



# ŽELEZARSKI ZBORNIK

## VSEBINA

- Gabrovšek Marin — Železarna Jesenice  
OB 40-LETNICI DELA METALURŠKEGA INSTITUTA V LJUBLJANI 3
- Rodič Jože — Metalurški inštitut Ljubljana  
JUBILEJ METALURŠKEGA INSTITUTA NA PRAGU NOVEGA RAZVOJNEGA OBDOBJA 5
- Smajic Nijaz — Metalurški inštitut Ljubljana  
VAKUUMSKO RAZDUDIŠENJE NERJAVNIH JEKEL 11
- Koroušč Blaženko, F. Tehovnik — Metalurški inštitut Ljubljana  
A. Rozman — Železarna Ravne  
MODELIRANJE IN PROCESNA KONTROLA VAD-POSTOPKA 17
- Todorovič Gojko — Metalurški inštitut Ljubljana  
J. Lamut — FNT Ljubljana  
M. Tolar, L. Šketa, V. Rakovec — Železarna Jesenice  
G. Manojlovič — Železarna Štore  
S. Kovačič, J. Apat — Železarna Ravne  
UPORABA LASTNIH ODPADNIH SUROVIN ZA VLOŽEK PRI IZDELAVI JEKLA 23
- Breskvar Bojan, M. Jakupovič — Metalurški inštitut Ljubljana  
M. Pristovšek, B. Čeh — TGA Kidričevo  
VKLUČKIV PROIZVODNI LINIJI BRAM KVALITETE AI 99.0 29
- Ule Boris, F. Vodopivec — Metalurški inštitut Ljubljana  
M. Pristavec — Inštitut Jožef Stefan  
F. Grešovnik — Železarna Ravne  
POPUSTNA KRHKOST UTOPNEGA JEKLA ZA DELO V VROČEM S 5 % KROMA 35
- Kmetič Dimitrij, B. Ule, F. Vodopivec, B. Arzenšek — Metalurški inštitut Ljubljana  
J. Gnamuš — Železarna Ravne  
VPLIV VROČE PREDELAVE NA DROBLJENJE KARBIDOV IN LOMNO ŽILAVOST 41
- Arzenšek Boris, A. Rodič, J. Žvokelj — Metalurški inštitut Ljubljana  
HLADNO PREOBLIKOVANJE KONTI LITEGA JEKLA 47
- Kveder Aleksander, D. Gnidovec — Metalurški inštitut Ljubljana  
HLADNA PREDELAVA ZLITINE NIMONIC 263 V TRAKOVE 53
- Torkar Matjaž, F. Vodopivec — Metalurški inštitut Ljubljana  
F. Kaučič, F. Haller — Železarna Štore  
VPLIV BAKRA IN KOSITRA NA LASTNOSTI SILICIJEVEGA VZMETNEGA JEKLA 61
- Žvokelj Janez — Metalurški inštitut Ljubljana  
POJAVI PRI MALOCIKLIČNEM UTRUJANJU NIZKO OGLJIČNEGA JEKLA V PODROČJU NARAVNEGA TEČENJA 69
- OSEBNE VESTI 75
- DOKTORSKA IN MAGISTRSKA DELA 78

## Stran

## CONTENTS

## Page

Gabrovšek Marin — Železarna Jesenice ON THE FORTIETH ANNIVERSARY OF THE METALLURGICAL INSTITUTE IN LJUBLJANA	3
Rodič Jože — Metalurški inštitut Ljubljana METALLURGICAL INSTITUTE'S JUBILEE ON TRESHOLD OF NEW DEVELOPMENT	5
Smajic Nijaz — Metalurški inštitut Ljubljana VACUUM REMOVAL OF NITROGEN FROM MOLTEN STAINLESS STEEL	11
Koroušč Blaženko, F. Tehovnik — Metalurški inštitut Ljubljana A. Rozman — Železarna Ravne MODELLING AND PROCESS CONTROL OF VAD TREATMENT	17
Todorovič Gojko — Metalurški inštitut Ljubljana J. Lamut — FNT Ljubljana M. Tolar, L. Šketa, V. Rakovec — Železarna Jesenice G. Manojlovič — Železarna Štore S. Kovačič, J. Apat — Železarna Ravne UTILIZATION OF WASTE MATERIALS IN STEELMAKING	23
Breskvar Bojan, M. Jakupovič — Metalurški inštitut Ljubljana M. Pristovšek, B. Čeh — TGA Kidričevo ON INCLUSIONS IN AI 99.0 GRADE SLAB INGOT PRODUCTION LINE	29
Ule Boris, F. Vodopivec — Metalurški inštitut Ljubljana M. Pristavec — Inštitut Jožef Stefan F. Grešovnik — Železarna Ravne TEMPER EMBRITTLEMENT OF 5 wt.-% CR HOT WORK DIE STEEL	35
Kmetič Dimitrij, B. Ule, F. Vodopivec, B. Arzenšek — Metalurški inštitut Ljubljana J. Gnamuš — Železarna Ravne INFLUENCE OF HOT WORKING ON CARBIDE CRUSHING AND FRACTURE TOUGHNESS	41
Arzenšek Boris, A. Rodič, J. Žvokelj — Metalurški inštitut Ljubljana COLD WORKING OF CONTINUOUSLY CAST STEEL	47
Kveder Aleksander, D. Gnidovec — Metalurški inštitut Ljubljana COLD WORKING OF NIMONIC 263 ALLOY INTO STRIPS	53
Torkar Matjaž, F. Vodopivec — Metalurški inštitut Ljubljana F. Kaučič, F. Haller — Železarna Štore ON INFLUENCE OF COPPER AND TIN ON PROPERTIES OF SILICON SPRING STEEL	61
Žvokelj Janez — Metalurški inštitut Ljubljana LOW CYCLE FATIGUE PHENOMENA IN LOW CARBON STEEL IN THE REGION OF YIELDING ELONGATION	69
PERSONAL NEWS	75
PH. D. AND M. SC. THESES	78

LETO 24 ŠT. 1 — 1990

ŽEZB BQ 24 (1) 1—80 (1990)

## ŽELEZARSKI ZBORNIK

Izdajajo skupno Železarne Jesenice, Ravne, Štore in Metalurški inštitut Ljubljana

### UREDNIŠTVO

**Glavni in odgovorni urednik:** J. Arh

**Uredniški odbor:** A. Kveder, J. Rodič, A. Paulin, F. Grešovnik, F. Mlakar, K. Kuzman, J. Jamar

**Tehnični urednik:** J. Jamar

**Lektor:** R. Razinger

**Prevodi:** A. Paulin, N. Smajić (angleški jezik), J. Arh (nemški jezik), P. Berger (ruski jezik)

**NASLOV UREDNIŠTVA:** Železarski zbornik,  
SŽ-Železarna Jesenice, 64270 Jesenice, Yugoslavia

**TISK:** Gorenjski tisk, Kranj

### IZDAJATELJSKI SVET:

prof. dr. M. Gabrovšek (predsednik), Železarna Jesenice  
dr. B. Brudar, Iskra, Kranj  
prof. dr. V. Čižman, Univerza v Ljubljani  
prof. dr. D. Drobnjak, Univerza v Beogradu  
prof. dr. B. Koroušić, Metalurški inštitut Ljubljana  
prof. dr. L. Kosec, Univerza v Ljubljani  
prof. dr. J. Krajcar, Metalurški inštitut Sisak  
prof. dr. A. Križman, Univerza v Mariboru  
dr. K. Kuzman, Univerza v Ljubljani  
dr. A. Kveder, Metalurški inštitut v Ljubljani  
prof. dr. A. Paulin, Univerza v Ljubljani  
prof. dr. Z. Pašalić, Železarna Zenica  
prof. dr. C. Pelhan, Univerza v Ljubljani  
prof. dr. V. Prosenc, Univerza v Ljubljani  
prof. dr. B. Sicherl, Univerza v Ljubljani  
dr. N. Smajić, Metalurški inštitut v Ljubljani  
prof. dr. J. Sušnik, Zdravstveni dom Ravne  
dr. L. Vehovar, Metalurški inštitut Ljubljana  
prof. dr. F. Vodopivec, Metalurški inštitut Ljubljana

Published jointly by the Jesenice, Ravne and Štore Steelworks, and The Institute of Metallurgy Ljubljana

### EDITORIAL STAFF

**Editor:** J. Arh

**Associate Editors:** A. Kveder, J. Rodič, A. Paulin, F. Grešovnik, F. Mlakar, K. Kuzman, J. Jamar

**Production editor:** J. Jamar

**Lector:** R. Razinger

**Translations:** A. Paulin, N. Smajić (English), J. Arh (German), P. Berger (Russian)

**EDITORIAL ADDRESS:** Železarski zbornik,  
SŽ-Železarna Jesenice, 64270 Jesenice, Yugoslavia

**PRINT:** TK Gorenjski tisk, Kranj

### EDITORIAL ADVISORY BOARD:

prof. dr. M. Gabrovšek (Chairman), Iron and Steel Works, Jesenice  
Dr. B. Brudar, Iskra, Kranj  
Prof. Dr. V. Čižman, University of Ljubljana  
Prof. Dr. D. Drobnjak, University of Belgrade  
Prof. Dr. B. Koroušić, Institute of Metallurgy, Ljubljana  
Prof. Dr. L. Kosec, University of Ljubljana  
Prof. Dr. J. Krajcar, Institute of Metallurgy, Sisak  
Prof. Dr. A. Križman, University of Maribor  
Dr. K. Kuzman, University of Ljubljana  
Dr. A. Kveder, Institute of Metallurgy, Ljubljana  
Prof. Dr. A. Paulin, University of Ljubljana  
Prof. Dr. Z. Pašalić, Iron and Steel Works, Zenica  
Prof. Dr. C. Pelhan, University of Ljubljana  
Prof. Dr. V. Prosenc, University of Ljubljana  
Prof. Dr. B. Sicherl, University of Ljubljana  
Dr. N. Smajić, Institute of Metallurgy, Ljubljana  
Prof. Dr. J. Sušnik, Health Centre, Ravne  
Dr. L. Vehovar, Institute of Metallurgy, Ljubljana  
Prof. Dr. F. Vodopivec, Institute of Metallurgy, Ljubljana

# ŽELEZARSKI ZBORNIK

IZDAJajo ŽELEZARNE JESENICE, RAVNE, ŠTORE IN METALURŠKI INŠITUT

LET 24

LJUBLJANA

MAREC 1990

## VSEBINA

M. Gabrovšek  
Ob 40-letnici dela Metalurškega Inštituta v Ljubljani

J. Rodič  
Jubilej Metalurškega Inštituta na pragu novega razvojnega obdobja

N. Smajč  
Vakuumsko razduščenje nerjavnih jekel  
UDK: 669.046.517-982: 669.15-194.57: 669.786  
ASM/SLA: D9s, EGp, SSd, D8m

B. Koroušič, A. Rozman, F. Tehovnik  
Modeliranje in procesna kontrola VAD postopka  
UDK: 669.046.517-982: 669.187.26  
ASM/SLA: D8m, U4k, D9s

G. Todorović, J. Lamut, M. Tolar, L. Šketa, V. Rakovec, G. Manojlović, S. Kovačić, J. Apat  
Uporaba lastnih odpadnih surovin za vložek pri izdelavi jekla  
UDK: 669.187.002.68  
ASM/SLA: A11c, B23, D5a

B. Breskvar M. Pristovšek, M. Jakupovič, B. Čeh  
Vključki v proizvodni liniji bram kvalitete Al 99.0  
UDK: 669.71-412: 620.192.45  
ASM/SLA: A1a, 5-59, 9-69

B. Ule, F. Vodopivec, M. Pristavec, F. Grešovnik  
Popustna krhkost utopnega jekla za delo v vročem s 5 % kroma  
UDK: 620.192.49: 621.785.72: 669.14.018.258  
ASM/SLA: Q26s, N8a, TSk

D. Kmetič, B. Ule, J. Gnamuš, F. Vodopivec, B. Arzenšek  
Vpliv vroče predelave na drobljenje karbidov in lomno žilavost  
UDK: 621.7.016.2: 669.15-196.58  
ASM/SLA: Q6, 3-70, N8r, TSn

B. Arzenšek, A. Rodič, J. Žvokelj  
Hladno preoblikovanje kontinuitetega jekla  
UDK: 621.74.047-047-426: 621.778.011: 669.15-194.56  
ASM/SLA: Q23q, 1-67, STb, D9q, 4-61

A. Kveder, D. Gnidovec  
Hladna predelava zlitine NIMONIC 263 v trakove  
UDK: 621.771.061: 669.245  
ASM/SLA: F23, 4-53, Nib, SGAh

M. Torkar, F. Vodopivec, F. Kaučič, F. Haller  
Vpliv bakra in kositra na lastnosti silicijevega vzmetnega jekla  
UDK: 621.7.011: 669.14.018.27  
ASM/SLA: Q23q, SGAb, 2-60, Cu, Sn

J. Žvokelj  
Pojavi pri malocikličnem utrujanju nizkoogljičnega jekla v področju naravnega tečenja  
UDK: 620.178.3: 669.15-194.2  
ASM/SLA: Q7, CNg

Osebne vesti  
Doktorska in magistrska dela

Stran	CONTENTS	Page
3	<i>M. Gabrovšek</i> <i>On the Fourtieth Anniversary of the Metallurgical Institute in Ljubljana</i>	3
5	<i>J. Rodič</i> <i>Metallurgical Institute's Jubilee on Threshold of new Development</i>	5
11	<i>N. Smajč</i> <i>Vacuum Removal of Nitrogen from Molten Stainless Steel</i> UDK: 669.046.517-982: 669.15-194.57: 669.786 ASM/SLA: D9s, EGp, SSd, D8m	11
17	<i>B. Koroušič, A. Rozman, F. Tehovnik</i> <i>Modelling and Process Control of VAD Treatment</i> UDK: 669.046.517-982: 669.187.26 ASM/SLA: D8m, U4k, D9s	17
23	<i>G. Todorović, J. Lamut, M. Tolar, L. Šketa, V. Rakovec, G. Manojlović, S. Kovačić, J. Apat</i> <i>Utilization of Waste Materials in Steelmaking</i> UDK: 669.187.002.68 ASM/SLA: A11c, B23, D5a	23
29	<i>B. Breskvar M. Pristovšek, M. Jakupovič, B. Čeh</i> <i>On Inclusions in Al 99.0 Grade Slab Ingot Production Line</i> UDK: 669.71-412: 620.192.45 ASM/SLA: A1a, 5-59, 9-69	29
35	<i>B. Ule, F. Vodopivec, M. Pristavec, F. Grešovnik</i> <i>Temper Embrittlement of 5 wt.-% Cr Hot Work Die Steel</i> UDK: 620.192.49: 621.785.72: 669.14.018.258 ASM/SLA: Q26s, N8a, TSk	35
41	<i>D. Kmetič, B. Ule, J. Gnamuš, F. Vodopivec, B. Arzenšek</i> <i>Influence of Hot Working on Carbide Crushing and Fracture Toughness</i> UDK: 621.7.016.2: 669.15-196.58 ASM/SLA: Q6, 3-70, N8r, TSn	41
47	<i>B. Arzenšek, A. Rodič, J. Žvokelj</i> <i>Cold Working of Continuously Cast Steel</i> UDK: 621.74-047-426: 621.778.011: 669.15-194.56 ASM/SLA: Q23q, 1-67, STb, D9q, 4-61	47
53	<i>A. Kveder, D. Gnidovec</i> <i>Cold Working of NIMONIC 263 Alloy into Strips</i> UDK: 621.771.061: 669.245 ASM/SLA: F23, 4-53, Nib, SGAh	53
61	<i>M. Torkar, F. Vodopivec, F. Kaučič, F. Haller</i> <i>On Influence of Copper and Tin on Properties of Silicon Spring Steel</i> UDK: 621.7.011: 669.14.018.27 ASM/SLA: Q23q, SGAb, 2-60, Cu, Sn	61
69	<i>J. Žvokelj</i> <i>Low Cycle Fatigue Phenomena in Low Carbon Steel in the Region of Yielding Elongation</i> UDK: 620.178.3: 669.15-194.2 ASM/SLA: Q7, CNg	69
75	<b>PERSONAL NEWS</b>	75
78	<b>PH. D. AND SC. THESES</b>	78



99301048



# ŽELEZARSKI ZBORNIK

IZDAJajo ŽELEZARNE JESENICE, RAVNE, ŠTORE IN METALURŠKI INŠTITUT

LET 24

LJUBLJANA

MAREC 1990



## Beseda glavnega urednika

*Čas, ko so znameniti metalurgi: Angleža Bessemer in Thomas ter Francoz Martin, v drugi polovici prejšnjega stoletja začeli pridobivati jeklo v tekočem stanju in vsled tega in naenkrat v velikih količinah, označujemo kot začetek industrijske revolucije. Vseh naslednjih sto let je bilo značilnih po hitri rasti proizvodnje jekla, saj ga je svetovni trg potreboval vedno več in več.*

*V sedemdesetih letih tega stoletja pa se je trg zasitol. Evropa in druge dežele zahoda so morale drastično zmanjšati proizvodnjo in proizvodne zmogljivosti.*

*Kriza, v kateri se je znašlo jeklarstvo, pa je spodbudila razvoj k novim dosežkom. Spet govorimo o revoluciji v proizvodnji jekla, ki pa se kaže predvsem v silovitem tehnološkem napredku proizvodnje, bodisi konvertorskega ali elektro jekla ter v velikem povečanju gospodarnosti in produktivnosti, ki se giblje celo do 1000 t toplo valjanega jekla na delavca letno.*

*Geslo »clean steel« že vsaj celo desetletje daje pečat moderni »high tech« tehnologiji proizvodnje jekla v najbolj razvitih deželah zahodne Evrope.*

*Z veseljem lahko ugotavljamo in priznana, ki jih dobivamo samo potrjujejo, da tudi v slovenskih železarnah izdelujemo »čista jekla« visoke kakovosti s povsem sodobno tehnologijo ter izkušenim in sposobnim strokovnim kadrom.*

*Zasluge za napredek slovenske metalurgije gredo tudi Metalurškemu inštitutu v Ljubljani. Prav je, da ob štiridesetletnem jubileju Metalurškega inštituta opozorimo na zasluge, ki jih ima kot osrednja raziskovalna ustanova Slovenskih Železarn za njihov razvoj. Predvsem je to zasluga ljudi, ki so ga vodili, ter sodelavcev, ki so z njim rasli in danes predstavljajo steber znanja, na katerih sloni ugled, ki ga uživa. Da je temu res tako pričajo tudi dela objavljena v tej jubilejni številki.*

*Josip Duh*



## **Ob 40-letnici dela Metalurškega inštituta v Ljubljani**

### **On the Fourtieth Anniversary of the Metallurgical Institute in Ljubljana**



Neposredno po vojni je bila naloga slovenske in jugoslovanske metalurgije osvojiti tehnologije proizvodnje kvalitetnih jekel, barvnih kovin in zlitin ter ognjevarnih gradiv. Nastali so razvojni projekti in programi v skladu s predvideno industrializacijo države. Z letno proizvodnjo 230.000 ton jekla v vseh jugoslovenskih železarnah je bila naša država manj razvita, kljub temu da imamo ustrezne osnovne surovine. Industrijska prenova je vključevala tudi predelovalno industrijo, ki je za svoj razvoj iskala nove materiale.

Tako stanje in naloge pa so zahtevale veliko novega strokovnega metalurškega znanja in raziskovalnega dela.

Zato so se že leta 1947 pričele na inicijativo prof. dr. h. c. Cirila Rekarja priprave za izgradnjo metalurškega inštituta v Ljubljani. Prvega maja leta 1950 je bil v Ljubljani prižgan prvi eksperimentalni plavž, ki je obenem pomenil začetek dela Metalurškega inštituta v Ljubljani. S tem so bile dane prve osnove za temeljne raziskave predelave rud, proizvodnjo surovega železa in prenos rezultatov v metalurško industrijo.

Neposredno po ustanovitvi inštituta so bili izdelani raziskovalni programi na štirinajstih strokovnih področjih: od vrednotenja rudnega bogastva, preiskav goriv in energetike, do proizvodnje in predelave kovin. Inštitut je začel razvijati raziskovalno dejavnost tudi na področju preiskav materiala, fizikalne metalurgije in metalurške kemije, projektiranja in svetovalnega inženiringa.

Kljub relativno skromni opremi v začetku delovanja inštituta so posebej skrbeli za vzgojo strokovnih in pedagoških delavcev ter za vključevanje v izobraževalni proces Univerze v Ljubljani, posebej Montanistike. V letih 1950 do 1965 je bilo v okviru dejavnosti Metalurškega inštituta izdelanih kar 227 diplomskih nalog ali več kot 50 % vseh. To so bile naloge, katerih rezultati so se neposredno vgrajevali v proizvodne postopke izdelave in predelave železa, jekla in barvnih kovin, v vse tovrstne dejavnosti širom po naši državi.

Zaradi uspehov raziskovalnega dela in vzgoje strokovnjakov, pomembnih za vso državo, je bil Metalurški inštitut v Ljubljani leta 1958 izbran za osrednjo raziskovalno organizacijo Združenja jugoslovenskih železarn.

Diplomanti-inženirji metalurgije so bili nosilci razvoja metalurgije. Že v šestdesetih letih je bila ustvarjena taka kadrovska osnova, da so pričeli ustanavljati sorodne vzgojne in raziskovalne institucije širom po državi. Zato je Metalurški inštitut vse bolj postajal osnovna raziskovalna organizacija v okviru slovenske metalurgije in se skupaj s pedagoškim kadrom na metalurškem oddelku Montanistike vse bolj vključeval v razvojne zasnove slovenske črne in barvne metalurgije ter nekovin.

*Directly after World War II, to the Yugoslav (including the Slovene) metallurgy the development of quality materials and manufacturing processes in steel, nonferrous metals, alloy and refractory industry was assigned. Projects and programs on development were prepared in accordance with the planned industrialization of the country. The total yearly yield of all the Yugoslav iron-work amounted to 230.000 ton, making our country undeveloped, although there was an abundance of raw material. The processing industry, involved in the process of industrial renovation, was searching for new materials to support its progress.*

*The postwar situation in metallurgy was facing a great need for expert knowledge and research, which developed the idea to found a metallurgical institute.*

*On the initiative of Professor Ciril Rekar, the preparations for erection of the Metallurgical Institute were started in 1947. In May 1, 1950, in Ljubljana, the first experimental blast furnace was started, indicating the beginning of work of the Metallurgical Institute. Thus the foundations for the basic research in ore processing and pig-iron production were set. The research results were supplied directly to the metallurgical industry.*

*The Institute's foundation was followed directly by creation of research programs in fourteen different branches of metallurgy, such as: evaluation of domestic ore deposits, research on fuel and energetics, as well as manufacturing and processing of metal. The Institute began with the research in material, in physical metallurgy, and metallurgical chemistry, including projects and advisory engineering.*

*Special emphasis was laid on professional and teaching staff's postgraduate study of metallurgy at the University of Ljubljana. Although the outfit of the Institute was rather poor in the beginning, from 1950 through 1965, 227 graduation theses on the studies in which the Metallurgical Institute was engaged at the time were composed, which is more than 50 % of the total number of theses on metallurgy. The results of these works were delivered to metallurgical and metal processing industry to be used throughout the country.*

*Owing to its successful research and the staff's advanced education, the Metallurgical Institute became the leading research organization in the Association of Yugoslav ironwork.*

*The graduates with at least a B. A. degree in metallurgy became the bearers of the progress of metallurgy. The sixties provided quite a few professionals, sufficiently expert to establish institutes bearing resemblance to the existing ones in knowledge and research scopes. Accordingly, the Metallurgical Institute grew*

Podobno kot na področju črne metalurgije, so bile raziskovalne naloge Metalurškega inštituta usmerjene na področje problematike izkoriščanja manganovih in nikljevih rud, fluoritov in kremenčevih spojin. Pomembni so bili tudi raziskovalni rezultati na področju metalurgije bakra in njegovih zlitin, cinka, aluminija in redkih kovin.

