационной чувствительности анализа. По объёму и содержанию статья предназначена специалистам которые желают результаты электронного анализа включить в свои исследовательские работы.

Potenciometrično določevanje mangana pri konstantnem toku

Izdelana je direktna, enostavna in hitra metoda za določevanje mangana v različnih materialih: v manganovih in železovih rudah, aglomeratu, manganovih zlitinah, plavžnih in varilnih žlindrah, varilnih oblogah in varilnih praških. Vzorec razkrojimo v klorovodikovi in fluorovodikovi kislini, nato pa oksidiramo mangan do tretje valence z vrelo mešanico klorove (VII) in fosforjeve (V) kisline. Trivalentni mangan reduciramo z raztopino železo (II) amonijevega sulfata in je poraba reducenta merilo za koncentracijo mangana. Za indikacijo ekvivalentne točke uporabljamo potenciometrijo pri konstantnem toku, ki pri titraciji daje velike spremembe potenciala. Določevanje motita krom in vandij, ne motijo pa silicijev dioksid, železo, titan in molibden ter kloridi sulfati in fluori.

PREGLED METOD ZA DOLOČEVANJE MANGANA

Za določevanje mangana obstaja cela vrsta metod, ki dajejo natančne in ponovljive rezultate¹. Poleg fotometričnih postopkov uporabljamo še potenciometrične metode, medtem ko klasičnih npr. gravimetričnih metod zaradi njihove zamudnosti ne uporabljamo več.

Pri volumetrični metodi po Volhardu² in Wolhard-Wolffu³ obarjamo moteče elemente s suspenzijo cinkovega oksida. Če nastalo oborino odfiltriramo, je to Volhardov postopek, če pa titriramo mangan v prisotnosti oborine hidroksidov, je to Volhard-Wolffov postopek. Mangan v obeh primerih določimo s titracijo dvovalentnega mangana v nevtralnem mediju z raztopino kalijevega permanganata. Pri tem se v vrelom dvovalentni mangan oksidira v mangan oksihidrat. Metodi sta univerzalni, saj sta uporabni za analizo rud, jekel, zlitin, aglomerata, žlinder itd., ker moteče elemente odstranimo z obarjanjem. Slaba stran obeh metod je, da reakcija ne poteka stehiometrično, ampak je zelo odvisna od načina dela. Metodi sta zamudni, problematična pa je tudi določitev ekvivalentne točke.

Mangan določujemo tudi tako, da oksidiramo dvovalentni mangan do sedme valence. Oksidacijo lahko izvedemo na več načinov. Zelo je v uporabi oksidacija mangana (Schneider) s peroksidisulfatom⁴, ki poteka v žveplovo (VI) ali dušikovo (V)

kisli raztopini v prisotnosti srebrovega nitrata kot katalizatorja. Dodatek fosforjeve (V) kisline pospešuje oksidacijo in preprečuje obarjanje manganovega (IV) oksida. Reakcijo motita kloridni in bromidni ion in večja količina organskih snovi. Nastali rdečeviolični permanganat določimo fotometrično pri 525 ali 545 nm. Obarvani ioni ne motijo, če uporabljamo pri fotometriji primerjalni vzorec, pri katerem permanganat razbarvamo z natrijevim nitridom ali natrijevim azidom. Mangan oksidiramo do sedme valence lahko tudi s perodatom kot oksidantom⁶. Oksidacija poteka v žveplovo (VI), dušikovo (V) ali klorovo (VII) kislih raztopinah brez dodatka katalizatorja. Pri visoki vsebnosti železa poteka reakcija, če je navzoča fosforjeva (V) kislina, nastali permanganat pa določimo fotometrično. Obe fotometrični metodi za določevanje mangana se mnogo uporabljata v metalurških laboratorijih za analizo mangana v jeklu, žlindrah, rudah, aluminiju in še v celi vrsti drugih materialov. Oksidirani mangan kot permanganat lahko določimo (Smith) tudi titrimetrično⁶. Najprej odstranimo prebitke srebrovih ionov z dodatkom natrijevega klorida, nato pa titriramo permanganat s standardno raztopino arzenovega (III) oksida. Titrimetrično metodo uporabljamo predvsem za analizo mangana v jeklih, rudah in žlindrah, njena velika prednost pa je, da je hitra. Analizo moti nad 1 % kroma, vanadija, bakra, titana, volframa, niklja in kobalta.

