

Vodik v jeklu, ferolegurah in litini in metoda določanja

Metoda določanja vsebnosti vodika v ferolegurah, jeklu in litem železu s pomočjo vakuumske ekstrakcije pri 650° C nam je v predpisano odvzetih vzorcih dala rezultate, ki se v dveh oziroma treh paralelkah med seboj zadovoljivo ujemajo. Metoda je za kontrolo proizvodov železarne zadovoljiva.

UVOD

Visoka kemijska reaktivnost vodika in velika podobnost v lastnostih z nekaterimi kovinami in pa njegova sposobnost, da se pojavlja v molekularni, atomarni ali ionski obliki je vzrok, da vodik vpliva na lastnosti kovin.

Pod normalnimi pogoji je plinasti vodik v molekularnem stanju. Če pa molekula sprejme energijo, npr. toploto, disociira v atome.

Vodik se v atomarni obliki lahko dolgo obdrži. Ko pa se spremeni nazaj v zelo stabilno molekulo, sprosti prej vezano energijo, ki jo v obliki toplote veže nase tuja molekula trdne substance, npr. kovine.

Topnost in propustnost vodika v kovini

Atomi vodika na površini kovine delujejo drugače kot v njeni notranjosti. Na površini kovine se vodik adsorbira in kot adsorbiran pri nižjih temperaturah pri nekaterih kovinah tudi ostane. Pri višjih temperaturah pa nekatere kovine, med njimi tudi železo, vodik ne samo adsorbirajo, temveč ga tudi absorbirajo — vodik vanje okludira.

Vezavo vodika s kovino, oziroma pot vodika skozi kovino, si predstavljamo približno tako, da se izvrši:

- 1) adsorbcija: $H + K(ov.) \rightarrow HK$
- 2) vezava: $HK + HK \rightarrow H_2K + K$ ali $HK + H \rightarrow H_2K$
- 3) desorbcija: $H_2K \rightarrow H_2 + K$

Topnost in propustnost železa za vodik sta v veliki meri odvisni tudi od zunanjih činiteljev, kot sta temperatura in pritisk. Topnost je z njima premo sorazmerna. Različni elementi, kot so: ogljik, silicij, mangan, nikelj, volfram, idr., ki jih železo vsebuje, vplivajo na topnost in propustnost železa za vodik.

Topnost vodika v jeklu je odvisna tudi od strukture jekla. Avstenitno jeklo bolj raztaplja vodik kot feritno jeklo.

Velik vpliv na topnost vodika ima tudi prede-lava oziroma obdelava jekla. Npr. žarenje oklu-divno sposobnost železa za vodik zniža.

Kot je topnost vodika v kovini odvisna od strukture železa oziroma jekla, je analogno od strukture odvisna tudi propustnost oziroma permeabilnost. V α -strukturi vodik laže prodre skozi mrežo kot v γ -strukturi.

Kot topnost, je tudi propustnost odvisna od kemijskih elementov, ki jih železo oziroma jeklo še vsebuje.

Ker se torej vodik v jeklu nahaja ali v plinasti obliki v luknjicah oziroma mehurčkih (porah), ali v trdni raztopini vodik-železo (α -faza), ali v obliki, ko se elektroni vodikovega atoma dobe-sedno vrinejo v železove atome (β -faza, ki je ne-stabilna), ima vodik v različnih svojih fazah in oblikah različen vpliv na lastnosti jekla oziroma železa. α -faza povzroči npr. krhkost materiala, plin v porah ali mehurčkih pa nezaželeno poroznost.

Vpliv vodika na lastnosti jekla

Vodik more imeti velik vpliv na nekatere me-hanske in kemijske lastnosti jekla. Vpliva npr. na plastičnost jekla, ne pa na njegov elastični modul in magnetne lastnosti. Vodik v mehurčkih povzroči poroznost jekla. Pri višjih temperaturah je, kot smo že omenili, njegova topnost večja, pri točki strjevanja taline pa vodik, ki je bil prej topen, začne izhajati in povzroči poroznost na površini ingota, ulitka, ipd. V sredini ingota, kjer je jeklo še vroče, vodik ostane (izhaja šele pozneje npr. med ležanjem ali predelavo) in ga je zato v sredini ingota vedno več kot na površini. Zato vodik vpliva na strukturo jekla predvsem v no-tranjosti.

Vodik vpliva tudi na kemične lastnosti jekla. Ker se izredno rad veže na ogljik oziroma razkraja cementit, tvori metan.

Vodik povzroči v jeklu, predvsem v konstruk-cijskem in orodnem t. im. kosmiče in kot las tenke razpoke, vendar v odvisnosti od hitrosti ulivanja, ulivne temperature, pogojev talenja, rafinacije in kemijske sestave vložka.

Zaradi vsebnosti vodika se jeklo slabo vari; bolje povedano, zvari takega jekla ali s takimi elektrodami, ki vsebujejo vodik, niso kvalitetni. Ko varimo, dosežemo visoke temperature tudi do 3000° C in vodik disociira in se kot atomaren

v jeklu močno raztaplja. To so opazili predvsem pri delu z oplasčenimi elektrodami. Zvari so zaradi prisotnosti vodika porozni in imajo razpoke.

Tudi pri luženju se jeklo navzame vodika, zlasti še, če lužimo pri višjih temperaturah. Pri odstranjevanju rjaste površine jekla v kopeli, se vodik razvije v status nascendi, je močno reaktiven in povzroči mehurčke. Z žveplom tvori žveplovodik, ki zavre pretvorbo atomov vodika v molekule in s tem prepreči tudi izstop vodika.