Karakteristično za dejavnost Metalurškega inštituta v Ljubljani je tesno sodelovanje z metalurškim oddelkom Montanistike. Teamska delo in povezovanje pedagoškega kadra Univerze z raziskovalci inštituta je omogočalo široke programe različnih metalurških smeri, pri čemer so bili doseženi rezultati vgrajeni v slovensko in jugoslovansko metalurgijo in tudi predstavljeni širši svetovni javnosti na mednarodnih posvetovanjih in v tujem strokovnem tisku.

Tako je Metalurški inštitut v Ljubljani poznan v svetu po temeljnih raziskavah o vplivu oligoelementov v jeklu in zlitinah, nadaljnjem razvoju tehnologije pretaljevanja jekla pod žlindro ter po raziskavah fizičkih procesov in identifikaciji nekovinskih in strukturnih komponent jekla.

Metalurški inštitut v Ljubljani je prvi v državi pričel proizvajati specjalne zlitine za razvoj posameznih segmentov elektronike. Še danes je Metalurški inštitut edini proizvajalec in dobavitelj nekaterih zlitin naši elektronski industriji.

Zato je prav, da ob štiridesetletnici dela in življenja Metalurškega inštituta v Ljubljani zapišem, da je raziskovalna dejavnost Metalurškega inštituta prispevala tudi k dolgoročnim razvojnim odločitvam v metalurgiji, predvsem na področju tehnoloških rešitev.

Raziskovalno dejavnost Metalurškega inštituta je usmerjal od leta 1970 dalje tudi Odbor za znanstveno raziskovalno delo pri Slovenskih železarnah, za področje barvnih kovin ter nekovin pa podobna institucija pri Splošnem združenju za metalurgijo in livarstvo Slovenije. Taka organizacija raziskovalne dejavnosti je močno prispevala k koordinaciji raziskovalnih potencialov inštituta ter pedagoškega kadra univerze in vplivala na koordinacijo financiranja raziskovalnega dela tudi z Raziskovalno skupnostjo Slovenije.

Z ustanovitvijo Metalurškega inštituta v letu 1950 smo izgradili temelje razvojne in raziskovalne dejavnosti na področju metalurgije. Do danes je bila s pomočjo raziskovalnega dela na mnogih področjih izvršena tehnološka prenova naše metalurgije.

Danes sledimo razpravam o združitvi Evrope na področju industrijske dejavnosti in si postavljamo vprašanje, ali smo s svojim znanjem sposobni za vstop v leto 1992. Menim, da je slovenska metalurgija sledila tehnološkemu razvoju posameznih industrijskih panog v svetu. S svojim znanjem smo se sposobni soočiti tudi z razvitim svetom. Prehod ni vprašljiv, če bodo tudi pri nas delovali tisti elementi gospodarjenja, ki jih ima na razpolago podobna industrija v razvitem svetu.

Osnova za tako mnenje je tudi strokovno znanje in rezultati raziskovalnega dela Metalurškega inštituta v preteklem obdobju. Zaupanje v prihodnost gradim tudi na pedagoškem kadru Montanistike in Univerze v Ljubljani, kot tudi na strokovnem kadru v raziskovalnih oddelkih v posameznih delovnih organizacijah. Ob takem strokovnem potencialu in znanju lahko z zaupanjem zremo v prihodnost metalurgije v Sloveniji.

#### SREČNO

Prof. dr. Marin GABROVŠEK, dipl. ing. met.  
Predsednik Odbora za znanstveno raziskovalno delo  
SOZD Slovenske železarne

*into the basic research organization within the Slovene metallurgy, getting more and more engaged in research on the Slovene iron and non-ferrous metallurgy including non-metals.*

*Like in ferrous metallurgy, MIL engaged in research on the utilization of manganese and nickel ore, fluorite and quartz sands. The results of research in copper metallurgy, and copper alloys, zinc, aluminium and rare metals, are of no lesser importance. The creation of programs of various fields of metallurgy, the results of which have been applied to the Slovene and Yugoslav metallurgy, and presented to the attendance of numerous conferences at home and abroad, as well as published in several professional magazines, was based on team work of the Institute's researchers and teachers at the University.*

*MIL's basic research on residual elements and their influence on the properties of steels and alloys, further development of the technology of electro-slag-remelting, as well as the examination of physical processes and the identification of non-metal and structural components of steel earned worldwide recognition.*

*The Metallurgical Institute of Ljubljana was the first in Yugoslavia to produce special alloys used in development of particular electronic segments. Even today, MIL is the sole manufacturer and supplier of certain alloys used in the industry of electronics.*

*On the occasion of the fourteenth anniversary of MIL's existence and work, I think it right to mention that its research influenced the decision on long-range development in metallurgy, especially in its technology.*

*Whereas the Committee of Science and Research at Slovenske železarne has taken part in the management of the Metallurgical Institute's research work since 1970, a similar institution at the Slovene General Association of Metallurgy and Foundries has participated in managing the department of non-ferrous metallurgy and non-metals. The efficiency of such research organization supported the cooperation between the researchers and the University teaching staff, and in doing so, it influenced the Research Association of Slovenia to contribute to research work financially.*

*Upon establishing in 1950 the Metallurgical Institute set fundamental scopes of development and research in metallurgy. Since then, the research has stimulated the modernization in technology in several branches of metallurgy.*

*Today, on Europe's discussions on uniting their industries, the question is raised whether our knowledge is sufficiently competitive to enter 1992. I am certain, that the Slovene metallurgy has kept pace with technological progress, in a variety of branches. Our professional knowledge is certainly capable of meeting the challenges of the developed world. Providing that the introduction of the parameters, at present successfully used by the economics of the developed world, to our country, proves to have the same effect on our economics, our participation in EEC should not be inaccessible.*

*This opinion is based on MIL's professional knowledge and research results, as well as on the knowledge of the teaching staff of the Metallurgical department at the University of Ljubljana, and some research departments in some working organizations. From this standpoint, the future seems to be trustworthy.*

GOOD LUCK!

Professor Marin Gabrovšek, M. S. Met. E.  
Chairman of Committee for Science and Research  
at Slovenske železarne

## **Jubilej Metalurškega inštituta na pragu novega razvojnega obdobja**

### **Metallurgical Institute's Jubilee on Threshold of New Development**



Čas, ki ga preživljamo ob pomembnem štiridesetletnjem jubileju, zahteva od nas jasno, racionalno in odločno usmeritev nadaljnega dela in razvoja, ne dopušča pa oddiha, v katerega bi nas zaneslo preveliko zadovoljstvo nad uspehi in morda pretiran ponos ob pogledu v preteklost.

Doseženi uspehi, zbrane izkušnje in nakopičeno znanje iz preteklega obdobja so dragocena osnova in velika obveznost za prihodnost, nikakor pa še ne predstavljajo zagotovila za nadaljno uspešnost. Le neprestano iskanje novega, boljšega in drugačnega z učinkovitim razvojem in uveljavljanjem novega znanja omogoča napredok in uspešnost.

V preteklem obdobju je to Metalurškemu inštitutu dobro uspevalo, tako da so se na njegovi razvojni poti izoblikovala zelo značilna obdobja, ki so prava slika razvoja te panoge doma in v svetu.

#### **USTANOVITEV IN RAZVOJ METALURŠKEGA INŠTITUTA V LJUBLJANI (MIL)**

Štiridesetletnica dela MIL se navezuje na petdesetletni jubilej Odseka za metalurgijo na Univerzi v Ljubljani, ki smo ga proslavili marca 1989 v Cankarjevem domu in na slavnostnem posvetovanju pregledali razvojno pot slovenske metalurgije.

Če upoštevamo, da so v povojnem obdobju kadrovskie zmogljivosti slovenske metalurgije komaj zadoščale za osnovno organiziranje in vodenje proizvodnje, je ustanovitev Metalurškega inštituta **maja 1950** kar zelo spoštljiv datum. Za to gre vse priznanje profesorju **Cirilu Rekarju**, pobudniku in prvemu direktorju Metalurškega inštituta. Vsi slovenski metallurgi pa priznavamo za nestorja slovenske metalurgije. Široko po Evropi je kot mednarodno priznani strokovnjak uveljavil ugled slovenskih metallurgov, ki nam še danes odpira marsikatera vrata v strokovne kroge. Kar 16 let je vodil inštitut ob istočasnem bremenu univerzitetnega profesorja.

Še iz tistih let izvira današnje strokovno in prijateljsko sodelovanje z najvidnejšimi evropskimi inštituti, kot so Max Planck v Düsseldorfu, IWU v Clausthalu, IRSID v Parizu, CSM v Genovi in Rimu, takratna BISRA v Londonu ter drugi. Prof. C. Rekar je že pred tremi desetletji visoko cenil in spodbujal izpopolnjevanje mladih raziskovalcev v navedenih tujih vodilnih raziskovalnih centrih. Mnogi današnji vodilni metallurgi izhajajo iz tako šolanih raziskovalcev.

V času svojega nastajanja in uveljavljanja se je Metalurški inštitut racionalno zgledoval po uveljavljenih inštitucijah v svetu. S kritičnim presojanjem realnih možnosti je zelo razsodno oblikoval svojo razvojno pot. Iz univerzitetnega inštituta je v letu 1958 prerasel v osrednji Inšti-

*The times we are living in at the moment of our fourtieth jubilee require a clear, rational, and resolute setting of objectives to obtain further development of achievements and expansion of operations, not allowing the relaxation we could be lured into by too great a contentment over our success or even pride in the past.*

*The success we have had, the experiences and knowledge we have obtained throughout the past years, provide a solid and valuable basis for the future, but it cannot guarantee future success. Only a continuous pursuit, and encouragement of new, better and different ways combined with efficient development and progressive acquisition of knowledge can stimulate further success and progress.*

*Success has marked the development of MIL in the past, and its accomplishments mirror a whole period of development of this branch of science at home and abroad.*

#### **FOUNDATION AND DEVELOPMENT OF METALLURGICAL INSTITUTE IN LJUBLJANA (MIL)**

*The Fourtieth Anniversary of MIL's work is directly connected to the Fiftieth Jubilee of the Metallurgical Department at the University of Ljubljana celebrated in March 1989, revising the development of Slovene Metallurgy from its beginnings to present achievements.*

*Considering the post-war scarcity of metallurgical staff in Slovenia, barely enough to organize and manage basic production, May 1950 as the foundation date of the Metallurgical Institute is a respectable achievement. The founder and first manager of the Metallurgical Institute was Professor Ciril Rekar, gratefully acknowledged by Slovene metallurgists as initiator of Slovene metallurgy. All over Europe he has been recognized as an international metallurgical expert whose reputation still opens many a door for us. He was head of the Metallurgical Institute for 16 years, simultaneously teaching at the University.*

*Our professional and friendly cooperation with well known European Institutes such as Max Planck of Düsseldorf, IWU of Clausthal, IRSID of Paris, CSM of Genoa, and Rome, the then BISRA of London, and others are based on those years. Professor Rekar, even as long as three decades ago well aware of the importance of the exchange of knowledge encouraged young researchers to improve their knowledge at these leading foreign research centers. Several of today's leading metallurgists followed his instructions.*

*During the period of development and growth MIL took the best examples from the most advanced institutions in the world. The Institute's development was*

tut jugoslovanskih železarn in kasneje v osrednji raziskovalni Inštitut slovenske metalurgije. Vseskozi pa je ostal tesno povezan z metalurškim odsekom Univerze v Ljubljani, ne samo pri raziskovalnem delu, ampak, tudi pri vzgoji strokovnjakov. S tem se je Inštitut vse bolj povezoval z metalurško industrijo, kar je bilo še izrazitejše v obdobju od leta 1966 do 1986, ko je vodil inštitut direktor Alojz Prešern.

Metalurški inštitut je že zelo zgodaj in vztrajno naka-zoval razvojno pot slovenske metalurgije in uveljavljal pomen raziskovalnega dela.

Šele v šestdesetih letih je bila dosežena taka kadrov-ska osnova, da so se lahko ustanavljali Raziskovalni oddelki v metalurški industriji, ki so se povezovali z Uni-verzo in Metalurškim inštitutom. Delo je usmerjala in nadzirala najprej posebna komisija, od leta 1970 pa Odbor za znanstveno raziskovalno delo, ki ga je do današnjih dni vodil prof. dr. Marin Gabrovšek. V zadnjem desetletju pa tudi Odbor za raziskave pri Splošnem združenju metalurgije ter livenj. To sodelovanje se je močno okreplilo in dobilo nov zagon z združitvijo sloven-skih železarn in predelovalcev v sestavljeni organizaciji, v katero se je 27. 11. 1973 vključil tudi MIL. Ob združitvi je MIL ohranil svoj status osrednje raziskovalne inštitucije slovenske metalurgije. Status, s kakršnim je bil ustanovljen, je ohranil vse do danes.

Neposredno povezovanje je dajalo celotni raziskovalno-razvojni (RR) dejavnosti prave usmeritve, delitev dela pa je sama opredeljevala vsebinsko in izvajalce temeljnih, uporabnih in neposrednih raziskav za reševanje proizvodne, kakovostne in razvojne problematike.

Raziskovalci MIL imajo danes v razvojnih projektih in v raziskovalnih programih bolje opredeljene, specifične naloge ter jasnejšo vlogo, ki je povezana z njihovim spe-cificnim znanjem.

K načrtnejšemu razširjanju znanja je zlasti v zadnjem obdobju mnogo pripomogla usmeritev Raziskovalne skupnosti Slovenije (RSS), ki v Skupnem programu spodbuja ustvarjanje novega znanja v stroki, v Posebnem programu pa razvoj novih izdelkov in tehnologij. Uveljavlja se tudi akcija »Novi raziskovalci«, ki že daje spodbudne rezultate.

## NADALJNI RAZVOJ SLOVENSKE METALURGIJE IN RAZISKOVANEGA DELA

Trdno zasnovan in strokovno utemeljen razvoj slo-venske metalurgije, tako črne kot barvine in livenj, je v težkem kriznem obdobju zdržal pritiske agresivno ustvarjenega in pretežno nasprotujočega javnega mne-nja. Danes že predstavlja solidna izhodišča ter jasne perspektive nadaljnega razvoja naših najpomembnejših investicij v modernizacijo proizvodnih naprav.

V preteklem obdobju delovanja MIL se je v tehnolo-giji in raziskavah zgodilo toliko novega, da se tega ob vsakdanjem delu sploh ne zavedamo.

Pretekli dve desetletji sta bili obeleženi z intenzivnim razvojem tehnologij izdelave kovinskih gradiv. Ob velikih dosežkih pri zagotavljanju čistosti in enakomernosti kemične sestave v zelo ozkih mejah se je vse bolj uveljavljala intenzifikacija procesov, obenem z zmanjševanjem porabe energije.

Začela se je intenzivna industrijska aplikacija novih postopkov na področju litja, predelave in topotne obde-lave, kar odpira nove možnosti v proizvodnji močno legi-ranih jekel, litin, zlitin in superzlitin.

Strategija razvoja je bivše cilje »več in bolje« pre-usmerila v »novo in drugače«!

Pod tem gesлом se v zadnjem času uveljavljajo prav revolucionarne novosti, s prese netljivimi tehnološkimi

*based on critical judgment and realistic possibilities. In 1958, MIL became the central Institute of the Yugoslav ironworks, and later the central Institute of Slovene metallurgy. Throughout this period its work was closely linked with that of the Metallurgical Department at the University in Ljubljana. So, the cooperation between the Institute and the metallurgical industry grew closer from day to day which was shown during the last twenty years (1966–1986) when the Institute's manager was Alojz Prešern, most clearly.*

*Thus MIL was early able to set objectives for Slovene metallurgy, and assiduously advance its research.*

*It was in the sixties that the formation of research departments in industry could be planned, and connected with the University's work and the Metallurgical Institute. The foundation of these departments was supervised by a special board, and since 1970 by the Committee of Scientific Research whose Chairman was Professor Marin Gabrovšek. During the last ten years he supervisor was the Committee for Research at the General Association of Metallurgy and foundries, too. When Slovene Ironworks and remanufacturers associated and founded a Combined Organization the cooperation became closer and livelier. MIL incorporated on November 27, 1973.*

*Upon association MIL kept its status of the central research institution of Slovene ferrous metallurgy, which has been preserved up to now.*

*This direct association oriented the whole development and research towards real and valuable objectives; problems arising from production, its quality and development were solved by means of direct research, which was based and practically specified by division of labour.*

*Today, MIL's researchers engage in precisely specified development projects and research programs, depending on their specific knowledge. During the last few years the Research Association of Slovenia (RSS) encouraged the science to plan the obtainment and expansion of knowledge; as its general plan is to include know how in science, and its special program to support the development of new products. The program "Young Researchers" was introduced by the same Association, and its results proved to be encouraging.*

## FURTHER DEVELOPMENT OF SLOVENE METALLURGY AND RESEARCH

*The development of Slovene metallurgy based on solid and professionally firm grounds came through a difficult period of crisis, caused by the aggressive and generally contradictory public opinion, intact. Today, we have already set solid starting points and clear directions for future development based on the accumulation and deposition of our most important investments in the modernization of our production outfit necessary for the basic part of our manufacture program.*

*The period of the last two or three decades has brought so many novelties into the technology that some thinking is necessary to grasp them all.*

*During the past two decades, the steel industry has shown an intensified development in technology such as: cleanliness assurance, and narrower scattering of chemical composition, and energy saving while process intensifying.*

*Introduced was the development of industrial application of new processes in casting, hot working, and heat treatment of steels was intensified, indicating new possibilities in production of high alloyed steels and superalloys.*

inovacijami. Takšno je na primer **litje polizdelkov, čim bliže končnim oblikam in dimenzijam, ter skrajševanje tehnoloških postopkov predelave**, ki je danes v ospredju intenzivnih raziskovalno-razvojnih prizadevanj.

Povsem razumljivo je, da tak razvoj zahteva »novo in drugače« tudi v raziskovalno razvojnem delu.

Nove možnosti prinaša uporaba računalništva, tako pri raziskovalnem delu kot pri vodenju procesov.

Pomen samo laboratorijskega preizkušanja in neposrednega prenosa laboratorijskih dosežkov v metalurško industrijsko praks je že v šestdesetih letih močno zbledel, v toku sedemdesetih let pa povsem izgubil svoj pomen v taki obliki, kakršna je bila značilna za prejšnje, dolgo trajajoče obdobje. Neposredno industrijsko raziskovanje je obsegalo sistematično zajemanje podatkov, tako za redno kontrolo kot za raziskave z visoko razvito metodologijo statističnih analiz in z računalniško podprtimi informacijskimi sistemi. Laboratorijske raziskave so dobivale vse bolj pomen pojasnjevanja dogajanj, iskanja in utemeljevanja zakonitosti. Vgrajevanje višjih fizikalno-kemičnih zakonitosti v računalniško podprtto krmiljenje tehnologije je postal osnova razvoja ekspertnih sistemov.

Strategije razvoja najnaprednejših danes ne bi mogli več označevati s klasičnim geslom »več in bolje«, ker se vse bolj usmerjajo v »**novo in drugače**«, in to večkrat pomeni tudi »**manj in več vredno**«.

Ustrezna **specializacija in sposobnost hitrega prilaganja** predstavlja odločilno pomembno poročilo uspešnega poslovanja.

V preteklih štiridesetih letih si je Metalurški inštitut Ljubljana nbral toliko izkušenj, da se prav dobro zavedamo, da je treba že za leto 1992, še bolj pa za vstop v 21. stoletje, način dela, pristope k nalogam in sploh miselnost raziskovalcev ter vseh sodelavcev temeljito spremeniti. Če hočemo biti še naprej uspešni, si moramo pridobiti ustrezni položaj in odnose v mednarodni mreži raziskovalno-razvojne dejavnosti.

Ne bomo namerno zavirali posameznih področij dejavnosti, ki smo jih doslej razvili, zavedamo pa se, da je širina našega udejstvovanja brez posebnih udarnih konic preširoka. Vzdrževali in gojili bomo široko osnovno znanja in obnavljali izkušnje, nove napore in vlaganja pa bomo usmerjali predvsem v najperspektivnejše smeri na osnovi mednarodno veljavnih meril.

Inštitut, ki ni vsaj kje v ospredju, ne more pričakovati uspešnega mednarodnega sodelovanja in učinkovite menjave.

## PILOTNE NAPRAVE

V sodobni visoko produktivni in močno avtomatizirani proizvodnji se izvajanje raziskav prinaša iz laboratorijskih na **pilotne naprave za raziskave in razvoj novih materialov in tehnologij**. Po osnovnih karakteristikah se približujejo pogoju industrijske proizvodnje. Take pilotne naprave so predrage, da bi jih izkorisčali samo za raziskave, zato morajo dajati tudi določen delež neposredne proizvodnje, s katerim je po možnosti treba pokrivati vsaj lastne stroške delovanja in vračanje investicijskih vlaganj. To je zelo pomembno tudi za večjo, nujno potrebno neodvisnost raziskovanja. Informacije in rezultati raziskav ter meritev na napravah pilotne proizvodnje so velikega pomena za hitrejši nadaljnji razvoj. Na ta način z izkorisčanjem pilotnih naprav ne motimo redne proizvodnje z eksperimentiranjem ali pa jo motimo mnogo manj. Poleg raziskovalnega pomena ima taka pilotna proizvodnja tudi velik pomen za **razvoj in osvajanje tržišča**, saj daje normalne proizvode v manjših količinah za neposredno uporabo. Ko količina proizvodov iz

*The course of development turned the past motto "more and better" to "new and different".*

*Lately, the new motto has introduced some revolutionary novelties, which were launched not only by the simple and inventive changes in the manufacture programs, but also by astonishing innovations in the technology itself. Research is engaged in casting of semi-finished products and in shortening the necessary technological process of hot working.*

*It has become quite clear that such development needs new and different approaches to research, and different methods of work.*

*During the sixties, the importance of laboratory experiments, and the direct transfer of their results to industry slowly faded and in the seventies, they were no longer important in the sense that was characteristic for the previous, long lasting period. The direct industrial research which collected data for regular checking and research systematically, by means of highly developed statistical analyses and computer supported information system, was so longer wanted. The laboratory research was used to explain special events, to search for rules and prove them. The rules acknowledged by chemistry and physics used in computer supported technology control introduced the expert systems.*

*The advanced development strategy could no longer be explained by the motto "more and better" as it is aimed at "new and different" which often means "few and of higher value".*

*Specialization and flexibility are the sole guarantors for success.*

*The experience gained in the course of forty years has given MIL directions how to work; the approach to tasks and the thinking generally done by the researchers and fellow workers have to become subject to modification, thus preparing the way to 1992 and especially the twenty-first century.*

*Being well aware that the scope of our work has become too widespread, we are going to give our full attention to some of the most important fields of work without intentionally curtailing the activities in individual fields that have been developed up to now. Thus, the wide range of our knowledge is going to be further cultivated, subjected to change, and new efforts put into the most promising fields of activities considering present international problems.*

*An institute cannot take pride in successful international cooperation and effective exchange unless it has a lead in at least one line.*

## PILOT PLANTS

*Modern, highly productive and fully automated industries transfer their research from laboratories to pilot plants where new materials and technologies are investigated or developed in almost identical conditions as in industry. The high expenses do not allow such plants to engage in research alone; they must bring profit — at least to cover the operating costs and investments. Not interrupting any industrial processes, such experiments provide realistic results which are necessary for further progress. Pilot plants manufacture a small amount of products for immediate use. Provided, such products prove to be useful, the industry takes over their manufacturing together with the experiences gathered.*

*Today, the research institutes all over the world including MIL, acknowledge the task of shortening technological proceedings as the most important one, the*

pilotnih naprav ne zadošča več potrebam, se z vsemi izkušnjami ta proizvodnja prenese v industrijske obrate.