Mangan določujemo tudi z oksidacijo dvovalentnega mangana v trivalentni (Lingane-Karplus), ekvivalentno točko pa določimo potenciometrično⁷. S prebitnim difosfatom tvori mangan pri oksidaciji s permanganatom v slabo kislem ali nevtralnem mediju stabilen manganov (III) difosfatni kompleks, ki ga določimo z navadno potenciometrijo z uporabo platinske in kalomelske elektrode. Prednost te metode je stehiometrična reakcija in hitra določitev. Slaba stran pa je, da se potencial v ekvivalentni točki spremeni le za okrog 100 milivoltov. Analizo moti 0,5 % kobalta, 1 % vanadija in trivalentni krom. Metoda je predvsem uporabna za analizo mangana v manganovih jeklih, v manganovih zlitinah in manganovih rudah.

Dvovalentni mangan oksidiramo do trivalentnega lahko tudi s kromatom v prisotnosti trivalentnega arzena. Pri tem poteka »inducirana« oksidacija iz dvovalentnega v trivalentni mangan⁸. Kvantitativno poteka reakcija v prisotnosti fluoro-

vodikove kisline, ki kompleksno veže nastali trivalentni mangan. Trivalentni mangan reduciramo v kislem v dvovalentnega z raztopino reducenta, kot indikacijo ekvivalentne točke pa uporabljamo potenciometrijo pri konstantnem toku, to je dve platinski in referenčno kalomelsko elektrodo. Analizo ne motijo silicijev dioksid, železo in krom, uporabna pa je predvsem za analizo manganovih rud in manganovih zlitin.

OSNOVE POSTOPKA

V vzorcu, razkrojenem v klorovodikovi in fluorovodikovi kislini oksidiramo mangan iz druge v tretjo valenco z mešanico klorove (VII) in fosforjeve (V) kisline. Vrela 70 % klorova (VII) kislina je močan oksidant, ki destilira pri 203°C in pri tem ne razpada⁹.

Ugotovljeno je, da se ves mangan popolnoma oksidira pri vrelišču mešanic obeh kislin, tj. pri temperaturi okrog 210°C. Fosforjeva (V) kislina ima pri tem dvojno nalogo: da kompleksira železo v (III) ion in da obdrži nastali trivalentni mangan v kompleksni obliki, s čimer prepreči oksidacijo mangana do višjih valenc. Istočasno se poleg mangana oksidirata še krom v kromat in vanadij v vanadat. Oba elementa motita analizo, ker porabljata raztopino reducenta. Potek redukcije zasledujemo potenciometrično pri konstantnem toku. V ekvivalentni točki dobimo zelo velik skok potenciala (okrog 500 mV), kar je velika prednost te metode. Reakcije ne motijo velike količine silicijevega dioksida, železa, titana in molibdena, pač pa motita krom in vanadij. Ne motijo tudi kloridi, sulfati in fluoridi.

UPORABNOST POSTOPKA

Prednost metode je ta, da je direktna, hitra in enostavna in da je uporabna za analizo mangana v celi vrsti materialov. Tako določujemo mangan v manganovih rudah (piroluzit, hausmanit, braunit, manganit), železovih rudah (limonit, siderit, hematit), aglomeratu, plavžnih in varilnih žlindrah, manganovih zlitinah (silikomangan, feromangan vseh vrst), v vseh vrstah varilnih oblog in varilnih praškov (glej tabelo I). Postopek je posebno uporaben pri analizi vseh vrst varilnih oblog, varilnih žlindrov in varilnih praškov, ki so zelo komplicirane sestave in ki vsebujejo železove zlitine, jedavec, rutil, silikate, karbonate, organske snovi itd.