Kako pride vodik v talino

Ko so spoznali, kakšen vpliv ima vodik na jeklo, so skušali eliminirati njegov dostop v talino že med proizvodnjem. S poskusi so spoznavali različne faktorje, ki vplivajo na vsebnost vodika v jeklu v posameznih fazah proizvodnje. Kontrolirali so vsebnost vodika med raztapljanjem, rafinacijo, ob dodajanju dodatkov, med ulivanjem ipd. Težko je bilo dobiti reprezentativen vzorec za pogoje, pod katerimi se je talina v agregatu v dotični fazi dejansko nahajala. Vendar so s poskusi dokazali, da pride vodik v talino v glavnem z vodo, to je, z vlago iz zraka, rjastimi ostružki, rudo, talili in primesmi, ki tvorijo žlindro. Razen tega pride vodik v talino s ferolegurami, pa še iz oblog peči, ponovc in kokil, s premazi in z gorivi. Sposobnost žlindre, da zaščiti talino in zadržuje pronicanje vodika vanjo, je odvisna predvsem od njene bazičnosti oziroma kislosti in viskoznosti.

Vsebnost vodika v talini znižujejo suhi dodatki, višja vsebnost kisika v talini, močno kuhanje jekla, višja vsebnost ogljika in aktivna oksidacijska bazična žlindra in ne previsoka temperatura talenja.

Vpliv vodika na lito železo in kako pride vodik v talino

Tudi v litem železu nastopajo plini, kot so: kisik, vodik, ogljikov monoksid, dušik, metan in vodna para, ki povzročijo neljube spremembe fizikalnih in kemijskih lastnosti litega železa. Motnje v trdnosti, trdoti, raztezkih in žilavosti, poroznost in razpoke so posledica vsebnosti plinov, predvsem vodika.

Vodik pride v železno talino tako kot v jekleno že med talenjem, ulivanjem iz oblog peči in ponovc, iz goriv in iz ne dovolj osušenih peščenih form. Ne nazadnje dobi talina vodik še zaradi vlage v zraku. Vodik, ki ga lito železo dobi med talenjem je tisti, ki povzroči motnje v trdnosti in ostale mehanske napake.

Pri strjevanju talina vodik sicer oddaja, vendar ga tudi adsorbira in absorbira iz eventualno vlažnih form in atmosfere, da moremo smatrati, da ga manj odda kot sprejme.

V litem železu vodik nastopa v atomarni — ionski obliki v tekočem in trdnem stanju železa. Nastopa pa pogosto še kot metan. Vendar je v litem železu, za primerjavo z jeklom vodika znatno manj, in je v večini vezan, zato ga je tudi

teže določiti, oziroma izločiti iz taline. Delež metana v mešanici plinov je v litem železu večji kot v jeklu.

V glavnem je vodik v litem železu absorbiran predvsem v površinskih delih, ker se lito železo na zraku izredno hitro pokrije z oksidno plastjo. Pri tej reakciji so soudeležene OH-grupe. Tvorba oksidov na površini in absorpcija vodika sta torej v tesni odvisnosti, oboje pa zavisi od velikosti površine in vsebnosti grafita, ki absorbira večje količine plina, ker je higroskopnen in povečuje površino.

Vpliv vodika je izredno velik že na samo živnost železne taline. Poroznost pa, ki jo vodik povzroči, je vedno nezaželena. Vodik, ki se pri strjevanju taline sprosti, ker se topnost zmanjša, ostaja v veliki meri pod površino in povzroča pore. Talina se navadno na robovih najprej strdi in ti predeli oddajajo vodik navzven, pa tudi v talino nazaj. Če je vsebnost vodika tolikšna, kolikor znaša njegova topnost v tekoči fazi železa pri temperaturi strjevanja, se talina vodika ne navzema več in se tvorijo pore v debelih in tankih stenah ulitka v enaki količini. Če pa količina vodika v talini leži pod mejo topnosti, se talina vodika še navzame in se z njim obogati in povsem izhaja v obliki mehurčkov.

Del vodika, ki ostane v talini raztopljen v atomarni obliki v mreži železa, pozneje tvori molekule, ki so v obliki mehurčkov pod takim pritiskom, da razbijejo kristalno strukturo in v jeklu povzročijo kosmiče, v litini pa krhkost.

Razen krhkosti vodik povzroča tudi tako imenovano obratno belo plast litega železa, predvsem pri debelejših stenah. (Tako obratno belo plast sicer more povzročiti tudi žveplo, vendar so jo opazovali tudi tam, kjer žvepla praktično ni bilo, to je v nodularnem livu, zato so smatrali, da ji botruje vodik.)

Obratna bela plast se tvori, ko prodre vodik, ki ga že strjeni del odda razen navzven še v notranjost, od koder ga talina ni sposobna več oddati. V notranjosti ta vodik zavira ali popolnoma prepreči grafitizacijo pri tempranju, oziroma feritizacijo. V taki beli plasti ni mehurčkov oziroma por. Obenem pa vodik razen cementita stabilizira še perlit. Zaradi tega naraste trdota in vlečna trdnost (vlečna trdnost le tedaj, če ulitek ni porozen), vendar povzroči z vodikom vezan ferit nižji raztezek in žilavost. Material postane krhek in občutljiv za udarce in velike in nenadne toplotne spremembe. Litina, če je krhka, je nagnjena k tvorbi razpok.

DOLOČANJE VODIKA V JEKLU

Slabše mehanske lastnosti, poroznost, razpoke in kosmiče pripisujejo, kot uvodoma povedano, vsebnosti plinov, zlasti vodika v jeklu.