Skrajševanje tehnoloških postopkov je danes najpomembnejša splošna tehnološka usmeritev RR programov tako v svetu kot na MIL. Razvojna razmišljana in intenzivna prizadevanja za racionalizacijo tehnoloških procesov so pvedla do usmeritev nadaljnjih tehnoloških raziskav, katerih cilj je »izdelava polizdelkov, ki so čim bliži dimenzijam in oblikam končnih proizvodov«.

To prinaša zelo pomembne prihranke v specifični porabi energije, dela, orodij in drugih proizvodnih sredstev, zmanjševanje tveganja neuspele proizvodnje in izmečka, predvsem pri težje predelavnih materialih, močno povečuje izkoristke materialov, skrašuje doba vne roke in lažje zagotavlja kratke roke »just in time« brez povečanih zalog, manjše celokupne proizvodne stroške — torej mnogostransko splošno racionalizacijo proizvodnje v drugačni obliki in vsebin, kot smo racionalizacije pojmovali doslej.

Zametki pilotne proizvodnje MIL so se pričeli z nabavo 25 kg-ske vakuumski indukcijske peči pred 25 leti. Skupno s kasneje nabavljenimi predelovalnimi agregati za hladno in toplo predelavo je omogočala mini proizvodnjo predvsem mehkomagnetnih materialov, obrabno in korozisko odpornih ter posebnih zlitin, ob istočasnom vzdrževanju kondicije ljudi in naprav, ki so važen element pri eksperimentiranju in raziskovanju. Ob zagotonu novih pilotnih naprav SŽ na MIL so predstavljale jedro: 25 kg vakuumska indukcijska talilna peč, 70 kg indukcijska talilna peč, naprave za vroče in hladno valjanje in vlečenje, vakuumska peč za toplotne obdelave, delno pa se bosta vključili tudi napravi za atomizacijo talin in hitro strjevanje tankih trakov.

V letu 1989 je bil na MIL montiran sklop pilotnih talilnih in livnih naprav Slovenskih železar. Ta najmodernejsa oprema omogoča razvoj novih assortimentov materialov do superzlitin.

Najpomembnejši segment pilotnih naprav MIL predstavlja linija za horizontalno neprekinjeno litje žic in palic. V prvi fazi razvoja trožilne naprave predvidevamo osvajanje litja žic, dimenzijs od Ø 3 mm do Ø 12,5 mm. Pomembnejša za industrijsko proizvodnjo pa bo preureditev na eno žilo večjih dimenzijs in različnih oblik, seveda v kombinaciji z ustrezno vročo ter hladno predelavo.

Naprava za klasično električno pretaljevanje pod žlindro, s katero ima MIL dolgoletno raziskovalno tradicijo in bogate razvojne izkušnje, je dograjena z napravo za najnovejši postopek ponovne metalurgije pod imenom elektro-žlindrino-ogrevanje (EŽO), ki je bil po patentu našega razvojnega kooperacijskega partnerja prvč uporabljen in praktično preizkušen na MIL. S tem je med drugim MIL pridobil možnost izdelave posamičnih super čistih ingotov ali ulitkov do največje teže 800 kg, kar je izredno pomembno za razvoj tehnologije, namenjene industrijski proizvodnji v železarni Ravne.

Dosedanje eksperimentalne naprave z dopolnilno opremo za metalurgijo prahov in tehnologijo hitrega strjevanja odpirajo novo zaokroženo, fleksibilno in visoko specializirano področje raziskovalno-razvojnega udejstvovanja, usmerjenega na razvoj novih materialov, seveda z novimi tehnologijami. S toplotno obdelavo v vakuumu imamo že kar solidne izkušnje in tudi spodbudne raziskovalne rezultate. Dopolnjuje jih nov razvoj na področju toplotne obdelave v lebdečem sloju.

Z izdatno pomočjo Raziskovalne skupnosti Slovenije in Slovenskih železar je MIL v zadnjem času tudi pomembno moderniziral svojo raziskovalno opremo. Pri izbiri opreme smo v zadnjem obdobju iz razumljivih stra-

*manufacturing of semi-finals that would bear resemblance to final products in design and dimensions to the highest extent possible is another of research objectives.*

*The technological research strives to achieve a longer durability of tools and equipment, to save energy and work, to reduce waste of materials (when working hard-to-treat materials), to shorten delivery time, and secure the "just in time delivery", to reduce the number of articles in store and production costs.*

*In short, in achieving such results, production would be rationalized in features and contents in a way quite different from the previously achieved ones.*

*The beginnings of MIL's pilot production were created 25 years ago when MIL acquired a 25-kg vacuum induction furnace, which together with the later purchased equipment for cold and hot working process started the mini production of softmagnetic materials, special steels and alloys, resistant to wear and corrosion, and super alloys; at the same time it kept the workers and outfit in good condition. Upon starting up the new pilot plants of SŽ at MIL, the 25 kg vacuum induction furnace, the 70 kg induction melt furnace, the hot and cold drawing machine, the vacuum furnace for heat treatment represented the most essential part of the plant. The atomisation and the rapid cooling technology with adequate equipment will carry out their share of work, too.*

*In 1989, MIL erected the pilot plant of Slovenske železarne, specialized in melting and casting. This modern outfit is going to support further development of new assortments of material, including super alloys.*

*The horizontal continuous casting line for wires and rods is the essential part of MIL's pilot plant. The three-strand wire caster is limited to the range 3–12,5 mm diameter in the first stage. However, further development with adaptation of the three strand caster to the single-strand caster for bars of larger sizes and different shapes, attached to the corresponding machines for cold and hot working and heat treatment is of utmost importance to industry.*

*To the equipment for conventional electro-slag-remelting which has been for many years researched and developed by MIL, the equipment for the newest procedure of tundish metallurgy known as electro-slag-heating (ESH) was attached. The latter was originally applied, and tested by MIL after MIL's cooperator took out a patent for it. So, MIL gained the opportunity to procure individual "super clean" ingots or casts weighing up to 800 kg, which are of vital importance to the production of Železarne Ravne.*

*The previous experimental machines equipped with additional outfit used in the powder metallurgy and the technology of rapid solidification provide a new, complex, flexible and special field of research and development which is aimed at the development of new materials based on new technologies. The vacuum heat treatment of materials has already brought stimulating results and valuable experiences, supported by present development of fluidized bed heat treatment of materials.*

*Lately, MIL was able to modernize its research outfit by the generous support of Research Association and Slovene Steelworks. The outfit MIL chose on the basis of strategic research orientations was the one for synthesis of materials.*

*The survey of this short description shows MIL's participation in changes and innovations of technological*

teških raziskovalnih usmeritev namenjali določeno prednost opremi za sintezo materialov.

Že ta kratki opis pojasnjuje, kako se MIL vključuje v novosti tehnološkega razvoja in kam namerja udarna področja svojega raziskovalno-razvojnega udejstvovanja.

Z novimi pilotnimi napravami in novo raziskovalno opremo si MIL utrjuje svoje sedanje mesto in povečuje svoje potenciale na področju aplikativnih in osnovnih raziskav, obenem pa se pomembno vključuje v vzgojo strokovnjakov, študijske programe in postdiplomske programe.

Končno je dosežena tista stopnja opremljenosti, ki že vzbuja interes tudi pri najrazvitejših in dejansko omogoča vključevanje v mednarodno delitev. To dokazuje odpiranje skupnih projektov z inštitucijami in podjetji v ZDA, ZRN, Franciji, Italiji, Švedski in Avstriji.

Razmišljanje o nadalnjem razvoju raziskovalno-razvojne dejavnosti MIL lahko strnemo s paralelo:

Tako kot se v industrijski tehnologiji uveljavljajo novi kombinirani postopki, ki racionalizirajo tehnološke poti in združujejo obstoječe naprave in prednosti tehnoloških novosti z novimi specializiranimi napravami in nove optimirane in direktno kontinuirne postopke, tako razvoj novega znanja bogati obstoječe izkušnje in z novo organizacijo interdisciplinarnega teamskega povezovanja v raziskovanju uveljavlja dognanja znanosti in dosežke raziskav.

Samo z znanjem in bogatimi izkušnjami se na zastrelih in izrabljenih napravah ne da razvijati novih materialov in tehnologij.

Ustrezna vlaganja v opremo in strokovnjake so neizbežen pogoj razvojnih, pa tudi raziskovalnih uspehov.

Za razvoj znanja moramo zagotoviti financiranje primerno izbranih osnovnih raziskav, usmerjene uporabne raziskave pa moramo uveljaviti tako, da bodo namesto segmenta stroškov pridobile inovativni značaj.

V nadalnjem razvoju se bomo morali bolj kot doslej zavedati, da

**raziskave služijo razvoju, cilji razvoja pa opredeljujejo in usmerjajo raziskave,**

saj se to pravilo v svetu vse bolj uveljavlja tudi z novim modelom povezovanja osnovnih in uporabnih raziskav z razvojem.

Prof. dr. Jože Rodič, dipl. ing.  
Direktor Metalurškega inštituta v Ljubljani

*development, and the direction of the essential part of its research and progress.*

*New pilot plants and research outfit give support to MIL to keep its present position and to promote its potentials in the field of applicable and basic research. At the same time they offer students and staff an opportunity for advanced education.*

*The MIL's outfit has been improved to such an extent, that it became interesting even to highly developed countries and so opened up many an opportunity to participate in international research. Joint projects with institutions and firms of U.S.A., West Germany, France, Italy, Sweden and Austria, clearly prove it to be done.*

*The following could be the summary of the previously done thinking on further progress of research and development of MIL:*

*As the industrial technology introduces new combined procedures that rationalize the technological methods and attach specific machines to the present ones with technologic innovations, thus creating new optimum direct continuous procedures; so the development of knowledge contributes its latest experiences, and the modern interdisciplinary research teams apply the research results and scientific statements to industry.*

*Even excellent knowledge and rich experience can not make the old and worn machines develop new materials and technologies.*

*Successful research and development may be achieved on one condition only, and that is: appropriate outfit and professional staff.*

*In the future, MIL will financially support the development of knowledge according to the chosen basic research. The applied research and the individual investigations within this research will contribute to industry by striving to be innovative and productive.*

*In the future we must acknowledge the fact that*

***progress is based on research, and the objects of development determine and specify research.***

*The world has already approved of the idea which is shown in adapting the basic and applicable research to development.*

Prof. Dr. Eng. Jože Rodič  
Director of Metallurgical Institute Ljubljana



## SLOVENSKE ŽELEZARNE METALURŠKI INŠTITUT LJUBLJANA, LEPI POT 6

### KAJ JE METALURŠKI INŠTITUT

Metalurški inštitut je delovna organizacija v okviru SOZD Slovenske Železarne, po statutu pa je osrednja raziskovalna organizacija vse slovenske metalurgije in livarstva. Inštitut razvija vse aktivnosti, ki so potrebne za raziskovalno delo, torej raziskave osnovnega, razvojnega in uporabnega značaja, pilotno proizvodnjo posebnih materialov, je sozdajatelj strokovnega časopisa, prireja strokovna srečanja in seminarje, dela različne strokovne ad hoc usluge za industrijo s področja kakovosti in uporabe kovinskih materialov, goji stike z raziskovalnimi organizacijami pri nas in v inozemstvu, sodeluje v programih in projekti Raziskovalne skupnosti Slovenije, v projektih usmerjenih v tehnološki razvoj Jugoslavije ter v projektih mednarodnega sodelovanja z zapadno in vzhodno Evropo in ZDA.

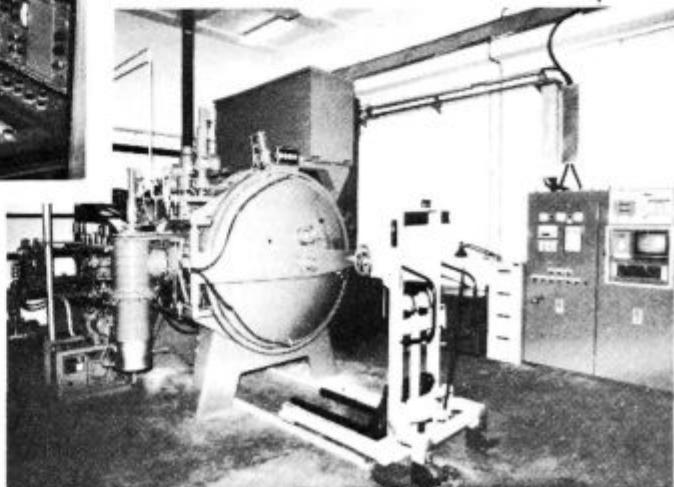
### PROGRAM DELA IN OPREMA

Program raziskovalnega dela posega v naslednja področja: razvoj sodobnih masovnih kovinskih materialov in tehnologije njihove izdelave in predelave, razvoj in pilotna proizvodnja posebnih materialov za elektroniko, fizikalno-metalurško in kemijsko-analitsko karakterizacijo materialov, matematično modeliranje in računalniško krmiljenje procesov ter racionalna uporaba energije in surovin v metalurški industriji. Skladno s programom dela ima laboratorije za mikrostruktурne, fizikalne, mehanske preiskave in za analitiko kovinskih materialov ter za pilotno proizvodnjo. Med raziskovalnimi aparaturami najdemo peči za taljenje vseh vrst kovin na zraku in v vakuumu, naprave za predelavo teh kovin v trak, palice in žico, napravo za atomizacijo kovin, optične mikroskope in vrstični (scanning) elektronski mikroskop za mikrostrukturne raziskave, elektronski mikroanalizator, dilatometer, naprave za preizkušanje kovin s statično in dinamično obremenitvijo, pri visokih temperaturah, naprave za termično obdelavo, med njimi najsodobnejšo vakuumsko visokotemperaturno kalilno žariščno peč ter različne sodobne analitske naprave, na primer aparature za atomske absorpcijske spektrometrijo in emisijski spektrometer.

V teku je dobava naprave za vливanje amorfnih trakov, ki bo skupaj z napravo za atomizacijo in izostatsko stiskanje, ki jo je inštitut nabavil skupno z inštitutom J. Stefan omogočila laboratorijsko sintezo najsodobnejših kovinskih materialov. Prav v tem letu se bo začel tudi uresničevati projekt pilotne proizvodnje usmerjen v izdelavo palic in žic iz posebnih materialov po tehnologiji računalniško vakuumskega taljenja in kontinuirnega litja.



Pogled na vrstični elektronski mikroskop z napravo za elektronsko mikroanalizo in analizo slike



Pogled na računalniško krmiljeno vakuumsko žariščno kalilno peč



## Vakuumsko razdušičenje nerjavnih jekel

### Vacuum Removal of Nitrogen from Molten Stainless Steel

UDK: 669.046.517-982:669.15-194.57:669.786

ASM/SLA: D9s, EGp, SSd, D8m

N. Smajč<sup>\*</sup>

Na osnovi termodinamične analize multikomponentnega sistema Fe-Cr-C-Si-Mn-Ti-O-N v staljenem stanju smo izdelali matematični model vakuumskoga razdušičenja v pogojih EOP-VOD dupleks postopka izdelave nerjavnih jekel. Osnovne termodinamične podatke smo prevzeli iz literature (1–18). Na osnovi modela izdelani računalniški program nam je omogočil izvedbo tkim modelnih poskusov, s katerimi simuliramo vakuumsko obdelavo v industrijski 65-tonski VOD napravi. S tako pridobljenimi »izkušnjami« smo lahko izdelali praktična navodila za izdelavo superferitnih jekel, ki vsebujejo izredno nizke vsebnosti ogljika in dušika.

#### UVOD

Vakuumsko razdušičenje je odločilna faza v tehnologiji izdelave jekel s predpisano zelo nizko oziroma zaželeno čim nižjo vsebnostjo dušika, predvsem pa v proizvodnji superferitnih nerjavnih jekel. Feritna nerjavna jekla se v industrijski praksi niso uspela uveljaviti v takem obsegu kot avstenitna ali martenzitna nerjavna jekla predvsem zaradi slabše varilnosti in zelo slabe žilavosti, posebno v velikih presekih in že pri temperaturah, ki so le nekoliko pod sobno temperaturo. Posebno to velja za jekla, ki vsebujejo veliko kroma. Mnenje, da je visoka vsebnost kroma osnovni vzrok teh pomanjkljivosti feritnega jekla, se je le postopoma spreminalo. V šestdesetih letih je končno prevladalo spoznanje, da je visoka vsebnost interstičijskih elementov (C, N, S...), predvsem ogljika in dušika, tisti odločilni faktor, ki v povezavi z visoko vsebnostjo kroma povzroča tako pomembno poslabšanje uporabnih lastnosti feritnih nerjavnih jekel. Pri tem je ugotovljeno, da so jekla z višjo vsebnostjo kroma bistveno bolj občutljiva na vsebnost ogljika in dušika. Raziskave na tem področju se intenzivno nadaljujejo, posebno kritična glede na vsebnost dušika pa so jekla, namenjena za globoki vlek, in v novejšem času tudi superavstenitna ELI nerjavna jekla. Številne izdelke visoke tehnologije, kot so solarni kolektorji in avtomobilski katalitični izpušni sistemi, lahko izdelujemo iz superferitnega jekla 18–2. Pri višjih vsebnostih kroma (24–26 % Cr) ob dodatkih Mo in Ni pa so ta jekla odporna celo na morsko vodo ter jih lahko uporabljamo namesto bistveno dražjih superzlitin, CuNi zlitin in celo titanovih zlitin za topotne izmenjevalce pri elektrarnah.

*Mathematical model of vacuum removal of nitrogen under industrial conditions involved in EAF-VOD production of stainless steel has been elaborated on the basis of thermodynamical analysis of Fe-Cr-C-Si-Mn-Ti-O-N system in liquid state. Thermodynamic data published in literature (1–18) have been utilized. The model has been used for development of the computer program which makes it possible to perform so-called model tests, i.e. the simulation of vacuum treatment in a 65 ton VOD unit. The "experience" obtained in this way helped to work out instruction manual for the production of superferritic stainless steel with extra low carbon and nitrogen.*

#### INTRODUCTION

*Vacuum removal of nitrogen is the key step in the production of steel with prescribed very low nitrogen content which often should be as low as possible. It is specially important in the production of superferritic stainless steel. Ferritic stainless steel has not been so widely applied as austenitic or martensitic stainless first of all because of pure weldability and very low toughness specially in large cross-section and at temperatures lightly lower than room temperature already. This is true particularly for high chromium steel. For a very long time the poor properties of ferritic steel were attributed solely to high chromium content. This opinion changed gradually. Finally in sixties it was established and generally accepted that a high content of interstitial elements, particularly carbon and nitrogen, combined with high chromium play a decisive role in so serious deterioration of application properties of ferritic stainless steel. It has been found that steel with higher chromium content is more sensitive to harmful influence of carbon and nitrogen.*

*Intense investigations are being carried in this field since low nitrogen content is essential for deep drawing grade and superaustenitic extra low interstitials (ELI) steel, recently. A number of high technology products such as solar cells and automobile exhaust catalytic systems can be manufactured from superferritic 18-2 steel. At higher chromium content (Cr≥ 24 %) and 2–4 % molybdenum and Ni addition superferritic steel is resistant even to sea water. Consequently, it can be used instead of more expensive superalloys, cunifer or even titanium alloys for heat exchangers of power stations located on sea coast or on big strongly contaminated rivers, for process equipment in chemical and food industry, for various containers for storage and rail, road, sea and air transport of chemicals and food such*

\* Dr. Nijaz Smajč, dipl. ing. met., — SŽ — Metalurški inštitut Ljubljana, Lepi pot 11, 61000 Ljubljana

\*\* Originalno objavljeno: ŽEZB 24 (1990) 1

\*\*\* Rokopis prejet: novembra 1989

lociranih na morski obali in obrežjih velikih močno onesnaženih rek, za procesno opremo v kemični in živilski industriji, za različne zabojuke za skladiščenje in železniški, cestni, pomorski ter letalski transport kemikalij in živil, vina, piva, mleka, mesa, sadnih sokov itd.

Zaradi nagle rasti cene niklja, ki se zadnja tri leta giblje med 15.000 in 22.000 \$/tono ELI (Extra Low Interstitials) so feritna oz. superferitna jekla postala še bolj zanimiva, saj ob primerno nizki vsebnosti dušika in ogljika ter manjšem dodatku molibdena (2–4 %) lahko v številnih aplikacijah zelo uspešno nadomestijo bistveno dražja avstenitna jekla 18/8 in 18/10 oz. AISI 304 in AISI 316.

## MEHANIZEM IN KINETIKA VAKUUMSKEGA RAZDUŠIČENJA

### Mehanizem razdušičenja

Za razdušičenje jeklenih talin nimamo na razpolago nobene kemične reakcije, s katero bi lahko dušik vezali v neko spojino in ga na ta način odstranili iz taline, kot pri razogljicanju, pri katerem ogljik odstranimo v obliki CO. Mehanizem razdušičenja je zato povsem jasen in nespororen. Vakuumsko razdušičenje poteka z desorpcijsko reakcijo:



in sicer na medfazni površini plin/talina. Proses pa je sestavljen iz procesov difuzije reaktantov k reakcijski površini, same desorpcijske reakcije ter difuzije reakcijskih produktov od reakcijske površine. Tvorbo nove, v tem primeru plinske faze, močno olajša obstoj mehurčkov argona in CO in vakuum. Koeficient masnega prenosa lahko izboljšamo z mešanjem s pomočjo argona in tako vplivamo na kinetiko razdušičenja.

### Kinetika razdušičenja

Teoretično bi moralo biti nespororno, da gre v primeru reakcije (1) za reakcijo drugega reda, vendar nekateri avtorji obravnavajo desorpcijo dušika kot reakcijo prvega reda, pri kateri je kinetika določena z:

$$dN = k (/N/ - /N_e/) dt \quad (2)$$

V primeru reakcije drugega reda proces desorbcije dušika iz taline poteka v skladu s kinetičnimi zakoni, ki veljajo za reakcije drugega reda:

$$d(1/%N)dt = k_N \quad (3)$$

$$-d/%N/ = k_N dt /%N^2 \quad (4)$$

Ob predpostavki, da ravnotežna koncentracija dušika ni enaka nič, kot implicirata enačbi (3) in (4) dobimo:

$$-d/%N/ = k_N dt (/%N^2 - /%N_{eq}^2) \quad (5)$$

V zgornjih izrazih  $/N/$  predstavlja vsebnost dušika, raztopljenega v talini,  $/N_e/$  ravnotežno koncentracijo dušika, konstanta  $k$  pa označuje hitrost kemične reakcije, ki vključuje tudi koeficient masnega prenosa.

Iz osnov teorije metalurških procesov pa lahko opredelimo naslednje pogoje, ugodne za potek razdušičenja:

a) velika reakcijska površina

b) čim manjša vsebnost površinskih aktivnih elementov, predvsem žvepla in kisika, ki se sicer koncentrirata na reakcijski površini in jo s tem pasivizirata ter

c) čimnižji tlak oz. parcialni tlak dušika.

Potem takem imamo najbolj ugodne pogoje za razdušičenje v samem začetku vakuumske oksidacije:

— nastaja veliko mehurčkov CO, kar pomeni veliko reakcijsko površino,

as wine, beer, milk, meat, fruit juice, etc. Due to high price of Ni which has been for three years between 15 000 and 22 000 \$/ton ELI ferritic steel has become very interesting since at adequately low content of carbon and nitrogen and small addition (2–4 %) of molybdenum it can be successfully used in numerous application instead of much more expensive austenitic AISI 304 and AISI 316 grade.