POTENCIOMETRIJA S KONSTANTNIM TOKOM

Potenciometrična metoda s konstantnim tokom daje izredne skoke potenciala v ekvivalentni točki¹⁰. Pri delu uporabljamo občutljiv cevni milivoltmeter, dve platinski elektrodi in nasičeno kalomelsko

Tabela 1 — Analizni rezultati različnih materialov

	%			
	Mn	SiO ₂	Fe	Cr
Varilna žindra (bazična)	3,27	21,1	6,2	0,02
Varilna žindra (kislá)	9,47	21,0	7,4	0,03
Varilna obloga (bazična)	2,41	14,7	34,8	0,03
Varilna obloga (kislá)	5,12	13,7	47,6	0,04
Varilni prašek	18,40	34,1	0,9	0,01
Manganova ruda (piroluzit)	51,50	21,2	1,0	0,001
Silikomangan	68,30	17,1	—	—
Feromangan	81,40	1,0	—	—
Limonit	2,77	16,8	40,2	0,01
Siderit	1,75	12,3	36,3	0,01
Aglomerat	2,12	11,6	48,9	0,01
Plavžna žindra	3,15	35,9	0,9	0,004

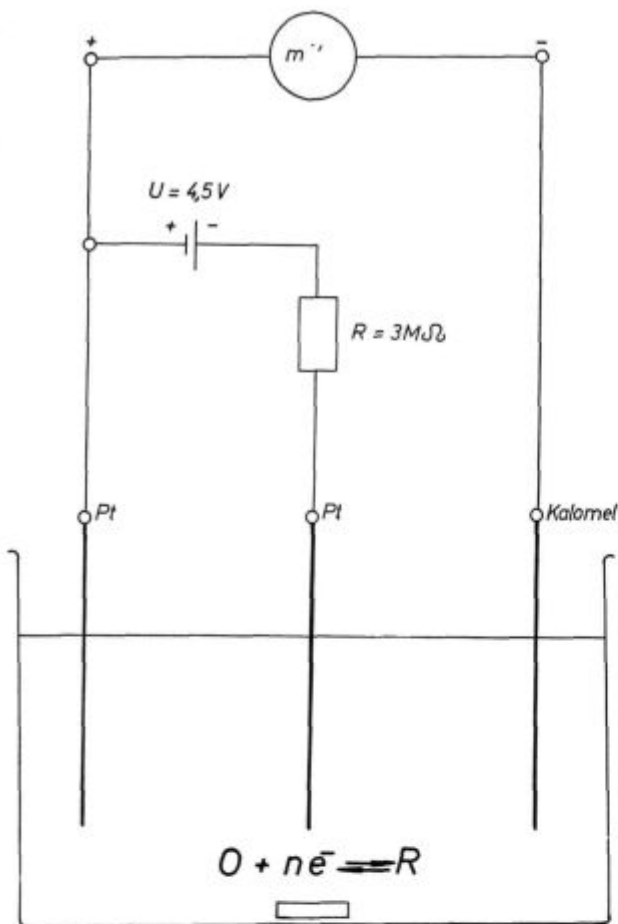
celico kot referenčno elektrodo. Kalomelsko celico priključimo na negativni pol milivoltmetra. Ena platinska elektroda, ki je katodno polarizirana, je priključena na pozitivni pol milivoltmetra, druga anodno polarizirana platinska elektroda pa je vezana preko upora na izvor napetosti (slika 1).

Kot izvor napetosti uporabljamo baterijo 4,5 V, pri izbiri uporov pa upoštevamo, da med obema platinskima elektrodama ne sme teči polariziran tok večji od 10 mikroamperov. Zato navadno uporabljamo upore od 470 kiloohmov (9,6 mikroamperov) do 4,5 megaohmov (1 mikroamper). Opisana uporaba dveh platinskih elektrod in kalomelske elektrode je poznana v literaturi¹¹ kot »potenciometrija pri konstantnem toku«, ki daje hitre in jasne odklone potenciala in je uporabna za celo vrsto oksi-redoksi reakcij.

Ugotovili smo, da je občutljivost metode odvisna od velikosti oziroma površine platinskih elektrod. Največje razlike potenciala so bile pri elektrodah, od katerih je vsaka platinska ploščica imela 100 mm² površine. Pri daljši uporabi platinskih elektrod smo ugotovili, da se elektrodi »postarata« in postaneta manj občutljivi pri dodajanju reagenta, pa tudi padec potenciala v ekvivalentni točki je manjši.

Temu je verjetno vzrok anodno izločeni manganov (IV) oksid, ki ga z elektrod odstranimo z vročo klorovodikovo kislino in 30 % vodikovim peroksidom.