Prve poizkuse določiti vsebnost vodika so izvedli že leta 1861. Vse metode, ki so jih do danes

uporabili, med seboj niso primerljive, zato še vedno iščejo najboljšo.

Po različnih principih te do danes znane metode določanja vsebnosti vodika, razdelimo v glavnem v dve večji kategoriji, in sicer:

1. z ekstrakcijo plinaste zmesi (ki jo v 89—98 odstotkih sestavlja vodik) pri temperaturi 650° C v vakuumu dobimo vsebnost vodika iz trdnega vzorca;

2. z ekstrakcijo plinaste zmesi, ki jo sestavljajo vodik, ogljikov monoksid, dušik, kisik in metan pri temperaturi 1800—2000° C določimo vsebnost vodika iz raztaljenega vzorca.

Obe metodi sta uporabni za določanje vsebnosti vodika v nelegiranih in legiranih jeklih, v ferolegurah in v litini, čeprav bi po mnenju nekaterih avtorjev druga metoda dajala točnejše rezultate predvsem za legirana jekla in litino. Pri višjih temperaturah sicer dobijo večjo količino plina iz vzorca, vendar bi to bila zmes plinov, iz katere je pozneje vodik potrebno izolirati.

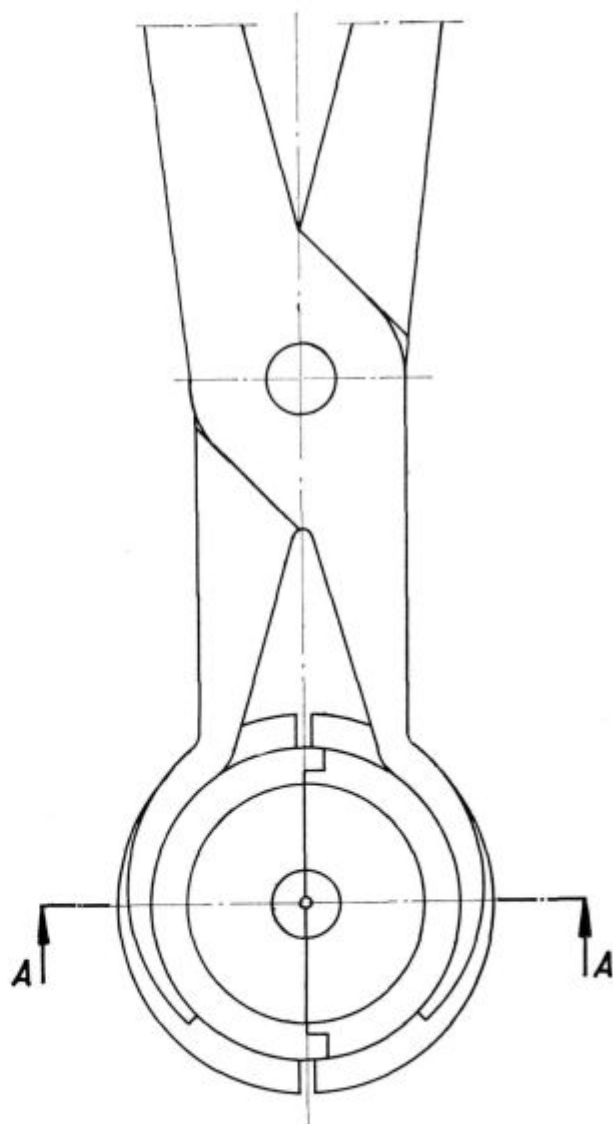
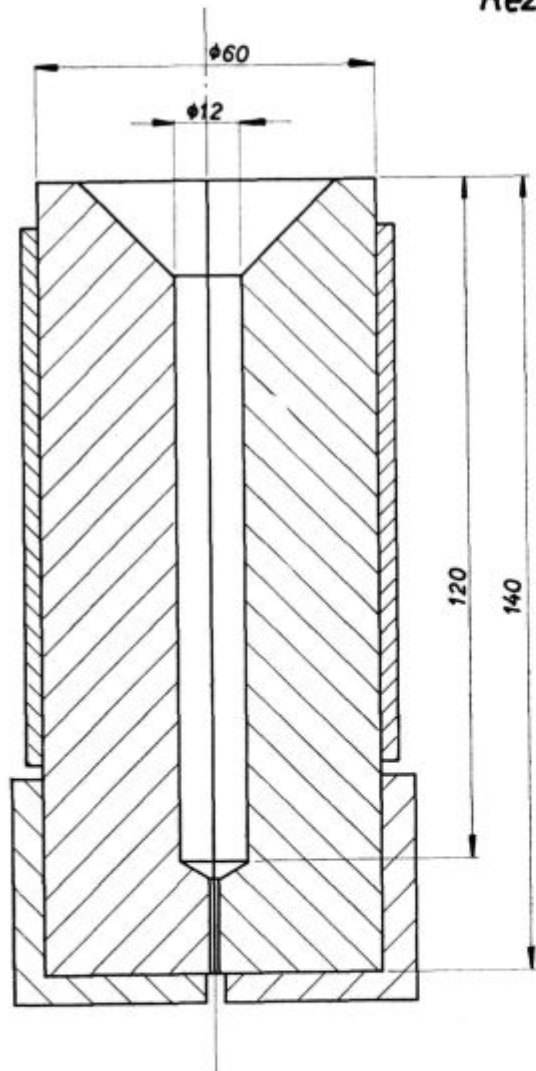
Prva metoda je hitra in enostavna. Izhajanje plina v vakuumu je funkcija časa, meritev pa se