## MECHANISM AND KINETICS OF VACUUM NITROGEN REMOVAL

### Mechanism

For the difference of carbon which is removed as CO there is no available chemical reaction to produce some nitrogen compound which could easily be removed from molten steel. The mechanism of vacuum removal of nitrogen is therefore simple and clear enough. Vacuum removal of nitrogen from molten steel proceeds by reaction of desorption:



on reaction interface melt/gas. The process is composed of the diffusion of reactants to reaction interface, desorption itself and diffusion of reaction products from reaction interface. The formation of new, gaseous phase is strongly facilitated by vacuum and "boiling" which results from argon and CO bubbles. The coefficient of mass transfer is essentially increased by argon stirring which increases the rate of nitrogen removal.

### Kinetics

From theoretical view point (1) is undoubtedly reaction of the second order however, certain authors consider it as a first order reaction the reaction rate of which is given by:

$$\frac{dN}{dt} = k (/N/ - /N_e/) \quad (2)$$

Reaction rate of the second order reaction is defined by expression:

$$d(1/%N)/dt = k_N \quad (3)$$

from which we have

$$-d/%N/ = k_N dt /%N^2 \quad (4)$$

Assuming that the equilibrium content of nitrogen differs from zero:

$$-d/%N/ = k_N dt (/%N^2 - /%N_{eq}^2) \quad (5)$$

In above expressions  $/N/$  represents wt. % of nitrogen dissolved in molten steel,  $/N_e/$  is the equilibrium nitrogen content of steel,  $k$  is rate constant which involves coefficient of mass transfer also. According to theory of metallurgical processes the favorable conditions for vacuum removal of nitrogen are:

a) large reaction interface

b) low content of surface active elements specially oxygen and sulphur which passivate reaction surface,  
c) low pressure i. e. low partial pressure of nitrogen.

Consequently, the most favorable conditions for nitrogen removal are in the very beginning of vacuum oxygen decarburization since:

— there is a great number of CO bubbles i. e. great reaction surface,

— oxygen content is low because of a high carbon content,

— partial pressure of nitrogen is low due to a high amount of CO

- vsebnost kisika je majhna zaradi visokega ogljika,
- nizek parcialni tlak dušika, ker je plinska faza razredčena z veliko količino CO,
- velik koeficient aktivnosti, zato je tudi aktivnost dušika velika zaradi visoke vsebnosti ogljika.

## MATEMATIČNI MODEL

### Osnovne predpostavke

Matematični model vakuumskega razdušenja talin z visoko vsebnostjo kroma v pogojih, ki so tipični za VOD postopek izdelave nerjavnih jekel, sestavljajo naslednje osnovne predpostavke:

a) Vse tri faze, tj. plin, žlindra in talina, so popolnoma homogene.

b) V sistemu, ki ga sestavlja VOD ponovca s talino, žlindro in plinsko fazo nad talino, vključno s plinskim mehurčki v talini, ni temperaturnih gradientov. Temperatura je v vsaki točki sistema enaka. Med vakuumsko obdelavo se temperatura spreminja, odvisno od reakcijske toplote in topotnih izgub.

c) Prevladujoča vlogo pri razdušenju, ki poteka po reakciji (1), ima število in velikost plinskih mehurčkov, tako da vlogo medfazne površine talina/žlindra in talina/plinska faza nad talino lahko zanemarimo.

d) Mešanje taline zaradi argona in mehurčkov CO, ki nastanejo z oksidacijo ogljika s kisikom, raztopljenim v talini, je dovolj intenzivno, tako da je celotna hitrost razdušenja neodvisna od hitrosti difuzije reaktantov in reakcijskih produktov k reakcijski površini oz. od reakcijske površine.

e) Proces desorbceje dušika iz taline, ki poteka na medfazni površini talina/plin, tj. na površini mehurčka, doseže termodinamično ravnotežje, še preden mehurček splava na površino taline. Parcialni tlak dušika v mehurčku, ki zapušča površino taline, je torej enak ravnotežnemu parcialnemu tlaku dušika v talini.

f) Razdušenje je reakcija drugega reda in poteka skladno z enačbo (5). S tem smo tudi predpostavili, da je hitrost razdušenja omejena s hitrostjo desorbcijske reakcije na reakcijski, tj. medfazni površini talina/mehurček.

## RAČUNALNIŠKA SIMULACIJA

### Modelni poskusi

Izdelani model nam omogoča izvedbo tkm. modelnih poskusov, kar je posebno pomembno pri osvajanju novih in optimirjanju obstoječih tehnoloških procesov. Po izdelavi matematičnega modela smo izdelali računalniški program, ki omogoča računalniško simulacijo vakuumskega razdušenja na 65-tonski VOD napravi na računalnikih, ki so kompatibilni z IBM PC, XT in AT. Na sliki 1 vidimo primerjavo rezultatov matematičnega modela in dejanskih vsebnosti dušika med izdelavo superferitnega jekla s 17 % Cr. Z modelnimi poskusi smo ugotovili tudi vpliv vakuuma, temperature in sestave taline na potek razdušenja.

### Vpliv vakuuma

Ugotovili smo, da je globina in čas vakuumiranja odločilnega pomena za učinkovito razdušenje v VOD ponovci. Simulacija je pokazala, da lahko z VOD obdelavo dosežemo skupno vsebnost dušika in ogljika v jeklu s 17 % Cr pod 150 ppm, tj.  $(C+N) < 150$  ppm. Pri višji vsebnosti kroma, npr. 24 % Cr, pa je bolj smotrna uporaba drugih postopkov, kot so VIM (Vacuum Induction Melting), VAR (Vacuum Argon Remelting) in EB (Electron Beam).

- high activity of nitrogen as a result of high carbon content.

## MATHEMATICAL MODEL

### Basic assumptions

The mathematical model of vacuum removal of nitrogen in industrial conditions typical for EAF-VOD production of stainless steel is composed from the following basic assumptions:

a) All three phases i.e., gas, slag and steel are perfectly homogeneous,

b) There are no temperature gradients present in the system made up from VOD ladle, slag, steel and gaseous phase including CO and argon containing bubbles. Temperature in all points of the system is the same and uniform. It changes uniformly as a result of reaction heats and heat losses.

c) Desorption of nitrogen proceeds by reaction (1). The share of bubble surface in the overall reaction surface is so high due to a large number of bubbles and their size that the role of slag/melt and melt/gaseous atmosphere above melt reaction interface can be neglected.

d) Melt stirring by argon and CO bubbles is so intense that the over-all rate of nitrogen removal is independent from diffusion.

e) Desorption reaction which proceeds on gas/melt interface i.e., on bubble surface is ended due to thermodynamic equilibrium even before bubbles reach melt surface. In other words the partial pressure of nitrogen in bubbles leaving the melt surface is in equilibrium with partial pressure of nitrogen dissolved in melt.

f) Nitrogen removal is a reaction of the second order and proceeds according to reaction (5). That means that nitrogen removal rate is limited by the rate of nitrogen desorption proceeding on bubble surface.

## COMPUTERIZED SIMULATION

### Model tests

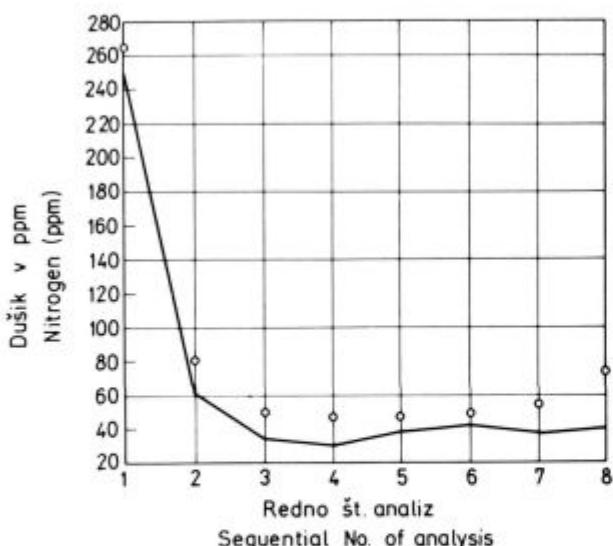
The model makes it possible to carry out so-called model tests which are of great value specially for development of new and improvement of existing technological processes. A computer program developed for IBM PC, XT and AT computers enables computerized simulation of vacuum removal of nitrogen in a 65 ton VOD unit. The comparison of predicted and actual nitrogen content of 17 % Cr steel in the course of processing Heat Nr. 110944 is given in fig. 1. The influence of vacuum, temperature and composition of melt on nitrogen removal was also determined by model testing.

### Influence of vacuum

It has been determined that the intensity of vacuum and duration of vacuum treatment is of key importance for successful removal of nitrogen during VOD processing. Model tests have shown that under industrial conditions 17 % Cr ferritic steel with lower than 150 ppm of C + N can be produced in a common VOD unit. At chromium content above 24 % Cr the use of (VIM) vacuum induction melting, (VAR) vacuum argon remelting and (EB) electron beam process is more promising.

### Influence of temperature

As regards the influence of temperature on nitrogen content of molten stainless steel it is quite the opposite to that of common steel. The higher the temperature the lower is the nitrogen content i.e. the nitrogen solubility.



Slika 1

Primerjava rezultatov matematičnega modela in dejanskih vsebnosti dušika med potekom izdelave jekla s 17 % Cr (Št. 110944)

Fig. 1

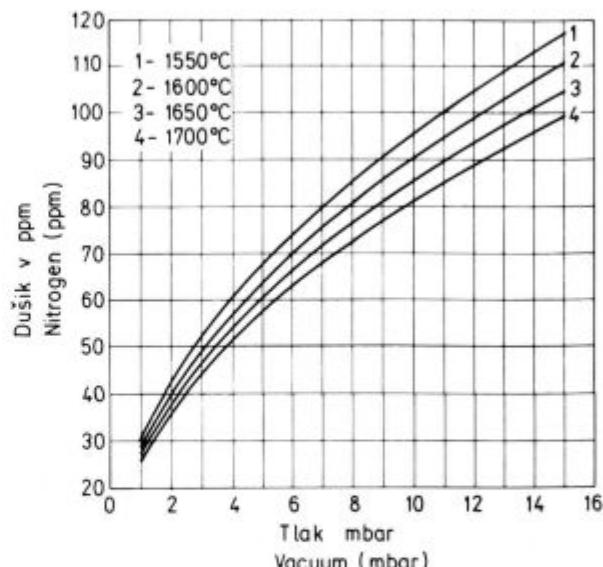
Comparison of predicted and actual nitrogen content of 17 % Cr steel in the course of processing Heat Nr. 110944.

### Vpliv temperature

Vpliv temperature na vsebnost dušika v nerjavnih talinah je povsem nasproten kot pri ostalih jeklih. Čim višja je temperatura taline, toliko nižja je namreč topnost dušika. To kvalitativno spoznanje pa nam seveda ne zadošča. Modelni poskusi so pokazali, da je vpliv temperature med razdušenjem oz. ob koncu razdušenja nepomemben. Po drugi strani smo ugotovili (19, 20), da je temperatura precej vpliven dejavnik na vsebnost dušika pri normalnem tlaku in visoki vsebnosti ogljika, tj. ob začetku VOD obdelave. V dobro predpripravo taline sodi torej skrb za razmeroma visoko temperaturo in visoko vsebnost ogljika v talini ob prebodu iz elektroobločne peči oz. v VOD ponovci neposredno pred začetkom vakuumiranja. Enkratna ali dvakratna prekinitev pihanja kisika, ki ji sledi faza razdušenja ob intenzivnem vakuumiraju, je seveda povezana s podaljšanjem časa VOD obdelave, torej tudi z izgubo toplotne in ustreznejšim padcem temperature. Višjo začetno temperaturo taline potrebujemo torej ne le zato, ker je začetna vsebnost dušika v tem primeru manjša, temveč tudi za kritje omenjenih povečanih topotnih izgub. Vpliv vakuuma in temperature na talino, ki ima 16 % Cr, vidimo na sliki 2.

### Vpliv kisika in žvepla

Kisik in žveplo, raztopljeni v staljenem železu oz. jeklu, sta znana kot površinsko aktivna elementa. To pomeni, da je površinska koncentracija teh elementov večja od povprečne, ki jo sicer merimo s kemično analizo vzorcev. Desorbcija dušika je tipična površinska reakcija, kar seveda velja nasprotno za desorbcijo. To sicer še ne pomeni, da je omejevalni faktor, tim. »ozko grlo« reakcije razdušenja, nujno desorbcija. Možno je seveda, da je hitrost razdušenja omejena s koeficientom prenosa mase, tj. z difuzijo atomov dušika iz taline k najbližji površini. Najblžja površina je lahko medfazna površina talina/žlindra, talina/trdnih snov ali talina/plinska faza. Nesporočeno je najbolj ugodna zadnja možnost, ker je desorbcija v tem primeru močno olajšana. Zaradi prisotnosti površinske aktive kisikove in žveplove plasti na površini taline je desorbcija dušika močno omejena.



Slika 2

Vpliv vakuuma in temperature na dosegljivo vsebnost dušika pri 16 % Cr in 0.01 % C.

Fig. 2

Influence of vacuum and temperature on nitrogen content of 16 % Cr and 0.01 % C steel.

The tests have also shown that temperature influence during and at the end of vacuum oxygen decarburization can be neglected. On the other side a strong influence of temperature was found (19, 20) on the nitrogen content of molten stainless steel in VOD ladle before vacuum treatment i.e., at atmospheric pressure and a high carbon content of melt. Care for high enough temperature and carbon content of melt must be taken at tapping EAF or at the start of VOD treatment. One or two stop of oxygen blowing followed by intense evacuating is of course associated with heat losses. The influence of vacuum and temperature on nitrogen content of 16 % Cr steel is seen in fig. 2.

### Influence of oxygen and sulphur

Oxygen and sulphur dissolved in iron based melt are surface active elements. Their surface concentration is therefore higher than the average determined by chemical analysis. Desorption of nitrogen is a typical surface reaction. It does not mean that the limiting step of nitrogen removal must be the desorption itself. Nitrogen removal can be limited by diffusion rate also of nitrogen dissolved atoms to the nearest free surface which can be melt/slag, melt/solid or melt/gas interface. The last one is the most favorable because of low partial pressure of nitrogen in CO or/and argon bubbles. However, due to the presence of surface active elements bubble surface is at least partly contaminated and therefore passivated. Moreover, oxygen and sulphur atoms can even form a compact monoatomic adsorbed layer which prevents nitrogen from reaching the surface. In this case the desorption can be completely stopped in despite of favorable thermodynamic conditions (deep vacuum, high activity of nitrogen in melt, low partial pressure of nitrogen in gaseous phase, high temperature) and kinetics conditions (good mixing, high argon consumption). Reference literature has practically omitted to discuss the influence of surface active elements except for

nosti površinsko aktivnih elementov pa je površina vsaj delno pasivizirana. Na površini prisotni in občutno koncentrirani atomi kisika in žvepla ustvarijo lahko kompaktno monoatomno plast, s tem preprečijo dostop atomet dušika na površino in je tako desorbcijsa lahko prekinjena, kljub drugače ugodnim termodinamičnim (nizek tlak, velika aktivnost dušika v talini, visoka temperatura, nizek parcialni tlak dušika v plinski fazi) in kinetičnim pogojem (dobro mešanje, velika poraba argona). V literaturi vpliv kisika in žvepla praktično sploh ni obdelan. Omenjajo le, da površinsko aktivni elementi morajo, vsaj v »nadkritičnih« koncentracijah, imeti negativen vpliv na razdušičenje. Izjemi sta S. Ban-ya (3) in K. Shinme s sodelavci (4), ki ugotavljajo, da kisik in žveplo zmanjšuje kemično konstanto  $k_N$  desorbcijske dušika.

### Vpliv argona

Argon v sekundarni oz. ponovčni metalurgiji uporablja za intenzivno mešanje taline, kar je pogoj za uspešno homogenizacijo temperature in sestave. Več argona v enoti časa pomeni boljše mešanje. Bolj se torej približamo termodinamičnemu ravnotežju, kar pomeni, da lahko dosežemo ob sicer enakih ostalih pogojih (vakuum, temperatura, čas vakuumiranja oz. razdušičenja) nižjo vsebnost dušika. Razen tega pozitivnega učinka argona na hitrost doseganja ravnotežja, torej na kinetiko razdušičenja, imamo še dodatni pozitivni vpliv, ki izhaja iz dejstva, da argon znižuje parcialni tlak dušika v plinskih mehurčkih in v plinski atmosferi nad talino ter s tem premika termodinamično ravnotežje reakcije (1) v desno stran, tj. v smeri desorbcijske dušika. V VOD napravah je običajno poraba argona v mejah 1–2 litra/min, tono. Prve VOD naprave so imele praviloma le en t.i.m. argonski »kamen«, tj. ognjevaren blok s poroznostjo odprtrega tipa, vzidan običajno ekscentrično v dno ponovce. Zaradi opisanih pozitivnih vplivov intenzivnega argoniziranja danes praktično vse VOD naprave uporabljajo ponovce z dvema ali celo tremi argonskimi »kamni«. Poraba argona med VOD obdelavo je zato danes večja. Iz praktičnih vzrokov je težko in nepričerno, pa tudi zaradi cene argona neekonomično uporabljati v VOD pogojih več kot 4–6 litrov Ar/min, tono.

### ZAKLJUČKI

— Izdelali smo matematični model vakuumskega razdušičenja talin z visoko vsebnostjo kroma v delovnih pogojih, ki ustrezajo industrijski VOD napravi (temperatura 1550–1750°C, in tlak 100 Pa — 0,1 MPa,  $P_{CO}$  0,1 MPa — 10 Pa).

— Izdelani model smo umerili in preizkusili ter ugotovili, da omogoča uspešno simulacijo vakuumskega razdušičenja v 65-tonski VOD napravi ter izvedbo tkm. modelnih poskusov.

— Analiza mehanizma vpliva kisika in žvepla v talini je privedla do utemeljene domneve, da dezoksidacija, ki jo predlagajo nekateri japonski raziskovalci (4,5) pred globokim vakuumiranjem, verjetno ne bo imela pozitivnega učinka na razdušičenje, ker bi s tem zmanjšali tvorbo CO mehurčkov v fazi globokega vakuumiranja. Vsebnost žvepla v talinah, namenjenih izdelavi jekla z minimalno vsebnostjo dušika, naj bo čim nižja.

S. Ban-ya (3) and K. Shinme et al. (4), who stated that oxygen and sulphur reduce kinetics constant  $k_N$  of nitrogen desorption.

### Influence of argon stirring

Argon in secondary metallurgy or ladle metallurgy has been used mainly for intense mixing of melt which is necessary condition for successful homogenization of melt temperature and composition. A higher consumption of argon means normally a better mixing and quicker approach to thermodynamic equilibrium. Beside this positive influence of argon on kinetics, argon also decreases partial pressure of nitrogen in bubbles and gaseous atmosphere above melt surface which results in the shift of thermodynamic equilibrium of (1) to the right. Argon consumption in VOD units is 1–2 l/ton, min. First VOD units were equipped with one argon block but nowadays two or three blocks are common. Therefore specific consumption of argon has increased. For practical and economic reasons the upper limit of specific argon consumption lies within 4–6 liters Ar/min, ton.

### CONCLUSIONS

— Mathematical model of vacuum removal of nitrogen from high chromium melt under operation conditions (temperature 1550–1750°C, and pressure 100 Pa — 0,1 MPa,  $P_{CO}$  0,1 MPa — 10 Pa) which correspond to industrial VOD processing has been developed.

— The model has been tested and verified as successful and able to perform model tests and simulation of vacuum nitrogen removal in a 65 ton VOD unit.

— Based on an analysis of the influence of oxygen and sulphur it can be concluded that deoxidation, recommended by (4) and (5) prior to deep vacuum degassing stage would probably be ineffective or even deleterious for nitrogen removal since it would significantly decrease the amount of CO bubbles. Sulphur content of melt aimed for the production of superferritic steel should be as low as possible.

**LITERATURA/REFERENCES**

1. Fujio Ishii et al., *Tetsu-to-Hagane* 68, 1982, str. 946/55.
2. Z. Morita et al., *ibid.* No. 11, 1979.
3. S. Ban-ya et al., *Tetsu-to-Hagane*, 60, (1974).
4. K. Shimne et al., Proceedings of 100<sup>th</sup> ISIJ Meeting, October 1980.
5. K. Shimne et al., *Transactions of ISIJ*, No. 4, 1982
6. K. Shimne et al., *Transactions of ISIJ*, No. 4, 1988
7. J. F. Elliot et al., *Thermochemistry for Steelmaking*, vol. 2, Addison — Wesley, London 1963.
8. H. Wada in R. D. Pehlke, *Met. Transactions*, B, 1977.
9. Ja. N. Javojskij et al., *Vzajemodejstvije gazov s metallami*, Nauka, Moskva 1973, str. 98—104.
10. H. Schenk et al., *Arch. Eisenhuettenwes.*, 33, No. 7, 1962.
11. J. N. Surovoj et al., *Vzajimedostvije gazov s metallami*, Nauka, Moskva 1973, str. 118—125.
12. F. Tsukamoto, *Transactions of ISIJ*, 26, 1986, s. 273/81
13. H. Katayama et al., *Transactions of ISIJ*, 18, 1978.
14. O. Yukio et al., *Kawasaki Steel*, 12, 1980, str. 561/70
15. S. Iwaoka et al., *Proceedings of Stainless Steel*, London 1977, str. 1939—1256.
16. K. E. Pinnow, *ibid.* str. 231/45.
17. C. Wagner, *Thermodynamics of Alloys*, Addison-Wesley, Cambridge 1952.
18. B. I. Leonovič et al., *Metalli*, No. 4, 1980.
19. N. Smajč, *Superferitna nerjavna jekla*, Poročilo Metalurškega inštituta v Ljubljani, N 86-007, 1986.
20. N. Smajč, *Superferitna nerjavna jekla II del*, Poročilo Metalurškega inštituta v Ljubljani, N 86-007, 1986.
21. H. Katayama et al., *Transactions of ISIJ*, 18, 1978, str. 761—767.
22. K. Mori, *Transactions of ISIJ*, 28, 1988, 246—261.
23. A. Boljšov, *Metalli* št. 1, 1982.
24. Lewis in Mc Lean, *Canadian Metallurgical Quarterly*, št. 3, 1979

## **Modeliranje in procesna kontrola VAD-postopka**

### **Modelling and Process Control of VAD Treatment**

B. Koroušič<sup>1</sup>, A. Rozman<sup>2</sup>, F. Tehovnik<sup>3</sup>

ASM/SLA: 669.046.517-982:669.187.26

UDK: D8m, U4k, D9s



VAD-proces (vacuum arc degassing) predstavlja danes standardno tehnologijo za izdelavo kvalitetnih jekel. Po podatkih iz literature v svetu deluje že okrog 80 naprav, kapacitete 20 t (Rathy Alloys and Steel) do 180 t (Fabrique de Fer).

Železarna Ravne je inštalirala prvo 50-tonsko VAD-napravo že leta 1983 v novo jeklarno in danes je več kot 80 % celotne proizvodnje vezano na tehnološko linijo: EOP+VAD+LITJE.

VAD-naprava v Železarni Ravne ima 8 MVA transformator, ki omogoča ogrevanje taline do 4°C/min pri vakuumu ca. 500 mbar. Vakuumski sistem črpalk in injektorjev omogoča doseg nizkih vrednosti vakua (pod 1 mbar) pri maks. porabi pare 5000 kg/h in tlaku 12 barov.

Praktične izkušnje z VAD-napravo so pokazale, da je za optimalno delovanje celotne tehnološke linije potrebno temeljito poznavanje vseh tehnoloških faz, upoštevajoč proizvodni program in nadaljnjo obdelavo jekla (valjarna+kovačnica).

V članku so zbrani rezultati dosedanjih raziskav VAD-procesa, in sicer modeliranje termičnega in metallurškega procesa s ciljem razvoja računalniško podprtoga sistema vodenja VAD-tehnologije v Železarni Ravne.