Potencial raztopine pri določevanju mangana je v začetku titracije okrog 1300 milivoltov, pri dodajanju reducenta pade na približno 1200 milivoltov in v ekvivalentni točki na okrog 700 milivoltov, torej pade za 500 milivoltov. Pri dodajanju reducenta dobimo zelo izrazite odklone potenciala tako, da kazalec instrumenta močno poskakuje,



Slika 1
Shema vezave

vendar se vedno vrne v izhodno lego. Po hitrosti vračanja kazalca ob dodatku ene kapljice reducenta lahko ocenimo, kako blizu ekvivalentne točke smo. Ko se po dodatku ene same kapljice reducenta kazalec inštrumenta ne vrne več v prvotni položaj, smo dosegli ekvivalentno točko.

POSTOPEK ZA POTENCIOMETRIČNO DOLOČEVANJE MANGANA PRI KONSTANTNEM TOKU

Kemikalije

1. Klorovodikova kislina HCl p. a. (1:1)
2. Fluorovodikova kislina, HF p. a. (40 %)
3. Vodikov peroksid H_2O_2 p. a. (30 %)
4. Zmesna kislina: zmešamo 500 ml klorove (VII) kisline (sp. t. 1,67) in 500 ml fosforjeve (V) kisline (sp. t. 1,69)

5. Raztopina železo (II) amonijevega sulfata: v litrsko bučko vlijemo 500 ml destilirane vode in 50 ml žveplove (VI) kisline (1:1) ter vsujemo vanjo 39,214 g $FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6 H_2O$, premešamo, ohladimo in dopolnimo z vodo do znaka. Raztopino hranimo v zaprti temni steklenici in jo pred uporabo vedno standardiziramo.

Aparatura

Za merjenje potencialnih prememb pri potenciometrični titraciji pri konstantnem toku uporabljamo običajen pH-meter. Kalomelsko celico priključimo na negativni pol, eno platinsko elektrodo na pozitivni pol, drugo platinsko elektrodo pa preko upora na izvor napetosti (slika 1). Raztopino mešamo z magnetnim mešalom, raztopino reducenta pa dodajamo iz avtomatske birete.

POSTOPEK ZA DOLOČEVANJE MANGANA

V odvisnosti od količine mangana v vzorcu zatehtamo osušen in homogen vzorec v visoke čaše 250 ml. Pri varilnih žlindrah, varilnih oblogah in varilnih praških zatehtamo 0.5 do 1.0 g vzorca, pri železovih rudah, aglomeratu in plavžni žlindri 1 g, pri manganovih rudah, feromanganu in silikomanganu pa 0.2 g vzorca. Vzorce najprej omočimo z nekaj vode. Pri razkroju manganovih rud uporabljamo 5 ml klorovodikove kisline (1:1), ki ji dodamo nekaj kapljic 30 % vodikovega peroksida. Pri razkroju vseh ostalih materialov pa uporabljamo 5 do 10 ml klorovodikove kisline (1:1) in 20–30 kapljic 40 % fluorovodikove kisline, pač odvisno od količine silicijevega dioksida v vzorcu. Na kuhalniku izparimo raztopino na majhen volumen, nato pa ostanku dodamo 30 ml zmesne kisline. Čaše postavimo na zelo vroč kuhalnik in izparimo raztopino do močnih par klorove (VII) kisline. Raztopina se obarva svetlo do temnoviolično, odvisno od količine mangana. Kisline izparevamo še toliko časa na zelo močnem kuhalniku, da se na površini pojavijo mehurčki. Izparevamo lahko tudi dalj časa, saj smo s poskusi ugotovili, da tudi izguba nekaj mililitrov klorove (VII) kisline ne vpliva na rezultate analize. Čaše nato odstavimo na azbest, kjer jih pustimo, da se ohladi, dolijemo vodo do 150 ml, raztopino popolnoma ohladimo in nato titriramo. Čašo podstavimo pod elektrode in vključimo magnetno mešalo. Pri titraciji barva raztopine z dodatkom reducenta zbledi. Zato proti koncu titracije dodajamo reducent po kapljicah. Kazalec instrumenta pri vsakem dodatku močno poskoči, vendar se vrne na začetni potencial. Ko z dodatkom ene kaplje reducenta pade potencial za približno 500 mV, je titracija končana. Odčitamo porabo reducenta na bireti in izračunamo vsebnost mangana. Teoretično odgovarja pri enogramski zatehti 1 ml železo (II) amonijevega sulfata 0.549 % Mn. Raztopina reducenta ni stabilna in jo moramo zato standardizirati z normalami (standardna raztopina kalijevega dikromata ali normala za feromangan). Mangan izračunamo iz formule:

$$\% \text{ Mn} = \frac{V \times E \times N \times 100}{Z \times 1000}$$

V = poraba raztopine reducenta (ml)
E = ekvivalent za mangan
N = normaliteta reducenta
Z = zatehta (grami)