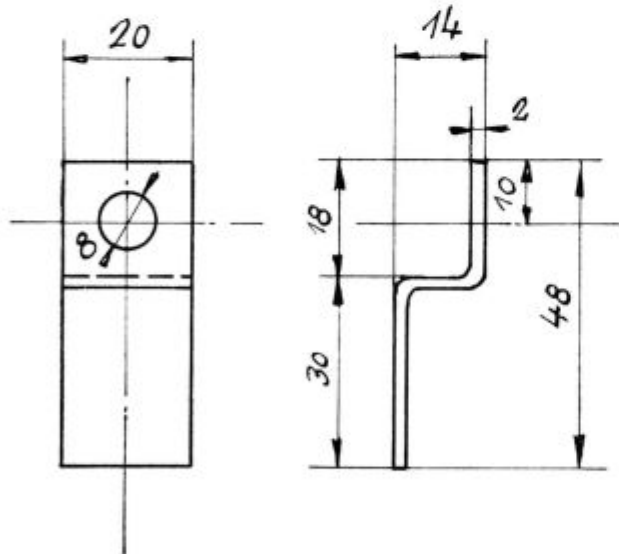
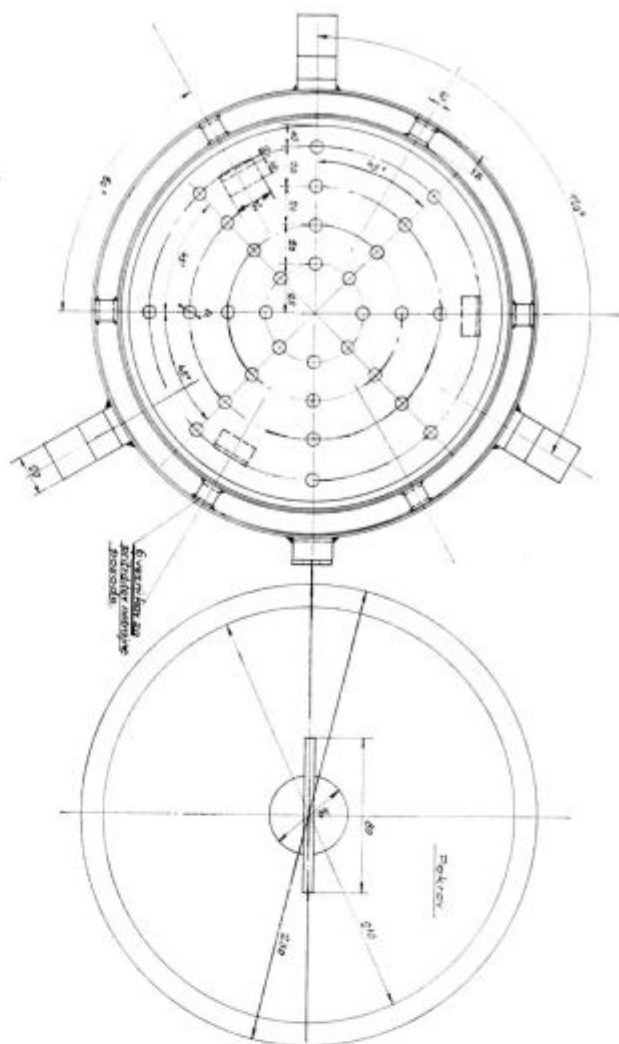
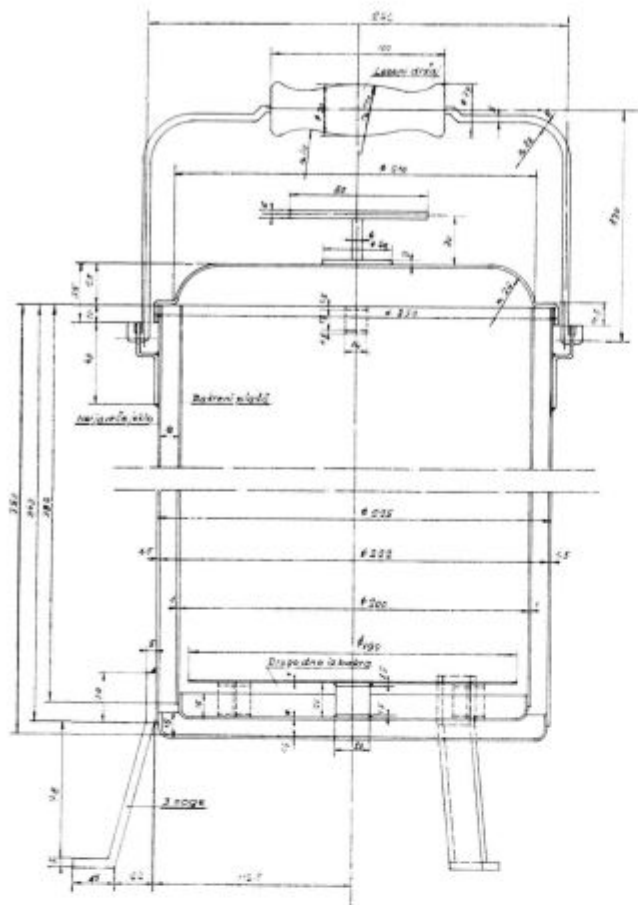
izvrši z merjenjem volumna oziroma pritiska plina v manometru. Pri 650° C v vakuumu $3 \cdot 10^{-4}$ tora v 30—45 minutah ekstrahiramo plin, ki ga v glavnem sestavlja vodik. Pogoj za eksaktnost te metode, ki nam daje primerljive in relativno točne rezultate, je brezpogojno skrbno in točno po predpisih vzet in pripravljen in do analize shranjen vzorec.