#### **1. TEHNIČNE KARAKTERISTIKE VAD-NAPRAVE V ŽELEZARNI RAVNE**

VAD-naprava v Železarni Ravne je sestavljena iz naslednjih elementov:

- vakuumska ponev, kapacitete ca. 45 ton (dimenzije: D=2500 mm, H=3210 mm) z vgrajenim drsnim zapiralom in argonskim kamnom za vpihovanje plinov. Vakuumska ponev ima več funkcij in služi kot: transportna posoda, peč za ogrevanje taline in v zadnji fazi služi kot livna ponev;

- pokrov za tesnjenje z odprtinami za elektrode, priključek na dozirni sistem, naprava za legiranje in jemanje vzorcev, prirobnica za nošenje zaščitnega pokrova, odprtina za opazovanje procesa in naprava za vpihovanje prašnih materialov;

- regulacijski transformator, moči 8 MVA, z možnostjo izbiре napetosti od 120 do 250 V in maks. jakostjo toka 24 kA;

<sup>1</sup> Dr. Blaženko Koroušič, dipl. ing., SŽ — Metalurški inštitut, Lepi pot 11, 61000 Ljubljana

<sup>2</sup> SŽ — Železarna Ravne

<sup>3</sup> SŽ — Metalurški inštitut

\*\* Originalno publicirano: ŽEB 24(1990)1

\*\*\* Rokopis sprejet: november 1989

VAD (Vacuum Arc Degassing) treatment has become a standard technology for the production of high grade steels. To day there are about 80 VAD units operating all over the world ranging in capacity from 20 tons (Rathy Alloys and Steel) to 180 tons (Fabrique de Fer).

Železarna Ravne ironworks commissioned its first 50 ton VAD unit in 1983 already in the new steelwork. To day more than 80 % of production is related to EAF-VAD-CASTING technologic line. The VAD unit has a 8 MVA transformer, heating is carried out at a rate of 4°C/min at a vacuum of 500 mbar. Vacuum is achieved by the use of pumps and ejectors and the final degassing stage is carried out at a level less than 1 mbar. Steam consumption amounts to 5000 kg/hr and the steam pressure is 12 bars.

Operational experience has shown that the optimum operation of the whole technologic line requires a profound knowledge of all technologic stages taking into account the production program and subsequent working of steel (rolling, forging).

The work presents collected results of investigations of VAD treatment carried out up to now i.e., modelling of thermal and metallurgical process aimed to the development of computer supported process control of VAD technology in Ravne ironworks.

#### **1. MAIN TECHNICAL CHARACTERISTICS OF VAD UNIT**

The VAD unit in Ravne ironworks is composed of:

- VAD ladle of 45 tons capacity (diameter 2500 mm, height 3210 mm) with slide gate and flushing plug. The ladle serves for transfer, reheating and pouring;

- cover with openings for electrodes, alloying hopper, sampling device, a flange for the support of protection heat shield, a lance for the injection of powdered materials and observation hole.

- 8 MVA transformer with voltage selection ranging from 120 to 250 V and 24 kA maximum current intensity;

- vacuum system with pumps and ejectors with maximum steam consumption of 5400 kg/h and max. steam pressure of 12 bars.

#### **2. TECHNOLOGIC CHARACTERISTICS OF VAD TREATMENT IN RAVNE**

Technologic characteristics of VAD treatment in Ravne ironworks have been described previously<sup>1,2,3</sup>. Therefore, only main stages are given here to facilitate

— vakuumski sistem s črpalkami in injektorskimi napravami z maks. pretokom pare 5400 kg/h in maks. pritiskom pare 12 barov.

## 2. TEHNOLOŠKE ZNAČILNOSTI VAD-PROCESA V ŽELEZARNI RAVNE

Tehnološke značilnosti izdelave jekel po VAD-procesu v Železarni Ravne bomo opisali le osnovne faze, kar bo olajšalo nadaljnje spremeljanje opisa modeliranja VAD-procesa.

Na **sliki 1** je razvidna tehnološka shema izdelave jekla VCMo140 s spremljajočimi fazami, katere opišemo na kratko takole:

- Temperatura taline —  $T_f$  v peči pred prebodom  $1660^\circ\text{C}$ .

- Po končanem prebodu temperatura taline pada za ca.  $44 \pm 25^\circ\text{C}$ , v odvisnosti od termičnega stanja ponovce A, v kateri se nahaja celotna talilna skupaj s pečno žlindro.

- Nato sledi transport ponovce A, ki se postavi nad VAD-ponovco (z oznako B) in se izvrši prelivanje taline s ciljem, da se zadrži celotna količina pečne žlindre. Pri tem, kot je razvidno s slike 1, pride do močnega padca temperature, ki znaša v povprečju  $98 \pm 32^\circ\text{C}$ . V ponovco B se dodajo tudi potrebne legure. Pred naslednjim opera-

further following of the description of VAD process modelling.

Technologic scheme of the production of VCMo 140 is seen in **Fig. 1**.

The technology includes the following particular steps:

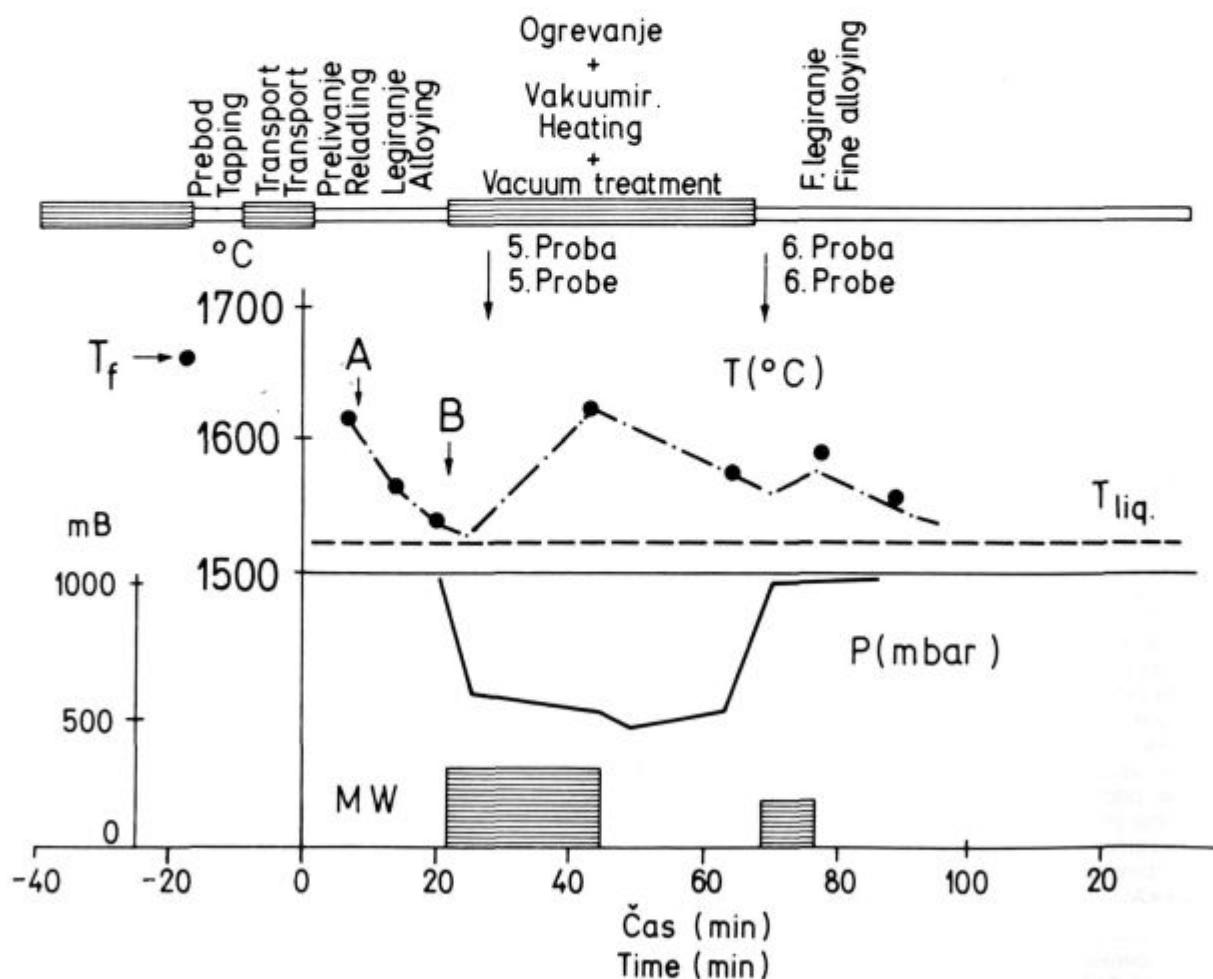
- temperature of melt  $T_f$  in furnace before tapping:  $1660^\circ\text{C}$ .

- after tapping the temperature drops by  $44 \pm 25^\circ\text{C}$  depending on thermal state of ladle A which holds metal and furnace slag together.

- transfer of ladle A which is placed above VAD ladle B and relading the furnace slag remaining in ladle A. Temperature drops by  $98 \pm 32^\circ\text{C}$  as seen from fig. 1. Necessary alloys are added to ladle B also. Sampling for sample Nr. 5 is followed by temperature measurement.

- Next step is the start of evacuation down to 450–500 mbars with simultaneous heating. The temperature is raised to desired level. After the heating is stopped melt temperature drops with  $2^\circ\text{C}/\text{min}$  rate on average.

- After removing the cover the sampling, temperature measurement, fine alloying (F. LEGI) and reheating by  $10\text{--}20^\circ\text{C}$ , if necessary i. e. in dependence on the



**Slika 1**  
Potek osnovnih parametrov pri izdelavi jekla v VAD-napravi  
**Fig. 1**  
Change of basic parameters during VAD treatment

cijo se vzame tki. 5. vzorec in se pomeri tudi temperatura taline.

— Naslednja faza je začetek vakuumiranja taline v območju 450–550 mbarov ob istočasnem ogrevanju taline. Pri tem temperatura naraste na željeno vrednost in po izklopu napetosti transformatorja ponovno pada s povprečno hitrostjo ca. 2°C/min.

— Po odpiranju pokrova (zračna atmosfera) vzamemo vzorec taline, pomerimo temperaturo, glede na sestavo taline izvršimo fino legiranje (F. LEGI), in če je potrebno, ponovno ogrevamo za 10–20°C, v odvisnosti od količine potrebnih legur in termičnega stanja taline.

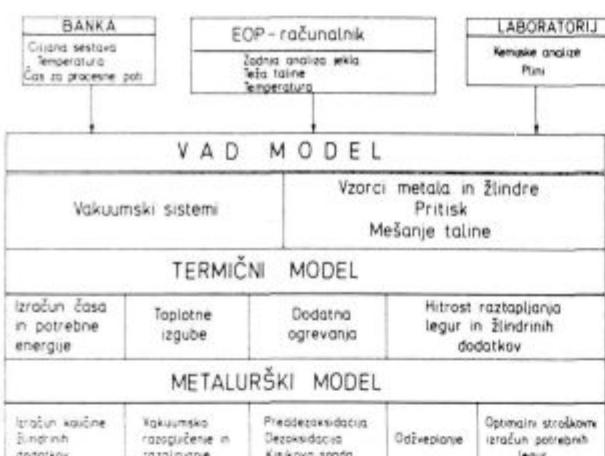
— V celotnem tehnološkem ciklusu je izpuščeno opisovanje faze priprave žlindre, preddezoksidacije, dezoksidacije in odžveplanja jekla, ker to obravnava opis modeliranja.

### 3. MODEL VAD-POSTOPKA

Zaradi sestavljenosti procesa VAD in vse bolj pogostega uvajanja osebnih računalniških sistemov za kontrolo industrijskih procesov je naša odločitev šla v smeri postopnega osvajanja matematičnih modelov<sup>3</sup>.

Na sliki 2 je prikazana shema strukture VAD-modela, ki sestoji iz:

- termičnega modela,
- metalurškega modela.



Slika 2  
Shematska ponazoritev strukture VAD-modela

#### 3.1. Termični model

Prva skupina programskih algoritmov zajema odnose in kontrolo termičnega stanja od preboda taline iz EOP-peči v ponovco A in nato vse do priprave taline za litje.

Termično stanje taline je pod vplivom številnih parametrov, kar je razvidno s slike 3.

Na sliki 3 vidimo za 26 talin gibanje temperature taline v treh ključnih tehnoloških fazah:

T(pr) — temperatura taline tik pred prebodom iz EOP-peči.

T(a) — temperatura taline, merjene v ponovci A (transportna ponovca) po končanem prebodu.

T(b) — temperatura taline, merjene v ponovci B, potem ko je dodano ca. 30 kg legur/tono in 8 kg dodatkov/tono za tvorbo nove žlindre.

Potrebo energijo Q<sub>T</sub> za ogrevanje taline izračunamo iz topotne bilance:

$$Q_T = Q_L + Q_S + Q_{TL} + Q_H \quad \dots (1)$$

amount of added alloys and melt temperature, are carried out.

— Slag preparation, predeoxidation, deoxidation and desulphurizing are omitted from the whole technologic cycle since these steps will be considered together with modelling.

### 3. MODEL OF VAD TREATMENT

Due to the complexity of VAD treatment and increasing introduction of personnel computers for industrial process control it has been decided to start with a gradual development of mathematical models<sup>3</sup>.

The structure of VAD model can be seen in Fig. 2. The model is composed of:

- thermal model and
- metallurgical model.

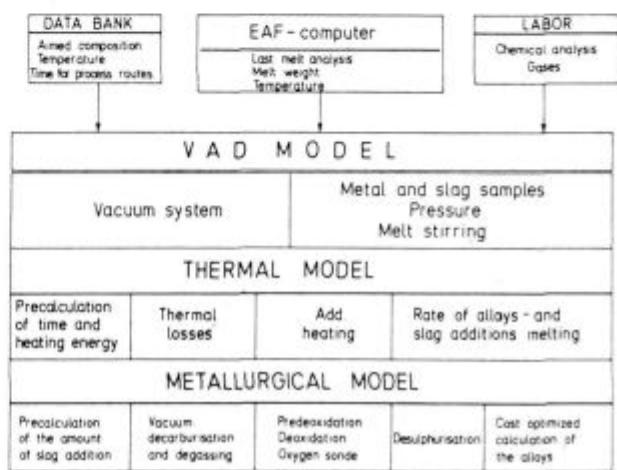


Fig. 2  
Scheme of the structure of VAD process model

#### 3.1. Thermal model

First group of algorithms deals with relevant relationships and control of thermal state from tapping from EAF into ladle A to final preparation of the heat for casting.

Thermal state of melt is influenced by a number of parameters which can be seen from Fig. 3.

Variations in melt temperature for three main technologic stages for 26 heats are seen in fig. 3.

T(pr) — temperature before tapping.

T(a) — temperature of melt measured in ladle A (transfer ladle) after tapping is finished.

T(b) — temperature of melt measured in ladle B after the addition of appr. 30 kg/t alloys and 8 kg/t fluxes for new slag.

The energy Q<sub>T</sub> required for reheating the melt is calculated from the heat balance:

$$Q_T = Q_L + Q_S + Q_{TL} + Q_H \quad \dots (1)$$

where:

$Q_T$  — total energy necessary to attain aimed temperature,

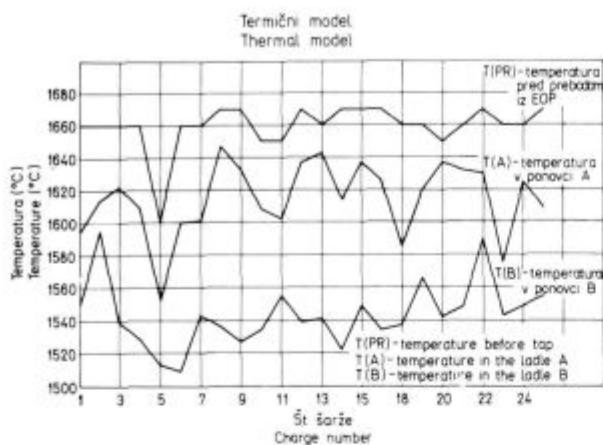
$Q_L$  — heat used up for melting alloys added to ladle,

$Q_S$  — heat required for melting of fluxes

$Q_{TL}$  — heat necessary to compensate for heat losses,

$Q_H$  — heat required to raise the temperature from T(B) start to T(B) aim.

Since the model is very extensive, Fig. 4 presents only results obtained by the algorithm for the calculation



Slika 3

Gibanje temperature taline, in sicer:  $T(pr)$  — v EO peći tik pred prebodom,  $T(a)$  — v ponovci A po prebodu,  $T(b)$  — v ponovci B po prilivanju iz ponovce A in dodatku legur

Fig. 3

Variations in tap, ladle A and ladle B (after reladling and alloy addition) temperature for 24 heats

pri čemer pomeni:

$Q_T$  = celotna energija, potrebna za doseganje načrtovane temperature

$Q_L$  = toplota, potrebna za taljenje legur, dodanih v ponovco

$Q_S$  = toplota, potrebna za taljenje žlindrnih dodatkov

$Q_{TL}$  = toplota, potrebna za kompenzacijo toplotnih izgub

$Q_H$  = toplota, potrebna za dvig temperature od  $T(B)$ -start do  $T(B)$ -cilj

Zaradi obsežnosti celotnega modela podajamo le rezultate določevanja algoritma za dvig temperature taline za transformator s parametri:  $P = 8000 \text{ kW}$ ,  $U = 205 \text{ V}$  (glej sliko 4). Slike je razvidno, da pri izračunavanju potrebne moči igra pomembno vlogo količina dodanih legur. Na podoben način je potrebno upoštevati tudi vpliv ostalih parametrov, kot je to razvidno iz enačbe 1.

### 3.2. Metalurški model

VAD-proces omogoča zaradi ugodnih pogojev (znižan tlak, mešanje taline, bazična ali nevtralna obloga, bazična žlindra, natančna kontrola kisikovega potenciala) izvajanje številnih reakcij.

Osnovna zahteva za doseg teh ciljev je popolna eliminacija vpliva pečne žlindre, ki ima visoko vsebnost oksidov, kot so  $\text{FeO} + \text{MnO} + \text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{P}_2\text{O}_5$ .

Na sliki 5 je prikazana primerjava kemične sestave žlindre v treh fazah VAD-procesa.

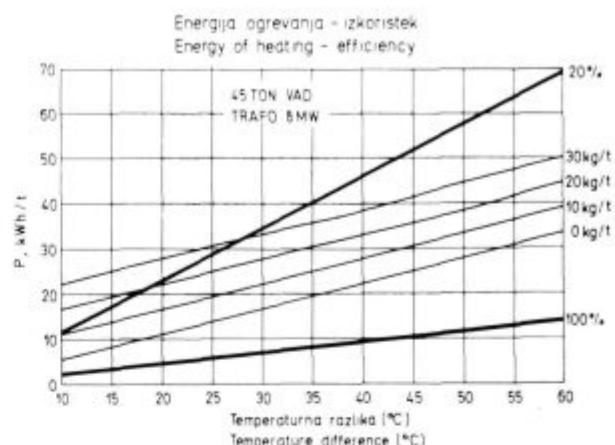
1. Pon-A: sestava žlindre (Chg. 75672, CK-45) v ponovci A.

2. Dodano: 200 kg  $\text{CaO} + 150 \text{ kg}$  sinter-dolomita (približna sestava).

3. Pon-B: sestava žlindre (Chg. 75672, CK-45) v ponovci B po ogrevanju in pred 5. preizkusom.

Sestava žlindre v fazi vakuumsko obdelave je izredno pomembna, ker direktno vpliva na obrabo obloge v coni žlindre.

Kemična analiza žlindre je po ogrevanju pokazala, da je največji del Al-dodanega za dezoksidacijo — reagiral s kisikom in ga zato najdemo v žlindri v obliki  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Vsebnost ostalih oksidov v žlindri iz ponovce B je zelo nizka:  $\text{FeO} = 0,48 \%$ ,  $\text{Mn} = 0,12$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3 = 0,05$ .



Slika 4

Algoritmom za izračun potrebnih energij za ogrevanje ( $xx/\text{kg/T}$ ) = teža dodatkov v ponovcu B pred začetkom ogrevanja

Fig. 4

Algorithm for the computation of energy required for reheating ( $xx/\text{kg/T}$ ) = weight kg/ton of alloy added into ladle B before the start of heating

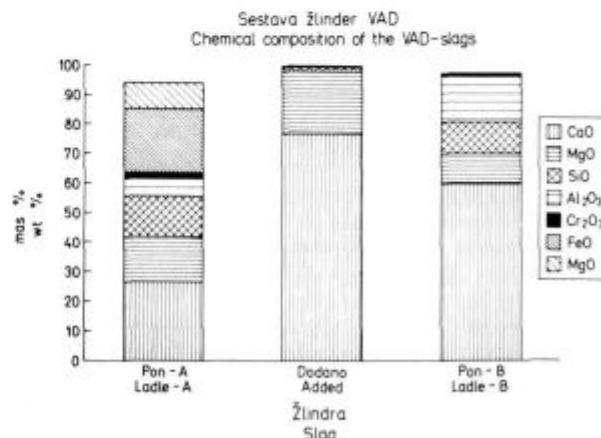
of power required in the case of transformer characteristics:  $P = 8000 \text{ kW}$ ,  $U = 205 \text{ V}$ . (see fig. 4). It can be seen that the amount of added alloys plays an important role in the computation of required power. Similarly, the influence of other parameters have to be taken into account as seen from eq. (1).

### 3.2. Metallurgical model

Due to favorable conditions (lowered pressure, good stirring, basic or inert lining, basic slag, accurate control of oxygen potential) VAD process facilitate a number of reactions.

Basic conditions required for the achievement of these aims is complete removal of furnace slag with a high content of  $\text{FeO}$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  and  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

Slag composition in the three stages of VAD treatment is presented in Fig. 5.



Slika 5

Gibanje sestave žlindre za tri ključne tehnološke faze Pon-A: v ponovci A, Dodano: v ponovci B, Pon-B: v ponovci B po končani obdelavi

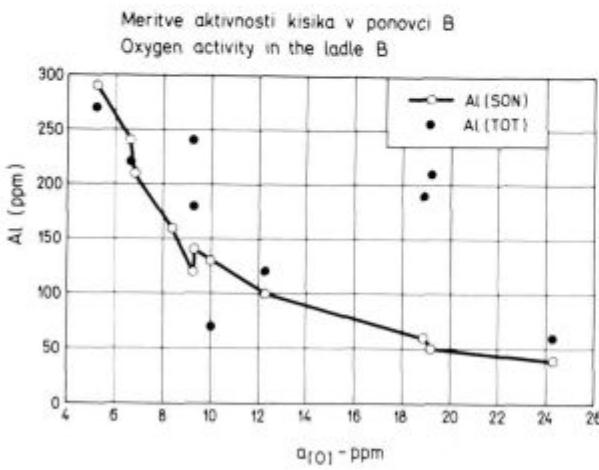
Fig. 5

Slag composition: Ladle A — slag from ladle A, Added — slag to ladle B, Ladle B — at the end of VAD treatment

### 3.2.1. Kontrola kisika v fazi obdelave taline

Analiza aktivnosti kisika v talini po obdelavi taline v vakuumu je pokazala, da je vsebnost kisika v celoti pod kontrolo vsebnosti Al v talini. Na sliki 6 se lepo vidi, da lahko na osnovi meritev kisika v talini dokaj natančno kontroliramo vsebnost aluminija.

Analiza kemične sestave žlindre je pokazala, da je aktivnost kisika v talini daleč od ravnotežja z žlindro, kar je pomembno za študij odžveplanja, kot se bo to pokazano v naslednjem poglavju.