Tabela 2

V	A	B	C	D	E
Varilna žica (bazična)	3.17 ± 0.02	3.40 ± 0.04	—	3.24 ± 0.03	3.38 ± 0.02
Varilna žindra (kisla)	9.32 ± 0.06	9.35 ± 0.06	—	9.50 ± 0.05	9.70 ± 0.05
Varilna obloga (bazična)	2.41 ± 0.03	2.38 ± 0.04	—	2.40 ± 0.03	2.46 ± 0.02
Varilna obloga (kisla)	5.02 ± 0.04	5.13 ± 0.03	—	5.10 ± 0.04	5.14 ± 0.03
Varilni prašek	18.17 ± 0.07	18.60 ± 0.10	18.67 ± 0.08	18.45 ± 0.08	18.70 ± 0.05
Manganova ruda (piroluzit)	51.64 ± 0.14	—	51.30 ± 0.10	51.60 ± 0.09	51.50 ± 0.05
Silikomangan	69.12 ± 0.08	—	67.70 ± 0.12	68.50 ± 0.10	67.90 ± 0.10
Feromangan (normala BAM = 81.40 % Mn)	81.44 ± 0.09	—	81.05 ± 0.08	81.30 ± 0.06	81.30 ± 0.06
Limonit	2.74 ± 0.04	2.80 ± 0.05	—	—	2.72 ± 0.02
Siderit	1.72 ± 0.02	1.78 ± 0.03	—	—	1.72 ± 0.02
Aglomerat	2.08 ± 0.02	2.12 ± 0.04	—	—	2.08 ± 0.02
Plavžna žindra	3.09 ± 0.02	3.24 ± 0.04	—	—	3.24 ± 0.02

Oznake:

A — volumetrija (Volhard — Wolff)

B — fotometrija (peroksodisulfat)

C — potenciometrija (difosfat)

D — potenciometrija pri konstantnem toku (dikromat)

E — potenciometrija pri konstantnem toku (klorova (VII) kislina)

Analizirani vzorci ne smejo vsebovati kroma in vanadija, ki povzročata višje rezultate. Za vsakih 0,10 % kroma moramo od rezultata za mangan odšteti 0,30 % mangana, za vsakih 0,10 % vanadija pa 0,12 % mangana.

PRIMERJAVA REZULTATOV

Za primerjavo analiznih podatkov po opisani metodi z drugimi rezultati smo analizirali dvanajst različnih vzorcev in to: varilne obloge, varilne žindre, varilne praške, železove in manganove rude, manganove zlitine, aglomerat in plavžno žindro.

Istočasno je bil mangan določen v vzorcih volumetrično po Volhard — Wolffu, fotometrično z oksidacijo s peroksodisulfatom, potenciometrično po metodi Karplus — Lingane kot difosfat, potenciometrično pri konstantnem toku z oksidacijo mangana z dikromatom (8) in po opisani metodi z oksidacijo mangana s klorovo (VII) kislino (tabela II).

Rezultati analiz, dobljeni z različnimi metodami se med seboj ujemajo, izjema so le rezultati za silikomangan in kislo varilno žindro, pri katerih nastopajo razlike verjetno zaradi nehomogenosti vzorcev.

SKLEPI

V članku so kratko opisane metode, ki jih običajno uporabljamo za določevanje mangana: volumetrična metoda (Volhard — Wolff), titrimetrično določevanje (Smith), fotometrija, potenco-

metrija (Karplus — Lingane) in potenciometrija pri konstantnem toku.

Osnova potenciometričnega določanja mangana pri konstantnem toku je oksidacija dvovalentnega v trivalentni mangan z mešanico klorove (VII) in fosforjeve (V) kisline. Mangan se popolnoma oksidira do tretje valence pri vrelišču mešanice obeh kislin. Tako nastali trivalentni mangan reduciramo z železo (II) amonijevim sulfatom, poraba reducenta pa je merilo za vsebnost mangana.