Jemanje vzorca

Uporabljamo bakreno kokilo (skica 1), ki jo ogrejemo oziroma osušimo na ta način, da vanjo ulijemo raztaljeno jeklo. Prvi ulitek zavržemo. Nato iz peči s probno zajemalko, ki mora biti pokrita z žlindro, zajamemo jeklo in ga čim hitreje prenesemo h kokilu. S taline v zajemalki posnamemo žlindro in talino pomirimo z 0,2 ut. % Al v obliki žice, $\varnothing 1-2$ mm, ki jo pomočimo do dna zajemalke. (Zaradi kuhanja jekla bi nam sicer plini izšli.) Takoj nato ulijemo tekoče jeklo v kokilo v enem curku, neprekinjeno. Kokilo s probno

Rez AA





potisnemo v vedro, napolnjeno z mrzlo vodo. Po 5 sek. vzamemo probo iz vode in osušeno (osuši se zaradi lastne toplote), vsaj še 100°C toplo prenesemo v tekoči kisik, kjer pri -180°C v trenutku zmrzne. Posodo za prenašanje kisika iz kisikarne v jeklarno vidimo na sliki 1. Posodo, v kateri je tekoči kisik za zmrznjenje vzorca pred analizo, pa predstavlja skica 2.

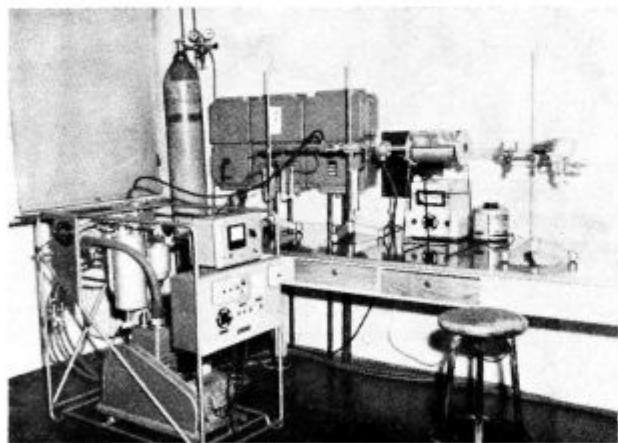


Slika 1

Cas od trenutka, ko prinesemo jeklo z zajemal-ko iz peči, pa do tedaj, ko vržemo vzorec v posodo s kisikom, ne sme biti daljši od 30 sekund. Če v tem času nismo uspeli uliti vzorca, moramo po-
stoppek ponoviti. V posodi s kisikom prenesemo vzorec do brusilne plošče, mu kar najhitreje odbi-
jemo nalitek in spodnji del, nato pa preostali srednji del vzorca med vmesnim občasnim ohla-
janjem v tekočem kisiku, na fini smirkovi plošči obrusimo, da mu odstranimo vso oksidno plast (obrusiti ga smemo do 1 mm). Vzorec se ne sme ogreti, ostati mora zmrznjen. Če opazimo, da med brušenjem vzorec izgublja zgornjo ledeno plast, je znak, da smo ga pregreli in ga moramo, še predno se je vsa ledena plast otalila, v tekočem kisiku ponovno zamrzniti. Na dva dela razdeljen vzorec prenesemo v plastični vrečki zaviti v CO₂-led ali CO₂-led-aceton mrzotvorno zmes (5 ml acetona na 1 kg CO₂-ledu), katere temperatura je cca -80° C. Posoda mora biti hermetično zaprta, da v njej vzorec, ne da bi se odtalil, počaka na analizo tudi do dva dni. Pozneje analiza ni več za-
nesljiva.

Priprava vzorca za analizo

Predno začnemo z analizo, to je predno vzorec prenesemo v aparat za določanje vodika, ga pu-
stimo ogreti maksimalno 10 minut v eksikatorju na sobno temperaturo. Nato primemo vzorec s pinceto, ga operemo v etilalkoholu in etru in ga osušimo v toku dušika, ki mora biti osušen s sili-
kagelom in magnezijevim perkloratom. Tak vzorec takoj prenesemo v aparaturo v kvarcno epruveto. Teža vzorca naj bo za jeklo 10—20 g. Stehtamo ga po končani analizi!



Slika 2

Aparatura za določanje vodika (slika 2) je se-
stavljena iz treh glavnih elementov:

I. peč, kjer se vzorec segreje na 650° C,

II. visoko vakuumska črpalka, ki ustvari do
1 · 10⁻⁶ tora,

III. kvarcna epruveta in stekleni del aparature, kjer merimo volumen ekstrahiranega plina, ki ga 89—98 % sestavlja vodik (Skica 3 in 4)

I.

Električna peč je podobna znani marsovi pe-
čici, le gretja nima s silitnimi palicami. Opremlje-
na je s termoregulatorjem in upornikom. Pečico
prižgemo dobrih 30 minut pred začetkom analize,
da se segreje na 650° C.

II.