Slika 6  
Odviznost vsebnosti Al(sonda) oz. Al(celotni) od aktivnosti kisika v talini

Fig. 6

Relationship between oxygen activity and Al as determined by EMF (Al son) and total Al content of melt in ladle B

### 3.2.2. Kontrola žvepla v fazi obdelave jekla

Kontrola žvepla postaja vse bolj pomembna zaradi dejstva, da se za številne kvalitete zahteva predpisana sestava žvepla. Vodenje procesa prenosa žvepla iz taline v žlindro ima torej ekonomski pomen, zato je napovedovanje končne vsebnosti žvepla pomembna naloga. Kinetiko odžveplanja lahko definiramo z enačbo:

$$\frac{dS}{dt} = -k_s(S - S_E) \quad \dots (2)$$

kjer pomeni:

$k_s$  — konstanta odžveplanja ( $\text{min}^{-1}$ )

$S$  — trenutna vsebnost žvepla v talini

$S_E$  — ravnotežna vsebnost žvepla (talina-žlindra)

Pri analizi kinetike prenosa žvepla smo vpeljali pojem »kapaciteta žvepla v žlindri« in jo označili z oznako:

$$C_{SS} = \frac{(\%S)}{\%S} \cdot (\% \text{FeO}) \quad \dots (3)$$

Za VAD-napravo smo uporabili kriterij prostih baz po Jacquemont<sup>4</sup>:

$$PB = (\text{CaO} + \text{MgO}) - (\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3), \quad \dots (4)$$

ki omogoča izpeljavo analitične funkcije za  $C_{SS}$ :

$$n = 11 \quad r^2 = 99$$

$$C_{SS} = \frac{(\%S)}{\%S} \cdot (\% \text{FeO}) = 0.99 \cdot \exp(0.1 \cdot PB) \quad \dots (5)$$

Naslednji korak je izpeljava algoritma za napoved ravnotežne vsebnosti žvepla:

1. Ladle A — Heat Nr. 75672, steel grade CK-45.
2. Added — CaO 200 kg, burned dolomite 150 kg (appr. composition).

3. Ladle B — slag composition in ladle B after reheating and before 5th sampling. Heat Nr. 75672, grade CK-45.

The composition of slag in degassing stage is very important since it directly influences the lining life in slag line.

Chemical composition of slag after reheating indicates that a major amount of aluminium added for deoxidation has reacted with oxygen. Therefore, it has been found in slag in the form of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

The content of other oxides in slag of ladle B is very low:  $\text{FeO}$  0.48 %,  $\text{MnO}$  0.12 %,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  0.05 %.

#### 3.2.1 Oxygen control

Analysis of the oxygen activity in the melt after degassing as seen from Fig. 6 clearly shows that the oxygen is controlled by the aluminium content of melt. It can be seen that the measurement of oxygen activity may be used for determination of the aluminium content of melt.

Based on chemical composition of the slag it can be concluded that the activity of oxygen in the melt is far from equilibrium with slag, which is important for the following study of desulphurization.

#### 3.2.2. Sulphur control

The control of sulphur is becoming more important because of an increasing number of grades with very precisely specified sulphur content. The control of sulfur transfer from melt to slag has therefore economic significance. Consequently, the prediction of final sulfur content is an important task.

Kinetics of desulphurizing can be defined by equation:

$$\frac{dS}{dt} = -k_s(S - S_E) \quad \dots (2)$$

where:

$k_s$  — kinetics constant for desulphurizing ( $\text{min}^{-1}$ )

$S$  — sulphur content of melt

$S_E$  — equilibrium sulphur content (slag-melt equil.)

In the analysis of kinetics of desulphurizing we have introduced the term "sulphur capacity of slag"  $C_{SS}$ :

$$C_{SS} = \frac{(\%S)}{\%S} \cdot (\% \text{FeO}) \quad \dots (3)$$

The criterion of free bases according to Jacquemont<sup>4</sup> has also been used for VAD:

$$PB = (\text{CaO} + \text{MgO}) - (\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3), \quad \dots (4)$$

which makes it possible to derive analytic function for  $C_{SS}$ :

$$n = 11 \quad r^2 = 99$$

$$C_{SS} = \frac{(\%S)}{\%S} \cdot (\% \text{FeO}) = 0.99 \cdot \exp(0.1 \cdot PB) \quad \dots (5)$$

Next step is derivation of the algorithm for prediction of the equilibrium sulphur content:

$$S_E = (S^0 + S_{2/10}) \cdot \left(1 + \frac{m_s}{m_i} \cdot \frac{C_{SS}}{\% \text{FeO}}\right)^{-1}, \quad \dots (6)$$

where:

$S^0$  — initial sulfur content

$S_{2/10}$  — sulphur brought by alloy and slag addition

$m_s$  — weight of slag (kg)

$m_i$  — weight of steel (kg)

$$S_E = (S^o + S_{a/10}) \cdot \left( 1 + \frac{m_s}{m_j} \cdot \frac{C_{SS}}{\% FeO} \right)^{-1}, \dots (6)$$

kjer pomeni:

$S^o$  — vsebnost žvepla v talini pred začetkom obdelave

$S_{a/10}$  — vsebnost žvepla, ki ga prinese žlindra in zlitine

$m_s$  — teža žlindre (kg)

$m_j$  — teža taline (kg)

Na osnovi enačb (2), (3) in (6) lahko izpeljemo končno enačbo za napoved žvepla; katere rezultate vidimo na sliki 7.

Na osnovi teh rezultatov lahko za izbrane pogoje (teža jekla, sestava žlindre, vsebnost FeO v žlindri) izračunamo potrebno količino žlindre, ki zagotavlja željeno vsebnost žvepla.

#### 4. ZAKLJUČKI

VAD- postopek predstavlja danes ključni tehnološki postopek za ekonomično in tehnološko dognano proizvodnjo kvalitetnih jekel. V kombinaciji z visoko produktivnimi talilnimi agregati (konvertor, UHP-EBT ali UHP-OBT) predstavlja idealno tehnološko linijo<sup>4</sup>.

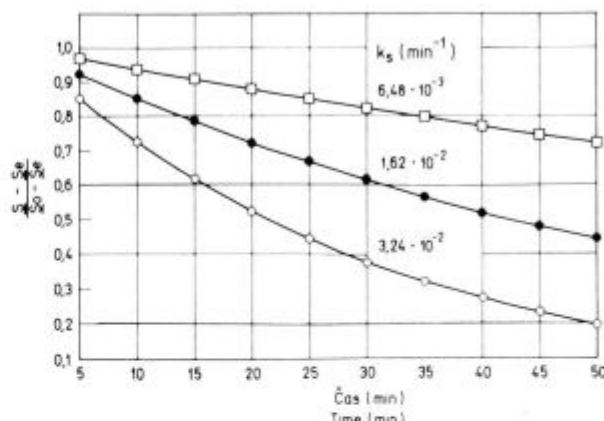
Toda, optimalne učinke je mogoče doseži le pri pravilni izbiri tehnoloških parametrov, pri čemer sta pomembna tako termični kot tudi metalurški model.

Ogrevanje taline mora biti izvedeno na najbolj ekonomičen način, zato je zelo pomembno poznavanje potrebne moči in časa ogrevanja, da bi se tako izognili večkratnim ponavljanjem ogrevanja in maks. izkoristili prednosti obločnega ogrevanja taline.

Zelo pomembna je pravilna izbira sestave žlindre, ki ima največji vpliv na obrabo obloge ponovce, s tem pa so direktno povezani proizvodni stroški.

Modeliranje posameznih tehnoloških faz se je pokazalo kot zelo uporabno orodje, ki omogoča poleg boljšega razumevanja procesa tudi zaokrožitev znanja v obliki uporabne programske opreme.

Na ta način postane lastno znanje uporaben know-how, kar je pogoj za procesno vodenje procesov.



Slika 7 Kinetika odstranjevanja žvepla v pogojih VAD-postopka

Fig. 7

Kinetics of desulphurizing in VAD treatment

Final equation the results of which can be seen in Fig. 7 is derived from (2), (3) and (6).

In this way the amount of slag required to obtain aimed sulphur content can be calculated for selected conditions (weight of melt, slag composition, FeO content of slag).

#### 4. CONCLUSIONS

VAD represents to day a key technologic process for economic and successful production of high grade steel. Combined with high productivity units such as convertor, UHP-EBT or UHP-OBT electric arc furnace it represents the ideal production line<sup>4</sup>.

However, optimum results can be achieved only by selection of proper technologic parameters. Therefore the thermal as well as metallurgical model are important.

Reheating of melt has to be carried out in the most economic way which means that the power and heating time required must be known in order to make maximum utilization of vacuum arc reheating and to eliminate the need for additional reheating.

The selection of proper slag is very important in respect to lining life and associated production costs.

The modelling of particular technologic stages is very useful tool for better understanding of the process and for the transformation of knowledge into useful application software. In this way the available knowledge becomes a useful know-how which is precondition for successful process control.

#### LITERATURA/REFERENCES

1. S. Petrovar, A. Rozman, A. Lesnik: Opis, zagon in tehnološki rezultati VAD naprave v jeklarni II., Železarne Ravne, Železarski zbornik, 18, 1984, 2, 45—49
2. B. Koroušić, A. Rozman, F. Tehovnik, A. Jagodic: Matematično modeliranje fizikalnih in kemičnih procesov v fazi obdelave jekla po VAD-procesu, Poročila Metalurškega inštituta v Ljubljani, decembra 1987, (I. del), decembra 1988 (II. del)
3. B. Koroušić, A. Rozman, F. Tehovnik: Metalurške i tehnološke mogućnosti izrade kvalitetnih čelika po postopku VAD, IV. Jugoslovensko savetovanje čeličanaca, Bled 1988
4. F. Wolfdietrich, W. Lascher, H. E. Wiemer: Functions of secondary i. tallurgy in the making of micro alloyd high-strength pipe steels with very low C, S, and N contents, Inter. Conf. Second. Metallurgy, Aachen 1987
1. S. Petrovar, A. Rozman, A. Lesnik: Commissioning and first results of VAD in steelworks 2 of Železarna Ravne. Železarski zbornik, 18, 1985, 2, 45—49.
2. B. Koroušić, A. Rozman, F. Tehovnik, A. Jagodic: Mathematical modelling of physical and chemical processes in VAD, Report of Metallurgical Institute, Ljubljana, December 1987 (Part 1), December 1988, (Part 2).
3. B. Koroušić, A. Rozman, F. Tehovnik: Metallurgical and technological potentials of VAD for the production of high grade steel, 4th Conference of Yugoslav Steelmakers, Bled 1988.
4. F. Wolfdietrich, W. Lascher, H. E. Wiemer: Functions of secondary metallurgy in the making of micro alloyed high strength pipe steels with very low C, S and N contents, Inter. Conf. Second Metallurgy, Aachen 1987.

# **Uporaba lastnih odpadnih surovin za vložek pri izdelavi jekla**

## **Utilization of Waste Materials in Steelmaking**

G. Todorović<sup>\*1</sup>, J. Lamut<sup>\*2</sup>, M. Tolar<sup>\*3</sup>, L. Šketa<sup>\*3</sup>, V. Rakovec<sup>\*3</sup>,  
G. Manojlović<sup>\*4</sup>, S. Kovačić<sup>\*5</sup>, J. Apat<sup>\*5</sup>

UDK: 669.187.002.68

ASM/SLA: A11c, B23, D5a

*Uporaba sekundarnih surovin je pomembna iz dveh razlogov, in sicer ekonomskega in ekološkega. Zato je potrebno organizirano pristopiti k zbiranju teh surovin, ker se jih v naših železarnah naredi mesečno tisoče ton (škaja, ostružki, odbruski, ...).*

*V tem članku bomo obdelali uporabo nekaterih sekundarnih surovin, ki nastajajo in se uporabljajo v talnih agregatih v slovenskih železarnah.*

### **UVOD**

Za sekundarne surovine je potrebno na mestu izvira preskrbeti ustrezne zabojuke in košare ter ločiti posamezne odpadke po kvaliteti in kemični sestavi, da bi jih ponovno vrnili v proizvodni proces. Potrebno je izkoristiti vse kovinske komponente, ki se nahajajo v sekundarnih surovinah, predvsem pa legirne elemente. Zelo važno je poznati, kolikšna je vsebnost legirnih elementov, da bi se določila točna sestava vložka, da ne bi bilo ob raztalitvi velike razlike med načrtovanimi in dejanski analizami.

Razdelitev odpadkov po skupinah je določena na osnovi vsebnosti posameznih in podobnih elementov ter združevanja tistih kvalitet, ki omogočajo maksimalno izkoriščanje posameznih elementov pri ponovni predelavi. Izredno je važno skladiščenje teh surovin, da ne bi prišlo do mešanja. Nepravilno izračunana sestava vložka vpliva ne samo na stroške proizvodnje, temveč tudi na zmanjšanje izkoristka, slabše produktivnosti in kvalitete ter povečanje zaloga jekla neustrezne kvalitete. Napačna kemična analiza pri raztopljanju vložka je povezana z materialnimi izgubami, ker se v takih primerih izdeluje jeklo slabše kvalitete.

V slovenskih železarnah se uporablja škaja dokaj redno kot vložek pri proizvodnji jekla v elektroobločnih pečeh (EOP).

Problem ostružkov je v glavnem rešen in vsaka železarna svoje same uporablja. Z uporabo odbruskov smo začetniki, čeprav se že uporabljajo v nekaterih železarnah. Poseben problem pa predstavljajo ostanki brusnih plošč, korund, emulzija in olje. Največji pomen bomo dali uporabi škaje kot vložek v elektroobločnih pečeh, ker se je že začela uspešno uporabljati.

\*<sup>1</sup> Gojko Todorović, dipl. ing. met., Metalurški inštitut Ljubljana, Lepi pot 11, 61000 Ljubljana

\*<sup>2</sup> FNT, VTOZD Montanistika, Ljubljana

\*<sup>3</sup> SŽ — Železarna Jesenice

\*<sup>4</sup> SŽ — Železarna Štore

\*<sup>5</sup> SŽ — Železarna Ravne

\*\* Originalno publicirano: ZZB 24(1990)1

\*\*\* Rokopis sprejet: november 1989

\*\*\*\* Prvič objavljen: ZZB 24(1990)1

*Utilization of secondary raw materials is important for two reasons, first for economic and second for ecologic reasons. Therefore, the collecting of thousands of tons of raw materials (mill waste, turning waste, grinding waste, ...) which are produced monthly in our iron and steel works should be properly organized.*

*The paper deals with the use of some secondary raw materials which are produced and utilized in melting furnaces of Slovenske železarne Iron and Steel Works.*

### **INTRODUCTION**

*The reclamation of secondary raw materials requires appropriate containers and baskets disposed at proper places, and sorting of waste material according to its quality and chemical composition. All metallic compounds of waste, especially those containing alloying elements should be recycled back into the production process. The knowing of exact composition and amount of alloyed waste material is very important for proper composition of metallic charge which should at melt down differ from the aimed composition as little as possible.*

*The classification of waste into several groups is based on the content of definite and similar elements and on the grouping of those grades which make it possible to obtain the highest yield of particular elements in subsequent recycling. Proper storage of these materials to prevent from mixing different groups is very important. Miscalculation of metallic charge composition influences not only production costs but results in lower yield, lower productivity and poorer quality as well as rise of steel stored due to improper specification. Improper chemical composition at melt down is associated with material loss because it ends in the production of lower grade steel.*

*Intense work on collecting waste materials started recently in Slovenske železarne with the aim of recycling in particular own shops or for sale to others. As regards machining waste (turnings) each ironworks uses its own waste. The use of waste from grinding is yet at the very beginning. Special problem are used out grindstones, corundum, oils and emulsions. The use of mill waste is emphasized, since it has already been successfully used as a part of metallic charge for electric arc furnaces.*

### **GENERATION OF MILL WASTE AND ITS PHYSICAL-CHEMICAL PROPERTIES**

*Heating of steel before hot working proceeds in atmospheres composed of different gases which more or less intensely react with solid steel surface resulting*



## NASTANEK ŠKAJE IN NJENE FIZIKALNO-KEMIČNE LASTNOSTI

Segrevanje in žarjenje jekla pred vročim preoblikovanjem poteka praviloma v atmosferah, ki intenzivno reagirajo s površino trdega jekla. Kot produkt teh reakcij je škaja, ki je stalen spremjevalec jekla med procesom preoblikovanja. Nastanek škaje je odvisen od mnogih dejavnikov, od katerih so najbolj pomembni: sestava jekla, temperatura in čas žarjenja. Škaja nastaja pred toplotno predelavo na površini jekla pri visokih temperaturah in med obdelavo. Oksidni sloj, ki nastane z oksidacijo železa v zračni atmosferi, je sestavljen iz treh plasti. Od kovine navzven je najprej plast wüstita, nato plast magnetita in na vrhu plast hematita. Razmerje debelin teh slojev<sup>1</sup> je v pogojih idealne oksidacije 95:4:1. Običajno pa tega razmerja ne dosežemo zaradi vpliva napak v oksidnem sloju in na meji kovina-škaja, vendar se mu valjarniška škaja precej približa. Pri mnogih jeklih pri standardni tehnologiji ogrevanja nastane škaja, ki pri valjanju odpade le delno s površine ali pa sploh ne. Tesno oprijeta površina škaje je vzrok velikemu izmečku ali pa močno zniža vrednost končnih polizdelkov.

Oprjemljivost škaje je najmanjša pri ogljikovih jeklih, ne gede na to, pri katerih temperaturah in v kakšni atmosferi so žarjena. Pri jeklih, ki so legirana s silicijem, se škaja mnogo bolj drži kovinske površine. Škaja je pri teh jeklih dvoplastna in ima pomembno vlogo pri njeni porošitvi. Podobna je škaja pri jeklih, legiranih z nikljem in kromom. Pri jeklih, ki so legirana s samim kromom do približno 1%, škaja bolj odpada kot pri jeklih, legiranih z 1 do 2% Cr in Ni. Pri višjih koncentracijah kroma (do 14%) je spet prisotna dvoplastna škaja in se trdno drži kovinske osnove. Ne glede na to, kakšno je jeklo in

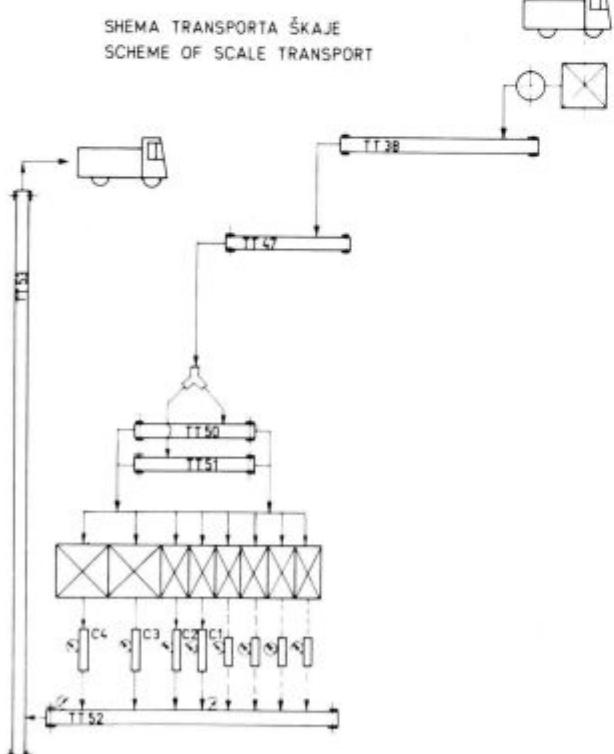
in the formation of scale the presence of which is therefore inevitable in hot working. The generation of scale depends on a number of factors. The most important are the composition and temperature of steel and the time of heating. Scale is formed on steel surface before and during hot working at high temperatures. The oxide formed on steel surface by the oxidation of iron in air is composed of three layers. From metal to outward there is first a layer of wüstite followed by magnetite layer and finally there is a top hematite layer. The thickness ratio to these layers (1) in ideal oxidation conditions is 95:4:1, respectively. Usually this ratio can not be achieved due to defects in oxide layer and on metal/oxide interface however, it almost holds for mill waste. Standard heating of many steels results in the formation of oxide layer which during rolling does not or only partly breaks off the steel surface. Strong adhesion of scale to steel surface is cause for high cast off or decrease in value of finished semi products. The lowest scale adhesion is observed in carbon steels irrespective of heating temperature and atmosphere. In silicon alloyed steels the bond between scale and metal surface is much stronger. Scale on these steels has two layers which have a significant role in their break off. Nickel and chromium alloyed steels have similar scale. Scale on steel alloyed up to 1% chromium only breaks off more easily than on steel alloyed with 1–2% Cr and Ni. At higher chromium content (up to 14% Cr) two-layer scale strongly adhered to steel surface appears again. Irrespective of steel grade and its alloy content the thickness of scale layer decreases with increasing temperature and oxygen potential of flue gases (2). The composition of flue gas and heating temperature has a much stronger influence on scaling rate of carbon steel as compared to alloyed steel.

The amount and quality of scale in Slovenske železarne works depend naturally on the steel grades produced. The mill waste is collected in bins and transported by the use of containers to waste storage. The transport is mainly mechanized. The waste contains also water and oil depending on steel processing technology. Waste materials of different composition grades are often mixed because of different steel. The relation between chemical composition of steel and its scale can be seen in Table 1 and 2.

Mill waste in Železarna Jesenice is not sorted according to quality. It is collected into baskets and containers and then transported by trucks to dosage bins as seen in Fig. 1. Therefrom it is transported to steelworks where it is used as addition to metallic charge.

**Table 1:** Chemical composition of scale from different steel grades

Wt. %	Scale grade			
	CK45	VC Mo 140	Utop Mo 1	OCR 12
C	0.16	0.005	0.010	0.014
Si	0.42	0.17	0.41	0.20
Mn	0.45	0.48	0.28	0.34
P	0.015	0.012	0.024	0.011
S	0.018	0.004	0.007	0.011
H <sub>2</sub> O	0.08	0.06	0.05	0.045
Cr	0.27	0.54	1.76	8.5
Mo	0.03	0.09	0.33	0.08
FeO	61.7	37.3	47.2	25.6
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36.5	61.0	48.5	55.8
Fe <sub>mat</sub>	0.36	0.46	0.93	0.63
V	—	—	0.12	0.06



**Slika 1**

Transportne poti škaje v železarni Jesenice

**Fig. 1**

Mill waste transport at Železarna Jesenice.

kolikšne so v njem koncentracije legirnih elementov, pada debelina škaje s temperaturo žarjenja in s kisikovim potencialom dimnih plinov<sup>2</sup>. Sestava dimnih plinov in temperatura žarjenja najmočneje vplivata na hitrost škanjanja ogljikovih jekel, mnogo manj pa so te spremembe očitne pri legiranih jeklih.

V slovenskih železarnah se izdelujejo različne kvalitete jekel in je zaradi tega različna tudi količina in kvaliteta škaje. Škaja se zbira v zbiralniku in s pomočjo kontejnerjev odvaža na skladišča. V škaji je prisotna voda ali pa maščoba, kar je odvisno od tehnološkega postopka predelave jekla. V glavnem je mehaniziran transport do zabojušnikov oziroma zbiralnikov. Večkrat nastane mešanica, ki po svoji kemični sestavi ne spada skupaj, ker se zbera iz različnih kvalitet jekel. Da bi imeli čim boljši vpogled v kvaliteto škaje, ki nastaja iz različnih vrst jekel, bomo prikazali v tabeli 1 in 2 kemično analizo jekel in ustrezne škaje.