Prednosti metode so, da je direktna, enostavna in hitra, saj analiza dveh vzorcev od zatehte do rezultata traja 30 minut, v eni uri pa lahko analiziramo šest vzorcev različne sestave, če delamo serijsko. Posebna prednost metode je zelo izrazita indikacija oksidacijske reakcije, saj se potencial v ekvivalentni točki spremeni za okrog 500 milivoltov. Določevanje motita krom in vanadij, ne motijo pa silicijev dioksid, železo, titan, molibden ter kloridi, sulfati in fluoridi.

Metoda je posebno uporabna za analizo materialov komplicirane sestave, kot so to varilne žindre in varilni praški, uporabna pa je tudi za kontrolo metalurških surovin ter medfaznih in končnih izdelkov. Tako kontroliramo surovine in končne proizvode (manganove rude, varilne elektrode, varilne praške), plavžne surovine (železove rude, aglomerat, žindre) ter surovine jeklarne (feromangan in silikomangan).

Iz primerjave rezultatov analiz mangana (tabela II) vidimo, da je metoda določevanja mangana s potenciometrijo pri konstantnem toku in oksidacijo mangana s klorovo (VII) kislino primernejša od vseh ostalih volumetričnih, fotometričnih in potenciometričnih metod, predvsem zaradi svoje hitrosti, enostavnosti in uporabnosti.

Literatura

1. Spauszus S.: Methoden der Chemischen Stahl und Eisenanalyse VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1967
2. Volhard J.: Ann der Chem. u Pharm. 198 (1879), 318
3. Wolff N.: Stahl und Eisen 11 (1891), 377
4. Schneider L.: Z anal. Chem. 32 (1893), 367
5. Scribner W. G.: Analyt. Chem 32, (1960), 970
6. Smith, P. H.: Chem. News, 90 (1904), 237
7. Lingane J. J., Karplus R.: Ind. Chem. Anal Ed. 18 (1946), 191
8. Analiza mangana v manganovi rudi — postopek tovarne baterij »Zmaj« Ljubljana
9. Melorova J. A.: Moderna anorganska hemija, Naučna knjiga Beograd, 1958
10. Osebine informacije mag. dipl. ing. Zemva Peter, »Zmaj« Ljubljana
11. Snell F. D., Hilton C. L.: Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis Vol. 3, Interscience Publ, New York 1966 str. 214

ZUSAMMENFASSUNG

Im Artikel sind im kurzen die üblich gebrauchten Methoden für die Bestimmung von Mangan beschrieben: die volumetrische Methode (Volhard-Wolff), titrimetrische Bestimmung (Smith), Photometrie, Potentiometrie (Karplus-Lingane) und Potentiometrie bei konstantem Strom.

Das Wesentliche bei der potentiometrischen Bestimmung von Mangan bei konstantem Strom ist die Oxydation des zweiwertigen Mn in den dreiwertigen Mn in einer Mischung der Perchlor und der Orthophosphorsäure. Mangan oxydiert vollkommen beim Siedepunkt der beiden Säuremischungen bis zu der dritten Valenz. Der so entstandene dreiwertige Mangan wird mit dem Eisen (II) —ammoniumsulfat reduziert. Die verbrauchte Menge dieses Reduzenten ist ein Mass für den Mangan Gehalt.

Die Bestimmungsmethode ist direkt, einfach und schnell. Die Analyse zweier Proben von der Einwaage bis zu dem Ergebniss dauert 30 Minuten. In einer Stunde können sechs Proben analysiert werden, wenn in der Serie gearbeitet wird. Ein besonderer Vorteil dieser Methode ist ein sehr ausgeprägter Übergang der oxi-redoxi Reaktion.

Das Potential ändert sich im äquivalenten Punkt um rund 500 Millivolt. Die Bestimmung wird von Chrom und Vanadium gestört, SiO₂, Fe, Ti, Mo, Chloride, Sulfate und Fluoride stören nicht.