Visoko vakuumski sistem sestavljajo:

- rotacijska črpalka
- oljna difuzijska črpalka
- lovilce par z vodnim hlajenjem
- programski ventil
- magnetni ventil za predčrpalko
- vakuumska gumi cev za priključek rotacijske črpalke na programski ventil
- Penning vakuummeter z merilnima glavama Pirani in Penning in kazalko predvakuuma oziroma vakuuma
- nosilni kovinski okvir
- stikalna plošča, priključek 380/220 V

Vakuum na stekleni aparaturi pri obrusih kon-
troliramo s preizkuševalcem vakuuma tipa Tesla TP-3, merimo pa ga z vakuummeterom na črpalki. Ventile in obruse moramo držati absolutno tesne, kar dosežemo s tem, da jih predhodno operemo z etilalkoholom in namažemo z vakuumskotesno silikonsko mastjo. V stekleni del aparature levo od tropskega ventila namestimo posebno stekleno ladjico, napolnjeno z vedno svežim fosforpentoksidom in kosom vate. Fosforpentoksid posrka ev. izločeno vodo, vata pa zadrži ev. delce kovine, ki bi mogli poškodovati vakuumskotesni obrus tropskega ventila.

III.

Evakuirani aparaturi obrnemo tropski ventil tako, da je desni del aparature zaprt, natakne-
mo na kvarcno epruveto obroč iz azbesta in potisne-
mo epruveto v peč segreto na 650° C. Pri tej tem-
peraturi ostane vzorec v peči cca 30 minut, oziro-
ma toliko časa, da iz vzorca vodik ne izhaja več,
to je do tedaj, ko nivo v desnem kraku manometra
ne raste več. Nato vzamemo aparaturo iz peči,
snamemo s kvarcne epruvete azbestni obroč in jo
potisnemo v stekleno cev, kjer jo počasi ohladimo
z mrzlim zrakom na sobno temperaturo. Ko se po
nekaj minutah kvarcna epruveta ohladi, odčitamo
(skozi lupo) nivojsko razliko v desnem in levem
kraku manometra in iz vsote obeh razlik izraču-
nemo vsebnost vodika po formuli:

$$V_{H^2} = \frac{(V_A - V_p) dp \cdot f}{A}$$

$$V_p = \frac{A}{\sigma}$$

kjer pomeni:

V_H — volumen absorbiranega vodika v ml/100 g

V_A — volumen aparature v ml

V_p — volumen vzorca

A — zatehta vzorca

σ — specifična teža vzorca

dp — vsota razlike nivojev v manometru

f — faktor (za olje: 0,0097; za HG: 0,122)

V_A — volumen aparature izračunamo, oziroma izmerimo volumen posameznih delov aparature in te vrednosti seštejemo. Volumen epruvete iz kvarcnega stekla označujemo navadno z V_1 , volumen ostalega steklenega dela aparature pa z V_2 .

$V_A = V_1 + V_2$

$V_2 = V_3 + V_4 + V_5$, kjer pomeni:

V_3 — volumen dela steklene aparature levo od tropskega ventila

V_4 — volumen tropskega ventila

V_5 — volumen levega dela manometrične cevi od tropskega ventila do ničlišča.

DOLOČANJE VODIKA V FEROLEGURAH

Ker so ferolegure, ki jih dodajamo raztaljenemu jeklu ali litemu železu eden glavnih virov vodika v talini, moramo pri njihovi uporabi za legiranje vedeti za vsebnost vodika v njih. Vedeti moramo predvsem zato, da že v naprej skušamo eliminirati dostop vodika v talino, oziroma ga odvzeti feroleguri na primer z žarenjem pri cca 850°C. Pri tej temperaturi ferolegura izgubi vodo, ki je močan vir vodika.

Določanje vsebnosti vodika v ferolegurah poteka v glavnem po istem postopku, ki velja za jeklo. Razlika je le v tem, da ne jemljemo vzorec v raztaljeni obliki oziroma iz tekočega stanja, kot pri jeklu, temveč grude ferolegure zdrobimo do granulacije cca 10 mm in jih po postopku ekstrakcije plinov, katerih glavni sestavni del predstavlja vodik, določimo pri 650°C in pri $3 \cdot 10^{-4}$ tora, enako kot v jeklu.

Nekateri avtorji sicer navajajo dokazne poskuse, da pri 650°C iz ferolegure ne moremo določiti celotne vsebnosti absorbiranega vodika in da bi za popolno ekstrakcijo plina bila potrebna višja temperatura, vsaj 1050°C, če že ne celo talilni postopek. Drugi avtorji spet smatrajo, kar je razvidno iz polemik v strokovnih časopisih, da je temperatura 650°C za ekstrakcijo v vakuumu dovolj visoka, da dobimo iz ferolegur toliko vodika, da nam rezultati morejo služiti kot dovolj natančni in uporabni za primerljivost in orientacijo. Predvsem je važno to, da pri tej temperaturi 650°C ne ekstrahiramo še drugih plinov ter da je v zmesi vodik v taki večini, da ostale pline moremo zanemariti.

Postopek priprave vzorca za analizo ferolegure se le toliko razlikuje od že opisanega pri jeklu, da stehtane komade ferolegur, granulacije cca 10 mm ne peremo v alkoholu in etru in ne sušimo v dušikovi atmosferi, temveč jih takoj, ko smo jih pripravili prenesemo v kvarcno epruveto steklene aparature in postopamo dalje enako kot z jeklom. Zatehta za eno določitev naj bo pri ferolegurah nekoliko nižja kot pri jeklu, ker ferolegure navadno, posebno pa nežarjene, vsebujejo več vodika kot jeklo ali litina. V nobenem primeru naj zatehta ne preseže 15 g.

Ko pripravljamo vzorec za analizo iz večje grude ferolegure, moramo paziti na to, da ne jemljemo komadov s površine grude, temveč cca 2–3 mm pod površino. Vzorec ne sme biti porazen. Pri tem je potrebno vedeti, tudi, če ferolegura ni bila pri skladiščenju oziroma ležanju mokra, ker je že za zračno vlago higroskopna.