**Tabela 1:** Kemična analiza škaje različnih kvalitet jekel

Kemijski element ali spojina v ut. %	Kvaliteta škaje			
	CK 45	VC Mo 140	Utop Mo 1	OCR 12
C	0,16	0,005	0,010	0,014
Si	0,42	0,17	0,41	0,20
Mn	0,45	0,48	0,28	0,34
P	0,015	0,012	0,024	0,011
S	0,018	0,004	0,007	0,011
H <sub>2</sub> O	0,08	0,06	0,05	0,045
Cr	0,27	0,54	1,76	8,5
Mo	0,03	0,09	0,33	0,08
FeO	61,7	37,3	47,2	25,6
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36,5	61,0	48,5	55,8
Fekov	0,36	0,46	0,93	0,63
V	—	—	0,12	0,06

**Tabela 2:** Kemična analiza jekel, iz katerih je vzeta škaja

Kemijski element v ut. %	Kvaliteta jekel			
	CK 45	VC Mo 140	Utop Mo 1	OCR 12
C	0,39	0,40	0,39	2,06
S	0,007	0,030	0,015	0,027
Si	0,19	0,27	1,06	0,29
Cr	0,29	1,10	5,00	11,46
Ni	0,17	0,30	0,27	0,16
Cu	0,18	0,30	0,22	0,11
Mn	0,58	0,70	0,39	0,47
Mo	0,05	0,18	1,27	0,09
P	0,015	0,035	0,024	0,019
Al	0,004	0,020	0,014	0,06
V	—	—	0,29	—

Škaja železarne Jesenice se ne loči po kvaliteti na mestu nastanka, temveč se zbira v zbiralniku in potem v zabojušniku ter se s tovornjakom odvaža na dozerske bunkerje (slika 1). Po potrebi se odvaža iz bunkerjev z zabojušniki oziroma tovornjaki za vložek v jeklarno. Škaja vsebuje okrog 28 % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in 57 % FeO. Važno je poudariti, da škaja vsebuje približno 6 % vlage, ki ne dela nobenih problemov pri zakladanju v EOP. Točka sintranja znaša 1020°C, mehčanja 1400°C in taljenja 1550°C ter nasipna teža 2,8 t/m<sup>3</sup>. Škaja v železarni Štore vsebuje približno 40 % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in 53 % FeO in neznatne količine drugih elementov, tako da se lahko uporablja kot vložek v EOP. V železarni Ravne je potrebno ločiti škajo na mestu nastanka tako, da bi se lahko uporabljala kot vložek v jeklarskih pečeh. V slovenskih železarnah letno nastane približno 24.000 ton škaje.

**Tabela 2:** Chemical Composition of Steel

Wt. %	Steel grade			
	CK45	VC Mo 140	Utop Mo 1	OCR 12
C	0,39	0,40	0,39	2,06
S	0,007	0,030	0,015	0,027
Si	0,19	0,27	1,06	0,29
Cr	0,29	1,10	5,00	11,46
Ni	0,17	0,30	0,27	0,16
Cu	0,18	0,30	0,22	0,11
Mn	0,58	0,70	0,39	0,47
Mo	0,05	0,18	1,27	0,09
P	0,015	0,035	0,024	0,019
Al	0,004	0,020	0,014	0,06
V	—	—	0,29	—

The waste contains 28 % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and 57 % FeO. It should be emphasized that the waste contains approx. 6 % of moisture which does not cause any problems in charging of EA furnaces. Sintering, softening and melting point of the waste is 1020, 1400 and 1550°C, respectively. The volume weight is 2.8 t/m<sup>3</sup>. In Štore Ironworks the waste contains 40 % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and 53 % FeO beside small amounts of other compounds so it can be used as addition to EAF charge. In Ravne Ironworks the waste should be sorted according to grade if it is to be used for the charge of EAF. Slovenske železarne produce about 25 kt/year of mill waste.

#### UTILIZATION OF MILL WASTE

The use of scale in steelmaking requires its sorting along the whole line from its source, storage, raw material preparation to EA furnace. The scale can be sorted according to chemical composition into alloyed and non-alloyed scale. Alloyed waste is then divided into groups on the basis of quality and alloying elements. The sorted waste must be stored in suitable baskets and containers which are transported to storage terminals.

When using alloyed waste the possibilities for the best utilization of all alloying elements should be considered. First of all the exact amount and composition of alloyed waste should be known. Sorting and storage errors are harmful for production costs and steelmaking technology. The sorting is based on such kind and contents of alloying elements in order to obtain the best recovery of definite alloying element in further processing. Proper reclamation of secondary raw materials is important for the best utilization of expensive materials, ensuring the uniform and high quality level of steel grade and maintaining sound environment. Among problems associated with the use of mill waste for charge of melting furnaces is decline from the planned melt-down composition which results in higher production costs in steelworks and rolling mills because of a rise in stored amount of steel of improper grade. The efficient control of the contents of alloying elements can strongly decrease deviations between the actual and planned chemical composition of the melt and increase the economy of the production of alloyed steel.

Mill waste is added to the charge of melting furnaces as iron and oxygen bearing compound to promote the oxidation in melting stage, and formation of foaming slag after the melt-down. Mill waste brings mainly Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and FeO which exert favorable influence on dephosphorization which proceeds in an oxidative atmosphere and at appropriate temperature. The results of research (3) have shown that dephosphorization with addition of mill

## UPORABA ŠKAJE

Da bi škajo lahko uporabili v procesu proizvodnje jekla, je potrebno njeno ločevanje pri samem izviru, potem pri skladiščenju, pri pripravi vložka in v celotni verigi od nastanka do uporabe v EOP. Škajo lahko ločimo po kemični sestavi, in sicer na legirano in nelegirano. Legirano škajo pa ločimo na osnovi legiranih elementov po skupinah in kvaliteti. Tako ločeno škajo je potrebno skladiščiti v ustrezne košare in zabojnike, ki jih transportiramo v za to določena skladiščna mesta.

Pri uporabi legirne škaje bo treba poiskati možnosti čim boljše uporabe vseh prisotnih legirnih elementov. Zato je zelo pomembno, da poznamo njeno količino in kemično analizo. Napake pri skladiščenju bi bile celo škodljive za ekonomijo in tehnologijo izdelave jekla. Razdelitev po skupinah in kvaliteti poteka na osnovi vsebnosti posameznih elementov in združevanja tistih kvalitet, ki omogočajo maksimalno izkorisčanje teh elementov pri ponovni predelavi. V slovenskih železarnah letno nastane približno 24000 ton škaje. Če legirne elemente dodamo s škajo, potem bomo rabili manj ferozlitin. Eden od glavnih problemov pri uporabi škaje v talinah agregatih je odstopanje sestave jekla ob raztalitvi, kar vpliva na povečanje stroškov proizvodnje v jeklarni in valjarni zaradi kopičenja zalog jekla neustreznih kvalitet. Z učinkovito kontrolo vsebnosti legirnih elementov je možno znižati razlike med načrtovanimi in dejanskimi vsebnostmi legirnih elementov v talini in dvigniti ekonomičnost proizvodnje legiranih jekel.

Škaja se dodaja v talilne aggregate kot nosilec železa in kisika za potek oksidacijskih reakcij v fazi taljenja in vtorbo peneče žlindre po raztalitvi vložka. S škajo prinašamo v vložek v glavnem  $Fe_2O_3$  in  $FeO$ , kar zelo ugodno vpliva na razfosforenje taline, saj poteka v oksidativni atmosferi in pri ustrezni temperaturi. Rezultati raziskav<sup>3</sup> so pokazali, da je razfosforenje taline boljše pri dodatku škaje kot rude, saj je koeficient porazdelitve fosforja med žlindro in talino pri dodatku apna 4,83, škaje 19,54 in rude 11,42. Železov oksid iz škaje pospešuje razapljanje  $CaO$  v žlindri. Na ta način dobimo tekočo aktivno žlindro z že vsebovanim  $FeO$ . Razfosforenje poteka med taljenjem vložka oziroma njegovi raztalitvi. Izkoristek železa pri šaržah je glede na vrsto dodatka najboljši pri šaržah z dodatkom škaje. Pri teh šaržah je oksidirano manj železa iz taline v žlindro. To je zaradi tega, ker je dodatek škaje prinesel potrebno količino  $FeO$  in s tem je zmanjšan  $FeO$ , ki je dobljen z oksidacijo železa iz vložka. V železarnah Jesenice in Štore se redno uporablja škaja za razfosforenje, razen pri izdelavi kromovih jekel, ker bi se krom oksidiral oziroma povečal se bi njegov prehod iz taline v žlindro. Kisik iz škaje povzroča oksidacijo fosforja in silicija na fazni meji žlindra-talina in je zato potrebno zmanjšati vpihanje kisika za ustrezno vrednost.

Škaja se zelo uspešno uporablja za desiliciranje sive litine. Za zagotovitev taline z nizkim odstotkom silicija moramo imeti ustrezno sestavo žlindre. Za oksidacijo silicija iz taline rabimo kisik, ki ga veže v  $SiO_2$  in tako prehaja v žlindro, kjer se veže s  $CaO$  in železove okside. Železovi oksidi  $Fe_2O_3$  in  $FeO$  iz škaje služijo kot oksidanti, tako da namesto čistih komponent sistema  $CaO-FeO-CaF_2$  uporabljamo škajo za desiliciranje. Rezultati desiliciranja sive litine s škajo so dali izredno dobre rezultate<sup>4</sup> in je že v praktični uporabi.

Škaja se lahko uporablja kot dodatek pri sintranju železovih rud. V času obratovanja plavžev na Jesenicah in Štorah se je vsa količina škaje uporabljala kot dodatek v mešanico za sintranje. To je zelo koristna surovina, saj

waste is better than with the ore addition. Distribution coefficient of phosphorous ( $P\%$  in slag/ $\%P$  in metal ratio) at the addition of lime, mill scale and iron ore was 4.83, 19.54 and 11.42, respectively. Iron oxides in scale promotes dissolving of  $CaO$  in slag. Consequently, active and fluid slag with a high content of  $FeO$  is obtained. Dephosphorization proceeds during the melting already. The highest recovery of iron was observed in heats made by the addition of mill scale since a lower amount of iron from the charge was oxidized into slag. The addition of mill scale to EAF charge is regularly practised for dephosphorization in ironworks Jesenice and Štore except for the production of stainless steel when the added scale would cause a higher chromium loss. The mill scale in the amount of 2–3 % of metal charge is added in the second basket when charging EAF.

The mill waste has been very successfully used for desilicizing of gray cast iron. Appropriate slag must be used to obtain melt with a low silicon content. Oxygen is required to oxidize the silicon to  $SiO_2$  which associates with  $CaO$  and iron oxides in slag.  $Fe_2O_3$  and  $FeO$  from scale serve as oxidizing means, therefore the scale can be used instead of pure compounds of  $CaO-FeO-CaF_2$  slag system for desilicizing. Since very good results (4) were obtained in desilicizing of gray cast iron with mill scale it has been introduced into practice.

Mill waste can be used as an addition in the sintering of iron ores. Until the shutdown of blast furnaces in Jesenice and Štore ironworks all mill waste had been regularly used as addition to sintering mixture. It was very useful since it resulted in a higher strength and iron content of sinter. Mill waste additions of 5–7 % to sintering mixture have been used in ironworks which still produce pig iron.

## UTILIZATION OF TURNINGS

Turnings are produced by machining in mechanical shops processing steel. Turnings are composed of metallic particles of different size and shape. Chemical composition of turnings depends on the kind of material machined. Turnings can be recycled by adding to metal charge in steelmaking furnaces however, certain difficulties due to alloy content, proper collecting and volume weight have to be overcome. A low volume weight is particularly characteristic for turnings obtained from low carbon steel. The utilization of turnings requires appropriate collecting and grouping according to chemical composition. Turnings of low volume weight can be grinded and pressed into briquettes for the charge of electric arc furnace. Before pressing turnings which often contain oil must be cleaned by the use of detergent or by roasting at 560°C. Authors (5) hold that cleansing from oil is not necessary because oil and fats burn and produce additional thermal energy improving the heat balance of EAF. An investigation showed that addition of turnings containing oil to the charge of EAF producing bearing steel resulted in 9.4 % reduction of energy consumed per ton of crude steel. However, it should be noted that oils and fats evaporate at higher temperatures which can result in an explosive gaseous mixture.

High grade turnings and similar waste can be remelted in induction furnaces and foundries at times of free capacity (6). The blocks produced in this way of known and uniform composition are used in the production of alloyed steel. Remelting of turnings in an induction furnace can exert favorable influence on electrical

je povečevala trdnost in vsebnost železa v sintru. V želzarnah, kjer še proizvajajo gredelj, uporabljajo škajo pri izdelavi sintra, in sicer v količinah med 5 in 7 %.

## UPORABA OSTRUŽKOV

Pri mehanski obdelavi jekla nastaja jekleni odpadek, ki ga imenujemo ostružki. Sestavljeni so iz kovinskih delcev različne oblike in velikosti. Kemična analiza ostružkov je različna, saj je odvisna od vrste materiala, ki se obdeluje. Ostružki predstavljajo povratni material, ki ga lahko uporabimo kot dodatek vložku pri proizvodnji jekla, vendar se pojavljajo določene težave, in sicer glede stopnje legiranosti, pravilnega združevanja in voluminoznosti, ki je zlasti izrazita pri ostružkih, nastalih iz mehkejših vrst jekel. Da bi sploh lahko uporabili ostružke, jih je obvezno ločiti po posameznih vrstah ali skupinah, odvisno od kemične sestave obdelanega jekla. Voluminozne ostružke lahko drobimo in nato briketiramo ter kot brikete zalačamo v EOP. Pred briketiranjem drobnih ali predhodno zdrobljenih ostružkov jih je potrebno razmasti, če vsebujejo maščobo. Ta postopek se lahko izvrši z detergenti ali pa s sežigom pri približno 560°C. Nekateri avtorji<sup>5</sup> trdijo, da ni potrebno razmaščevanje, ker olja in maščobe zgorevajo in pri tem nastaja določena količina topote, kar zelo ugodno vpliva na porabo energije. Rezultati raziskav so pokazali, da se pri proizvodnji jekla za kroglične ležaje iz vložka, kjer so bili dodajani ostružki, ki so vsebovali maščobe, pridobi okrog 9,4 % celotne potrebne energije za pridobivanje ene tone jekla. Vendar je potrebno opozoriti, da se maščobe in olja vplinijo ter pri določenih pogojih nastaja eksplozivna zmes.

Možno je pretaljevanje visokovrednih ostružkov in pomešanih odpadkov v indukcijskih pečeh ali v livenah, ko so proste kapacitete<sup>6</sup>. Iz taline se naredijo odlitki znanе kemične sestave, ki jih lahko dodajamo kot vložek za proizvodnjo legiranih jekel. Pretaljevanje ostružkov v indukcijski peči lahko pozitivno vpliva na elektro prevodnost vložka v času taljenja in s tem na skupni čas izdelave taline. V času zakladanja kosovnega kovinskega vložka, kakor tudi v času taljenja, je potrebno medprostore zapolniti z dodatkom ostružkov. Ostružke lahko dodajamo tudi na površino taline, samo s pogojem, da je v nivoju indukcijskega segrevanja.

V slovenskih želzarnah se ostružki v glavnem uporabljajo kot vložek v taliniških agregatih. Vendar je potrebno pri predelovalcih legiranih jekel narediti razdelitev ostružkov po skupinah<sup>7</sup> na osnovi kemične analize že na mestu nastanka in v skladišču.

## UPORABA ODBRUSKOV

Obruski nastajajo pri brušenju jekla in je njihova kemična sestava odvisna od vrste in kvalitete jekla. V glavnem nastajajo tri frakcije odbruskov, in sicer prva, ki pada v zaboju pod brusilnim strojem in je praktično čista kovinska substanca, ostali dve frakciji se zbirata v multiciklonih odprševalne naprave in vsebujejo fini prah, odpadke brusilnih plošč in neznotne količine korunda. Nekatere druge vrste odbruskov vsebujejo tudi maščobe in emulzije. Prva frakcija odbruskov se že uporablja kot vložek za proizvodnjo jekla, vendar se morajo ločiti po kemični sestavi, kot pri škaji in odstružkih. Ostali dve frakciji, ki vsebujejo ostanke brusilnih plošč, korund, olja in emulzije, predstavljata določene težave pri uporabi. Zato bi bilo potrebno izvršiti razmaščenje in potem magnetno separacijo. Tako očiščeni odbruski se briketirajo ali peletirajo.

V slovenskih želzarnah nastane letno približno 10.000 ton in so se že začeli uporabljati kot vložek za

conductivity of charge during melting which results in a reduction of time required for melt-down. When charging and during melting empty interspaces should be filled by turnings. Turnings can also be added to the melt surface if it is on the level of induction heating.

Turnings have been used in Slovenske želzarni only as addition to the charge of melting furnaces. However, in steelworks which produce alloyed steel, turnings should be properly grouped (7) on the basis of chemical composition on the site of source as well as in storage.

## UTILIZATION OF GRINDING WASTE

Chemical composition of grinding waste depends on the sort and grade of ground steel. There are three fractions of grinding waste. The first is collected in the box placed immediately under grinding wheel. It is practically pure metal. Other two fractions are obtained in dedusting cyclones and contain fine powder, fine particles of worn-out grinding wheels and a slight amount of corundum. Grinding waste sometimes contains oil and emulsions. The first fraction has already been used for the charge of steelmaking furnaces. It must be grouped on the basis of chemical composition similarly as mill waste and turnings. The use of the latter two fractions causes difficulties. They must be cleansed from oil and emulsion and subjected to magnetic separation. Afterwards the material can be pressed into briquettes or pelletized.

There are 10000 ton per year of grinding waste in Slovenske želzarni. Its utilization as charge addition in steelmaking furnaces has already started. The results obtained are encouraging, therefore relevant investigation should be continued.

## CONCLUSIONS

In Slovenske želzarni thousands of tons of iron bearing waste are produced annually. This secondary raw material can be successfully utilized as addition to the charge for steelmaking furnaces. Basic condition for its usage in melting furnaces is its proper classification into several grade groups on the site of its source. The reclamation of waste is important from economic as well as from ecologic viewpoint.

Mill waste has been very successfully used instead of iron ore for charge of electric arc furnace. It brings  $Fe_2O_3$  and  $FeO$  which have very favorable influence on dephosphorization of melt. The iron oxides promote dissolving of  $CaO$  in slag which results in the formation of active and fluid slag. Mill waste has also been used for desiliconizing of gray cast iron instead of synthetic mixtures of different oxides and as an addition to the sintering mixture in sintering of iron ores.

Turnings from machining have already been used for the charge of various melting furnaces despite difficulties arising from sorting and grouping on the site of source and in storage.

There are three fractions of grinding waste produced when grinding steel. Coarse fraction is purely metallic and has already been used in steelmaking. Two other fractions composed of fine iron powder, corundum and powdered particles of worn-out grinding wheels have not yet been utilized.

Grinding waste containing oil and emulsion are not used either. However, investigation is being continued to obtain pure metallic material which could be subsequently pelletized or pressed into usable briquettes.

proizvodnjo jekla. Rezultati so zelo vzpodbudni, tako da bo z raziskavami treba nadaljevati.

## ZAKLJUČKI

V slovenskih železarnah nastane letno približno 24000 ton škaje, 7000 ton odstružkov in 10000 ton odbruskov. Osnovni pogoj, da se lahko uporabijo v talinah agregatih, je ta, da jih je potrebno razdeliti že na izviru nastanka po skupinah na osnovi posameznih in podobnih elementov. Njihova predelava je pomembna iz dveh razlogov, in sicer ekonomskega in ekološkega.

Škaja se zelo uspešno uporablja kot vložek v elektroobločni peči namesto rude. Prinaša s seboj železove okside  $Fe_2O_3$  in  $FeO$ , kar zelo ugodno vpliva na razfosforenje taline. Železov oksid iz škaje pomaga tudi raztopljanju  $CaO$  v žlindri, tako da se dobi tekoča aktivna žlindra. Uporablja se tudi za desiliciranje sive litine namesto sintetičnih mešanic različnih oksidov in kot dodatek v mešanico za sintranje železovih rud.

Ostružki se že uporabljajo kot vložek v različnih talinah agregatih, čeprav so težave pri ločevanju na mestu nastanka in v skladišču.

Pri brušenju jekel nastajajo tri frakcije odbruskov. Groba frakcija, ki je praktično čista kovina, se že uporablja pri proizvodnji jekla, toda ostali dve drobni frakciji, ki sta sestavljeni iz finega železovega prahu, korunda in ostankov brusnih plošč, se ne uporabljata.

Nekateri odbruski vsebujejo tudi olja in emulzije in se tudi ne uporabljajo, vendar se raziskave na tem področju nadaljujejo, da bi se dobila čista kovinska substanca, ki bi se potem briketirala ali peletirala.

## LITERATURA/REFERENCES

1. J. P. Morgan, D. J. Shellenberg: Hot Band Pickle-Patch: Its Cause and Elimination, *Journal of Metals*, 1965, 1121—1125
2. L. Kosec: Škajanje jekel in oprjemljivost škaje, Poročilo Metalurškega inštituta, Ljubljana, 1974
3. N. Smajč, J. Arh, B. Arh: Razfosforenje v električni obločni peči, Poročilo Metalurškega inštituta, Ljubljana, 1987
4. L. Lamut, F. Mlakar, V. Tucić: Znižanje silicija v talini za trde valje, Poročilo FNT, VTOZD Montanistika, Odsek za metalurgijo, Ljubljana, 1984
5. D. Ameling, R. Baum, S. Köhle, H. W. Kreutzer: Entwicklungsrichtungen bei der Stahlerzeugung in Lichtbogenöfen, *Stahl und Eisen*, 1981, 4, 27—37
6. J. Agst: Dritte Duisburger Recycling-Tage, 1988, 177—206
7. G. Todorović, J. Lamut, V. Rakovec, G. Manojlović, S. Kovacić, J. Apat: Uporaba lastnih odpadnih surovin za vložek pri izdelavi jekla, Poročilo Metalurškega inštituta, Ljubljana, 1988
1. J. P. Morgan, D. J. Shellenberg: Hot Band Pickle-Patch: Its Cause and Elimination, *Journal of Metals*, October 1965, 1121—1125.
2. L. Kosec: Scaling of Steel and Scale Adherence to Steel Surface, *Report of Metallurgical Institute*, Ljubljana, 1974.
3. N. Smajč, J. Arh, B. Arh: Dephosphorization in Electric Arc Furnace, *Report of Metallurgical Institute*, Ljubljana, 1987.
4. L. Lamut, F. Mlakar, V. Tucić: Desiliconizing of Iron Melt for Hard Rolls, *Report of FNT, VTOZD Montanistika, Department for Metallurgy*, Ljubljana, 1984.
5. D. Ameling, R. Baum, S. Kohle and H. W. Kreutzer: Entwicklungsrichtungen bei der Stahlerzeugung in Lichtbogenöfen, *Stahl und Eisen*, 1981, 4, 27—37.
6. J. Agst: Dritte Duisburger Recycling-Tage, 1988, 177—206.
7. G. Todorović, J. Lamut, V. Rakovec, G. Manojlović, S. Kovacić, J. Apat: The Usage of Own Waste Material in Steel-making, *Report of Metallurgical Institute*, Ljubljana, 1988.

# Vključki v proizvodni liniji bram, kvalitete Al 99,0

## On Inclusions in Al 99.0 Grade Slab Ingot Production Line

B. Breskvar<sup>1</sup>, M. Pustovšek<sup>2</sup>, M. Jakupovič<sup>3</sup>, B. Čeh<sup>2</sup>

UDK: 669.71-412:620.192.45

ASM/SLA: A1a, 5—59, 9—69

*Absolutna vsebnost vključkov v aluminiju je večkrat manjša kot v jeklu, vendar pogosto že nekaj vključkov na enoto prostornine lahko poslabša kvaliteto aluminija. Količina, velikost in kvaliteta vključkov pa opredeljujejo njihovo vplivnost in omogočajo ustrezna ukrepanja za njihovo zmanjšanje.*

### 1. UVOD

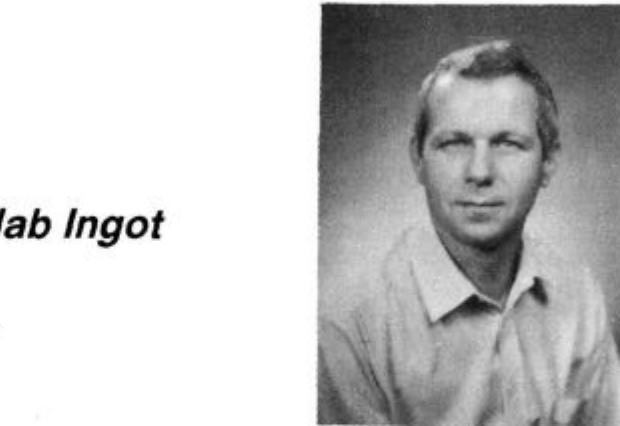
Kvaliteta aluminija in aluminijskih zlitin je poleg kemične sestave in mehanskih lastnosti odvisna tudi od vsebnosti vključkov, ki so kovinskega in nekovinskega porekla, ter od vsebnosti vodika.