Diese Methode ist besonders günstig bei der Analyse der kompliziert zusammengesetzten Materialien anwendbar, wie zum Beispiel Schweisschlacken und Schweisspulver, sie kann aber auch bei der Kontrolle der Hüttenrohstoffe der Zwischen- und Endprodukte angewendet werden. So werden bei uns die Rohstoffe und Endprodukte analysiert (Manganerze, Schweisspulver und Schweisselektroden), Hochofenrohstoffe (Eisenerze, Sinter und Schlacken), Stahlwerkstoffe (Fe Mn und Si Mn).

Aus dem Vergleich der Ergebnisse verschiedener Manganbestimmungsverfahren (Tabelle II) ist zu entnehmen, dass die Methode der potentiometrischen Bestimmung von Mn beim konstanten Strom und der Oxydation von Mn mit der Perchlorsäure im Vergleich zu anderen volumetrischen, photometrischen und potentiometrischen Methoden vor allem schneller, einfacher und sicherer ist.

SUMMARY

The methods usually applied in determining manganese are described in the paper. They are: volumetric method (Volhard-Wolff), titrimetric determination (Smith), photometry, potentiometry (Karplus-Lingane), and potentiometry at the constant current.

Basis of potentiometric determination of manganese at constant current is oxidation of manganous into manganic ion by mixture of perchloric and ortho-phosphoric acid. Manganese is completely oxidized at the boiling point of the mixture of both acids. So formed manganic ion is reduced by ferrous ammonium sulfate. Consumption of reducing agent is proportional to the manganese content.

The advantage of this method is that it is direct, simple and fast, as two samples can be analyzed in half an hour (weighing included), and six samples with various compositions in one hour if working in series. Especial advantage of the method is very pronounced indication of oxidation — reduction reaction as potential in the

equivalent point changes for about 500 millivolts. Determination is disturbed by chromium and vanadium while silica, iron, titanium, molybdenum, chlorides, sulfates, and fluorides do not disturb.

The method is especially usable for materials with complicated compositions as welding mantles, welding slags and welding powders. It is applicable also in control of metallurgical raw materials, and intermediate and final products. So controlled are raw materials and final products (manganese ores, welding electrodes, welding powders), raw materials for blast furnace (iron ores, sinter, slags), and raw materials for the steel work (ferromanganese, silicomanganese).

Comparing the results of analysis of manganese (Table II) shows that potentiometric determination at constant current combined with oxidation of manganese by perchloric acid is more suitable than other volumetric, photometric and potentiometric methods mainly due to its fastness, simplicity, and applicability.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Дано короткое описание методов определения т. е. волюмометрическое по Volhard-Wolff-у, титриметрическое определение по Smith-у, фотометрическое, потенциометрическое по Karplus-Lingane и потенциометрическое при постоянном эл. токе. Принцип потенциометричного определения Mn при постоянном эл. токе (Potentiometric Titration at constant Current) состоит в окислении двух валентного Mn в трехвалентный Mn в растворе смеси хлорноватой

кислоты (VII) и орто-фосфорной кислоты (V). При точки кипения смеси этих кислот, Mn полностью окисляется до 3-ей валентности. Этот тривалентный Mn восстанавливаем с соединением железо-сернистый аммоний.

Преимущество метода в быстроте определения. Результат анализа двух различных образцов от взвешивания можно получить через 30 минут, а в одном часу в случае серийного определения можно

закончить 6 различных образцов, различного химического состава. Преимущество метода также в выразительности индикации окислительно-восстановительной реакции, т. к. потенциал в эквивалентной точке изменяется прибл. за 500 мВ (mV). Определению не мешают Cr и V но не мешают SiO₂, Fe, Ti Mo а также хлориды, сульфаты и вториды.

Метод особенно применим для анализа материалов сложного состава, напр. сварочной кладки, сварочной шлак и сварочные порошки. Применим также для проверки состава т. е. качества металлур-

гического сырья, промежуточных продуктов и конечных изделий. Этим способом проверяем качество следующих материалов: марганцевая руда, сварочные электроды, сварочные порошжелезная руда, агломерат, шлак а также сплавы Fe-Mn и Si-Mn.

При сравнении результатов анализа Mn (рис II) можно уверится, что метод определения Mn при помощи потенциометрии при постоянным ел. токе и окисление Mn в хлорноватой кислоте (VII) самый подходящий метод в сравнении с остальными способами свыше упомянутыми.