Poleg vodika vsebujejo ferolegure še ogljikov monoksid, metan in dušik. Ti plini pri 650°C, ko ekstrahiramo vodik, ne izhajajo, oziroma jih je v zmesi plina, ki ga merimo, tako malo, da jih smemo zanemariti, enako kot pri jeklu.

Vsebnost vodika izračunamo po istem obrazcu kot smo ga navedli pri jeklu.

DOLOČANJE VODIKA V SIVI LITINI

Nekateri avtorji ugotavljajo, da iz litine, zaradi nizke vsebnosti vodika (litina ga praviloma vsebuje mnogo manj kot legure ali jeklo) in ker je vodik v litini v večji meri vezan, ni možno ugotoviti celotne vsebnosti vodika. Literatura omenja, da so rezultati, ki so jih dobivali z ekstrakcijo vodika pri 650°C in v vakuumu 10^{-5} tora, mnogo nižji od onih, ki so jih dobili s talilno metodo, ki ugotavlja vsebnost vodika iz raztaljenega vzorca pri 1800–2000°C.

Ker v Železarni Štore nimamo možnosti uvesti talilno metodo, smo uporabili enako metodo za določanje vodika kot v jeklu in ferolegurah. Ulili in pripravili smo vzorec za analizo po postopku za jeklo. Hitro strjevanje vzorca in hitra ohladitev v tekočem kisiku povzroči zamrzovanje plinov v vzorcu in jim onemogoči izhod. Kokila iz bakra omogoči, da se vzorec litine hitro ohladi.

Izračun vsebnosti vodika v litini napravimo po obrazcu, ki smo ga uporabili za jeklo in ferolegure.

REZULTATI

Iz tabel 1, 2 in 3 so razvidni rezultati določanja vodika po metodi, ki jo opisujemo.

Tabela 1 nam predstavlja vrednosti, ki smo jih dobili pri določanju vodika v ferolegurah. Ferolegure imajo manj homogeno razdeljen vodik, kar potrjuje nihanje vrednosti posameznih paralelnih določitev.

Tabela 1

Zap. št.	Naziv mater.	Izvor	Kvalit. %	Stev. vag.	Prispelo datum	Odvzem vzorca datum	V_{H_2} ml/100 g	V_{H_2} x	V_{H_2} 2. J.*	Opomba	
1	FeSi	Jajce	76,87	kamion	26. 1. 67	6. 2. 67	6,87; 5,22	5,45	5,85	5,97	iz skladišča; nežarjen
2	FeMn	Sibenik	80,69	kamion	1. 4. 66	6. 2. 67	6,64; 8,68	7,72	7,68	6,85	iz skladišča; nežarjen
3	FeSi	Jajce	73,82 76,87	kamion	20. 1. 67	7. 2. 67	12,44; 12,69	14,49	13,21	—	v jeklarni, izpred peči; nežarjen
4	SiMn	Sibenik	69,58	kamion	20. 4. 66	7. 2. 67	3,67; 3,92	4,07	3,89	—	v jeklarni, izpred peči; nežarjen
5	FeMn	Sibenik	75,07	kamion	29. 4. 66	7. 2. 67	11,03; 11,59	11,09	11,20	—	v jeklarni, izpred peči; nežarjen
6	FeCr	SSSR	68,90	152214	13. 9. 65	9. 2. 67	5,29; 4,45	3,52	4,42	—	iz jeklarne; nežarjen
7	FeV	SSSR	51,0	komad.	dec. 66	9. 2. 67	19,32; 18,01	18,52	18,62	—	iz jeklarne; nežarjen

2. J.* — rezultat laboratorija Železarne Jesenice

Tabela 2

Zap. št.	Naziv mater.	Izvor	Kvalit.	Stev. šarže	Odvzem vzorca datum	vzorca ura	V_{H_2} ml/100 g	V_{H_2} x	Opomba	
1	Jeklo	Štore	CK 10	976	7. 2. 67	9.30	6,45; 6,68	6,95	6,69	iz peči, pred izpustom pred dodatkom ferolegure
2	Jeklo	Štore	CK 10	976	7. 2. 67	9.50	6,40; 6,20	6,20	6,30	po dodatku ferolegure iz ponovce v livni jami, pl. II
3	Jeklo	Štore	55Si7	982	9. 2. 67	8.50	5,51; 5,38	5,38	5,45	pred dodatkom ferolegure iz peči, pred izpustom
4	Jeklo	Štore	55Si7	982	9. 2. 67	9.25	6,76; 6,57	6,57	6,67	po dodatku ferolegure iz ponovce v livni jami, pl. II

Tabela 3

Zap. št.	Naziv mater.	Izvor	Kvalit.	Stev. šarže	Odvzem vzorca datum	vzorca ura	V_{H_2} ml/100 g	V_{H_2} x	Opomba	
1	Siva litina	Štore	trda	kupolka	10. 1. 67	10.30	1,07; 1,11	1,11	1,09	z žleba, pred dodatkom S
2	Valjčna litina	Štore	ploč.	plam. 19466 19467	13. 2. 67	8.55	3,23; 3,14	3,39	3,25	iz peči, pred izpustom

Pod zaporedno številko 1 in 2 v tabeli so še vrednosti za vsebnost vodika, ki so jih zaradi primerljivosti določili v laboratoriju Železarne Jesenice. Za analizo feromangana in ferosilicija smo odvzeli za vsakega po štiri grude, od katerih smo dve analizirali v laboratoriju doma, dve pa poslali v laboratorij Železarne Jesenice.

V jeklu (tabela 2) je vodik homogeno razporejen v vzorcu iz Cu-kokile, oziroma v talini, iz katere smo vzorec v paralelki (2 zajemalki iz peči) odvzeli.

Tabela 3 predstavlja vsebnost vodika v trdi litini iz kupolne peči z žleba pred ponovco, pred dodatkom žvepla, oziroma vsebnost vodika v pločevinskih valjih.

Ker po teoriji, ki jo opisujemo že uvodoma, smatramo, da z našo metodo določanja vsebnosti vodika iz trdnega vzorca pri 650°C ne moremo ekstrahirati v visokem vakuumu vsega vodika, mislimo, da so dobljene vrednosti verjetno nekaj nižje, kot bi jih sicer dobili z metodo določanja vodika iz raztaljenega vzorca pri 1800—2000°. Naslednje preiskave bodo šele pokazale, če nam metoda more služiti vsaj za ocenjevanje slabe in dobre kvalitete sive litine iz kupolke in plamenice, kar zadeva vpliv vsebnosti vodika na kvaliteto litine, če že z njo ne bomo mogli dobiti relativno točnih vrednosti za vsebnost vodika.

Literatura

1. A. Frommhagen: »Wasserstoff im Gusseisen«, Giesserei-Praxis, Nr. 17, 1964, sept. S. 319/329.
2. J. Calmettes, Ch. Dubois, P. Bastieu: »Etude du dosage de l'hydrogène dans l'acier«, Memoires Scientifiques Rev. Metallurgie, No 7, 1959, S. 641/656.
3. Borut Marinček, H. Feichtinger: »Gase im Gusseisen«, Giesserei, Heft 18, Aug. 1959, S. 489/497.
4. Zitter H., H. Krainer: »Probenahme und Bestimmung von Wasserstoff im Stahl unter Betriebsbedingungen«,

- Arch. Eisenhüttenwesen, H. 7, Juli 1958, S. 401/410.
5. Hans Rothmann, Werner Keil, Heinz Richter: »Über die Bestimmung des Wasserstoffs im Ferrolegierungen«, Erzmetall, H. 5, Bd. XVI, 1963, S. 239/242.
 6. M. Hauin, E. Jaudon: »Appareils de dosage des gaz dans les aciers«, Chimie Analytique — Vol. 45, No 12, Des. 1963, S. 623/633.
 7. Th. Kraus, O. Winkler: »Nouveau Procédé de Dosage Rapide des Gaz dans les Métaux«, Revue de Métallurgie — Jan. 1964, S. 87/91.
 8. Peter von der Forst: »Zum Einfluss des Wasserstoffs auf die Eigenschaften von Gusseisen«, Giesserei, H. 24, Nov. 1959, S. 931/937.
 9. A. Königer, M. Odcudahl: »Betrachtungen über Gasgehalte in gelöster und gebundener Form in Eisen-Kohlenstoff-Gusslegierungen«, Giesserei Techn. Wissensch. Beihefte, H. 28, April 1960, S. 1545/1556.
 10. V. Zedník, M. Sicha: »Einfluss von Gasen auf die Güte des Roheisens und Gusseisens«, Giesserei, H. 25, Dez. 1957, S. 745/746.
 11. Vsevolod Kuhn: »Dosage de l'hydrogene, de l'azote et de l'oxygène dans les Fontes et les aciers. Fonderie 221, Juillet 1964, S. 233/245.
 12. Slavko Tarman: »Problematika vodika v visoko siliciranih jeklih«. »Zelezar« tehnična priloga, št. 1, junij 1961, str. 54/63.
 13. M. Smialowski, Hydrogen in Steel.
 14. Metals Handbook.

ZUSAMMENFASSUNG

Viele physikalische Eigenschaften von Eisen und Stahl sind vom Gasgehalt abhängig. Das Metall löst und durchlässt den Wasserstoff in Abhängigkeit von verschiedenen äusseren Einwirkungen wie Temperatur und Druck, der chemischen Zusammensetzung, der Bearbeitung und der Herstellungsart. Im molekularen Zustand verursacht er

Sprödigkeit und Porosität des Metalls. Deswegen ist die Kenntnis des Wasserstoffgehaltes im Eisen und Stahl ein wichtiger Faktor. Die Methode der Extraktion im Vakuum ist eine der einfachsten Methoden und für die Erzeuger von Stahl und Guss bzw. deren Kontrolllaboratorien eine gute Methode zur Verfolgung der Qualität der eigenen Erzeugnisse.

SUMMARY

Physical characteristics of iron and steel depend considerably on the amount of gases they contain. The amount of hydrogen dissolved in metals depends on various factors, such as temperature, pressure, chemical analysis and many other technological factors. Hydrogen

causes brittleness and porosity. Therefore, it is interesting and very essential to know the quantity of hydrogen in iron and steel. Vakuum extraction is one of the most simple methods in hydrogen determination and a very convenient one for quality control in steel plants and foundries.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Много физических свойств железа и стали зависят от содержания газов. Металл, в зависимости от внешних влияний т. е. темп. и давления, химического состава, обработки и технологии получения, растворяет и пропускает водород, который в атомарной форме вызывает водородную хрупкость и образование

трещин. Поэтому необходимо учитывать содержание водорода в чугунах и сталях. Метод определения водорода при помощи экстракции в вакууме представляет один из самых простых способов и может послужить в лабораторном испытании как хороший способ следить за качеством чугуна и стали.