Sistematične preiskave<sup>1</sup> izvora in količine vključkov v procesu proizvodnje aluminija, ki so bile izvršene v TGA — Kidričevo, so že pred leti opredelile kvalitativno in kvantitativno kontaminacijo aluminija v posameznih fazah proizvodnih procesov. Novejši proizvodni postopki in kvalitetne zahteve, ki so se bistveno spremenile, pa so bile povod za ponovne raziskave vključkov v aluminiju. Poudarek našega dela je na nekovinskih vključkih, ki smo jih opazovali v okviru obširnega dela<sup>2</sup>, predstavljamo pa delo in rezultate spremeljanja vključkov v posameznih fazah proizvodnje, od elektrolize do polproizvoda.

### 2. IZHODIŠČA IN CILJI

Nekovinski vključki (v nadaljevanju teksta vključki) so nujna, vendar neželjena posledica proizvodnih procesov in nastajajo (oksidacija) ali pa jih vnašamo (elektrolizni procesi, dodatki, atmosfera, obloge peći, loncet in žlebov) v talino od elektrolize do ulitega polproizvoda. Pri danih oziroma razpoložljivih tehnoloških možnostih ter postopkih sta količina in velikost vključkov odvisni predvsem od dosledne izvedbe vseh tehnoloških normativov v procesih proizvodnje. Zaradi tega smo namenoma analizirali kvantiteto in kvaliteto vključkov pri ustaljenih tehnoloških parametrih in izvedbah, ne da bi pri spremeljanju in odvzemanju vzorcev kakorkoli vplivali na procese.

V svetu so za določevanje vključkov v aluminiju razvili več metod, vse so specifične in zahtevajo posebno opremo oziroma razvito metodologijo. Njihov cilj je čim enostavnnejša in hitra določitev količine, sestave in velikosti vključkov v znani količini kovine.



*Absolute amount of nonmetallic inclusions in aluminium is often lower than in steel, however, a few inclusions per unit of volume can already impair the quality of aluminium. The amount, size and sort of inclusions determine theirs influence as well as the measures to be taken against them.*

### 1. INTRODUCTION

*Besides the chemical composition and mechanical properties, the amount of inclusions (metallic, nonmetallic and gas — hydrogen) also influences the quality of aluminium and its alloys.*

*Systematic investigations (1) of sources and amount of inclusions in aluminium production line carried out a couple of years ago in TGA Kidričevo resulted in qualitative and quantitative determination of the contamination of aluminium in particular production stages. Newer production processes and quality demands, which have undergone essential changes made it necessary to investigate inclusions in aluminium once again. The main object of our extensive work (2) were nonmetallic inclusions. The present report gives description of the work and results of investigation of inclusions in aluminium in particular production stages from electrolysis to semi products.*

### 2. WORKING HYPOTHESES AND AIMS OF INVESTIGATION

*Nonmetallic inclusions are unavoidable and undesired consequence of production processes. The inclusions are generated or introduced in aluminium (through oxidation, electrolysis, additions, atmosphere, refractory lining) from electrolysis to cast semi product. The amount and size of inclusions for a given technology and available technical facilities depend mainly on strict obedience of all prescribed technological procedures.*

*Therefore, the qualitative and quantitative analysis of inclusions was carried out during the time of normal production i.e. at standard production conditions without any special or provisional measures for sampling in order to prevent from interfering with routine production process.*

*Several methods have been developed for determination of inclusions in aluminium. All the methods are specific and require special equipment and a specially developed technique. The ultimate aim of all these methods is to determine the amount, composition and size of inclusions in a known weight of aluminium as quick and simple as possible.*

*The separation of inclusions is performed by centrifugation (5) or filtering (6) of remelted samples or by*

<sup>1</sup> Bojan Breskvar, dipl. ing. met., SŽ — Metalurški inštitut Ljubljana, Lepi pot 11, 61000 Ljubljana

<sup>2</sup> TGA Kidričevo

<sup>3</sup> Metalurški inštitut Ljubljana

Izolacija vključkov se izvrši s centrifugiranjem<sup>5</sup> ali filtriranjem<sup>6</sup> ponovno raztaljenih vzorcev ali pa s kemičnim raztavljanjem in izolacijo (brom-etanol). V zadnjem času se uveljavlja in ponuja<sup>7,8</sup> posebna preizkuševalna naprava, ki omogoča hitro določitev količine vključkov.

V TGA — Kidričeve so pred našimi raziskavami začeli preizkušati in uvajati posebne metode. Postopek je TGA — Kidričeva predložil dr. J. Langerweger, zato ga pojmenujemo kar Langerwegerjeva metoda<sup>3</sup> ali kratko L-metoda. Omogoča<sup>3</sup> makroskopsko opazovanje in razvrščanje vključkov, večjih kot 30 µm po anodni oksidaciji, z diamantnim nožem obdelane večje površine (okrog 150 cm<sup>2</sup>) na poseben način v bakreno kokilo ulitega vzorca.

Rezultati raziskav<sup>3</sup> količine in velikosti vključkov v kvaliteti aluminija za rondele niso opravičili pričakovane uporabnosti in zanesljivosti L-metode. Zato smo vzpostredno preverili njeno zanesljivost v primerjavi s klasično metalografsko metodo, dopolnjeno s kvalitativnimi rezultati analiz vključkov na elektronskem mikroanalizatorju. To metodo, ki je izredno zahtevna (veliko število vzorcev), smo uporabili, ker nimamo drugih aparativnih oziroma izvedbenih možnosti. Za poenostavitev dela in zanesljivejše rezultate smo predvideli določevanje količine, vrste in velikosti vključkov s pomočjo faznega diskriminatoryja in računalniške obdelave rezultatov.

Nobena metoda nima absolutne prednosti, saj je v končni fazi potrebna tudi kvalitativna analiza vključkov. Za vse metode velja, da so najpomembnejši pravilno izbrani in ustrezno pripravljeni vzorci, ki morajo predstavljati pravo povprečje. To povprečje, preneseno na velikost posamezne šarže agregata, polizdelka in izdelka, pa lahko zaradi naključnosti dogajanju med procesi ne daje povprečne slike o dejanski kvaliteti.

Po objavljenih podatkih<sup>3,5,6</sup> in po rezultatih naših raziskav sloni ocena vključkov na količini in vrsti, manj pa na velikosti. Pogosto se navajajo odvisnosti med količino vključkov, ki nastopajo v posamezni fazi proizvodnih procesov ali pa po sestavi oziroma vrsti, katero karakterizira značilna oblika in pogosto tudi velikost. Tako se prikazujejo npr. oksidni vključki kot kožice ali delci Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, karbidi značilnih drobnih ostrih oblik delcev, ki pogosto nastopajo v skupkih, boridi in titanati aluminija ter preostali kompleksni vključki različnih sestav in velikosti.

Glede na učinke vključkov pri predelavi in uporabi aluminijskih zlitin smo dali poudarek velikosti in številu vključkov. Za mejo smo izbrali velikost vključkov 10 µm, ker manjši vključki tudi pri nadaljnji predelavi v folije ne morejo povzročati značilnih napak in s tem vplivati na kvaliteto. Nadalje smo na osnovi rezultatov kvalitativnih analiz in značilnih oblik nastopanja posameznih vrst vključkov ocenili prevladujoče vrste in vrstni red nastopanja po količini. Za tovrstno predstavitev smo se opredelili še po kvalitativnih analizah, saj so rezultati značilnih oblik vključkov pogosto pokazali popolnoma drugačno sestavo oziroma vrsto vključkov, kot bi sklepali na osnovi opazovanja v mikroskopu (oblike, barve in pogostost nastopanja). Prav tako je bila pogosto pri kompleksnejših vključkih zaradi različnih sestav onemogočena natančna razvrstitev glede na značilne vrste (oksiidi, karbidi itd.), kar še dodatno poveča zanesljivost rezultatov uporabljenih metod.

### 3. DELO IN REZULTATI

#### 1. Podatki o šarži, vzorevanju in pripravi vzorcev

Na proizvodni liniji bram smo spremljali tri šarže, analizirali pa smo vzorce tretje zaporedne šarže. Za kemične in metalografske analize smo vzorce posameznih

chemical dissolving and separation (with bromine-ethanol). Recently a special equipment has been available (7, 8) for rapid determination of the amount of inclusions.

TGA Kidričeve started to test the method proposed by dr. J. Langerweger before our work was started. Langerweger's method (L-method) utilizes macroscopic observation (3) and classification of inclusions larger than 30 micrometers after anodic oxidation of sample surface (about 150 cm<sup>2</sup>). The sample is prepared by especial casting in copper mould. The surface is cut by diamond tool and subjected to anodic oxidation.

The previous investigation (3) had not confirmed the expected reliability and usefulness of L-method for determination of the amount and size of inclusions. Therefore its reliability was examined by a comparative test with classic metallographic method supplemented with qualitative analysis of inclusions by electron micro probe. This impractical method which requires high number of samples was used since no other was available. To simplify the operation and improve reliability the phase discrimination facility and computerized analysis of results was utilized.

Neither method has definite and absolute advantage since at the end qualitative analysis of inclusions is also needed. Proper sampling and sample preparation are most important for all the methods. Even really representative samples in respect to the weight of heat, semiproduct and product may not offer average data on true quality due to the randomness of variations in process line. According to references (3, 5, 6) estimation of inclusions is based mainly on the amount and type of inclusions and in a lower degree on the size. The amount of inclusions and the type viz. composition of inclusions which is reflected by a characteristic shape and often size observed in a particular production stage are common methods. Oxide inclusions are referred to as films or Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles, carbides as characteristic fine grained angular particles occurring often in clusters, the presence of aluminium borides, titanates and other complex inclusions of various composition and size have been observed.

As regards inclusion influence on processing and application of aluminium alloys the number and size of inclusions are emphasized. We have taken 10 µm as significant size limit since smaller inclusions can not cause characteristic defects and diminish the quality of Al folia. Based on results of qualitative analysis and characteristic appearance the prevailing type of inclusion was determined. According to the amount inclusions were classified in decreasing order. Very often the results of qualitative analysis did not agree with our expectations based on microscopic observation of shape, color and frequency. Complex inclusions due to different compositions frequently could not be precisely classified in respect to characteristic types (oxide, carbide, etc) which additionally increased reliability of the used method.

#### 3. EXPERIMENTAL

##### 1. Data on the Heat, Sampling and Sample Preparation

Three subsequent heats were investigated from the start to the end of slab ingot production line. Samples cast in cold metal mould for quantometer probe were taken from different production stages of the third heat. Since previous investigation showed that the highest average amount of inclusions were observed on cross-section at 1/3 sample height the same cross-section of all samples were subjected to microscopical investiga-

faz proizvodnega postopka ulili v hladno kovinsko kokilo, ki se uporablja za kvantometrske vzorce (gobice). Na osnovi rezultatov analiz in preverjanj treh značilnih presekov smo vzeli za analize vključkov prečni presek na približno eni tretjini višine vzorca, ker je pokazal največjo povprečno količino vključkov v posameznih vzorcih. Preiskovani presek površine  $4.9 \text{ cm}^2$  je ugoden tudi s stališča meritev, saj smo najpogosteje z 20 vidnimi polji v optičnem mikroskopu, ki pri 200-kratni povečavi obsegajo premer 1 mm, zajeli področja vzorca od sredine do zunanjega površine. Pri drobnih vključkih pa smo pri 500-kratni povečavi ustrezno povečali število meritev.

V tabeli 1 navajamo glavne značilnosti šarže, posamezne faze in oznake. Če v tabeli 1 ni posebej navedeno, predstavljajo rezultati metalografskih preiskav posamezne faze povprečne vrednosti treh vzorcev, tem da so bili vzporedno odvzeti vzorec za kemične in metalografske preiskave ter L-vzoreci. Načrtovano in doseženo kemično sestavo preiskovane šarže prikazujemo v tabeli 2.

Za pripravo metalografskih vzorcev smo uporabili lastni postopek: brušenje, ultrazvočno čiščenje, večkratno predpoliranje in poliranje z diamantnimi pastami brez poliranja z glinico.

**Tabela 1:** Faze tehnoloških procesov in podatki za linijo proizvodnje bram, kvalitete Al 99,0 (AF 10)

Oznaka faze in vzorcev	Obrata: Elektroliza in Livarna Šarža št. 4898, masa 6–7 t
0	<b>Elektroliza:</b> Med črpanjem 6 loncev iz 6 elektroliznih celic Rezultati faze 0 na sliki 1 so povprečne vrednosti $6 \times 3 = 18$ vzorcev Prevoz taline v livarno
1	<b>Livarna:</b> Pred izlitjem taline v rafinacijsko-livno peč so bili iz loncev odvzeti po trije vzorec Rezultati faze 1 na sliki 1 so povprečne vrednosti 9 vzorcev
2	Po legiranju $\text{Fe}/\text{Si} = 1/3,0 - 3,5$
3	Po rafinaciji
4	Po degazaciji
5	Po odstajanju 2 <sup>h</sup> in na začetku litja bram
6	Približno na sredini litja
7	Na koncu litja

**Tabela 2:** Kemične analize aluminija

	Vsebnost elementov v mas. %						
	Si	Fe	Mg	Mn	Zn	Ti	B
Prepis max.	0,13–0,20	0,40–0,60	—	0,05	0,07	—	
TGA	0,14	0,47	sled	0,006	0,009	0,002	
Faza 5-MI	0,15	0,47	0,001	0,003	0,021	0,002	0,0010

## 2. Rezultati, količine, velikosti in vrste vključkov

Količino, vrsto in velikost vključkov smo poskušali določiti s pomočjo faznega diskriminatorja in računalniške obdelave rezultatov. Po več poskusih in določitvi optimalnih parametrov se je izkazalo, da so rezultati nezanesljivi zaradi nemogoče zagotovitve enake kvalitete površine vseh vzorcev (raze in sekundarni vključki — zrna brusnega papirja in ostanki diamantnih past, pršni delci in ostanki topil). Predvsem pa smo to metodo opustili zaradi slabe razločitvene sposobnosti pri razmjetitvi med fazami, to je med kovinskimi in nekovinskimi vključki.

The cross-section area of  $4.9 \text{ cm}^2$  is favorable since 20 observation fields which at 200X magnification means 1 mm diameter were often enough to cover the whole distance from sample centre to the outer surface. When dealing with fine inclusions the number of observation fields was adequately increased to correspond to 500X magnification applied. The main characteristics of the heat, particular production stages and marks used are given in Table 1. Results of metallographic investigation are average values of three samples taken from each production stage if not otherwise stated. The parallel sampling for chemical, metallographic and L-method of investigation was used. Aimed and actual composition of the heat can be seen in Table 2.

Metallographic samples were prepared without the use of alumina as polishing means. The method we have developed includes grinding, ultra sound cleaning, multiple prepollishing and final polishing with diamond paste.

**Table 1:** Technologic stages and data on slab ingot production line — Al 99,0 (AF 10) grade.

Stage and sample mark	Works: Electrolysis and Foundry, Heat Nr. 4898, weight 6–7 tons
0	<b>Electrolysis</b> Transport of melt from 6 cells by 6 ladles to foundry Results in fig. 1 are mean of $6 \times 3 = 18$ samples
1	<b>Foundry</b> Before pouring to refining furnace. Three samples from each ladle were taken. Results presented in fig. 1 are mean value of 9 samples.
2	After alloying $\text{Fe}/\text{Si} = 1/3,0 - 3,5$
3	After refining
4	After degassing
5	After 2 hrs stay before of slab ingot casting
6	Approx. in the middle of casting
7	At the end of casting.

**Table 2:** Chemical composition (wt. %)

	Si	Fe	Mg	Mn	Zn	Ti	B
Prescribed							
maxim.	0,13–0,20	0,40–0,60	—	0,05	0,07	—	—
TGA	0,14	0,47	traces	0,006	0,009	0,002	—
Stage 5-MI	0,15	0,47	0,001	0,003	0,021	0,002	0,0010

## 2. Results

After determination of optimum parameters and a number of tests to determine the amount, type and size of inclusions by the use of phase discrimination facility and computer analysis it was found that reliable results could not be obtained because of different quality of sample surfaces (imperfect polishing, secondary inclusions — grains of emery paper, remnants of diamond pastes and solvents, powder particles, etc.). However, the method was abandoned mainly because of poor resolution of phases i.e. its inability to differentiate metallic from non-metallic inclusions. The amount and size of inclusions for particular production stage and in dependence on time are given in Fig. 1. Deviation of the measured and calculated average values of samples for a particular stage was  $\pm 12\%$ . Because of time dependence the number of inclusions per  $\text{cm}^2$  for particular stage in Fig. 1 is given in a continuous form, i.e. as a curve, although they are not continuous naturally. The most frequent composition of the characteristic inclusions which were qualitatively analysed are given in Table 3 in decreasing order of frequency. The given

Količino in velikost vključkov za posamezne faze in odvisnosti od časovnega poteka predstavljamo na sliki 1. Izmerjene in izračunane povprečne vrednosti so odstopale pri vzorcih posamezne faze ± 12 %. Na sliki 1 smo število vključkov posameznih faz zvezno povezali zaradi časovne odvisnosti, čeprav so podane odvisnosti nezvezne. V tabeli 3 navajamo po vrstnem redu najpogosteje sestave značilnih vključkov, ki smo jih kvalitativno analizirali. Sestava vključkov v tabeli 3 je relativna. Glede na ugotovljene kompleksnosti sestave in različne porazdelitve elementov v samih vključkih ter pogosto majhno velikost je bilo v večini primerov (razen pri enostavnih, toda redkih vključkih, npr.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_4\text{C}_3$ ,  $\text{TiB}_2$ ) nemogoče določiti natančno sestavo. Zato smo označili sestave kar po ocenjeni količini in zaporedju nastopanja elementov v posamezni vrsti vključka. Nekatere sestave vključkov bi lahko pripredili poznamen stehiometričnim razmerjem spojin. Takšni prikazi pa bi lahko zavajali, saj natančne mineraloške sestave ni mogoče izračunati, ker ni na razpolago ustreznih kalibracijskih standardov. Pri pogostih kompleksnih vključkih smo ugotovili, da včasih aluminij in kalcij močno nihata ter menjata vrstni red ali pa da eden od obeh manjka. Podobne primere smo našli tudi pri drugih vključkih, kjer v oklepaju navajamo mejne koncentracije elementa, določene s točkovno analizo.

**Tabela 3:** Zaporedje pogostosti nastopanja in sestave vključkov proizvodne linije bram

	Vključki, velikosti do 10 µm	Vključki, velikosti od 10 do 55 µm
Elektrolizni aluminij, faza 0 in 1	$\text{Al}_4\text{C}_3$ $\text{SiAlC}$ $\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{CaAlOC}$ $\text{CaSiOC}$
Po dodatku legirnih elementov, faza 2	$\text{AlCa(O)C}$ $\text{AlCaTiOC(FeSi)}$ $\text{Al}_2\text{O}_3$ $\text{TiB}_2$	$\text{AlCa(O)C}$ $\text{CaSiOC}$ $\text{CaSiO}_3$ $\text{Al}_2\text{O}_3$
Sredina in konec litja, fazi 6 in 7	$\text{CaAlC}$ $\text{AlCaSi}$ $\text{AlCaKSCIOC}$ $\text{Al}_2\text{O}_3$ $\text{AlTiV}$	$\text{Al}_2\text{O}_3$ $\text{AlSi}$ $\text{AlCaSiOC}$

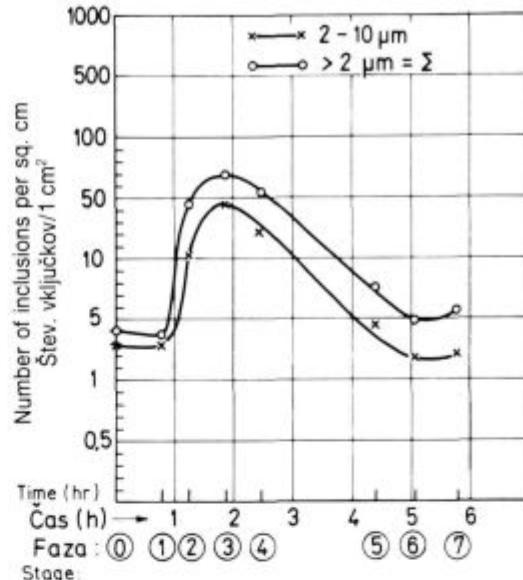
**Opomba:** Rezultati predstavljajo kvalitativne analize površine presekov vzorcev ( $4.9 \text{ cm}^2$ ) posamezne faze. Vključki  $\text{Al}_2\text{O}_3$  so večinoma amorfni do velikosti 10 µm (delci ali skupki), nad to velikostjo pa korundni in so le redko združeni z manjšimi delci amorfnega  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (oksidne kožice ali glinice).

### 3. Rezultati L-metode

Od številnih vzorcev, ki so bili pripravljeni v TGA, pri nas pa analizirani, smo lahko samo v nekaj primerih določili primarne vključke. Ocena rezultatov opravičuje trditev, da L-metoda ni dala pričakovanih rezultatov, čeprav smo dodatno osvojili tudi tehniko kvalitativne analize vključkov v anodno oksidirani plasti. V TGA so s to metodo dobili že dobre rezultate<sup>4</sup> o vsebnosti vključkov v različnih fazah proizvodnje. Vzrok za razliko so lahko tudi kompleksne sestave vključkov, ki jih literatura<sup>3</sup> ne omenja.

### 4. Analiza rezultatov

Vsebnosti in velikosti vključkov na sliki 1 ne moremo direktno primerjati z literarnimi podatki, ker le-ti v večini veljajo za vključke, večje od 30 µm iz različnih faz in določeni po različnih postopkih. Številčnost in natančnost naših rezultatov pa dovoljuje naslednje ugotovitve:



**Slika 1:** Povprečna vsebnost vključkov na enoto površine vzorcev preiskovanih faz proizvodnih postopkov izdelave bram

**Fig. 1:** Average amount of inclusions per sq. cm of sample surface

compositions are relative since in the majority of cases, except for simple but rare ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_4\text{C}_3$ ,  $\text{TiB}_2$ ) inclusions it was not possible to determine the exact composition because of fine size, complex composition and different element distribution. Therefore, the compositions are marked on the basis of estimated amount and order of appearance of elements in particular inclusion. Some compositions established in this way could be associated to stoichiometric formula of known compounds. However, it would be misleading since precise mineralogic composition can not be calculated (e.g. nonstoichiometric compositions) and because of nonavailability of calibration standards. In complex inclusions strong variations in  $\text{Al}/\text{Ca}$  ratio was frequently observed. In extreme cases one of the elements was even absent. Similar phenomena were observed at other inclusions also. In that case boundary values determined by spot analysis are given in brackets.

**Tabela 3:** Type of inclusions in decreasing order of the frequency of occurrence

Production stage	Inclusion size	
	< 10 µm	> 10 < 55 µm
Electrolytic Al		$\text{CaAlOC}$
Stage 0 and 1	$\text{Al}_4\text{C}_3$ $\text{SiAlC}$ $\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{CaSiOC}$
After alloying		$\text{AlCa(O)C}$
Stage 2	$\text{AlCaTiOC(FeSi)}$ $\text{Al}_2\text{O}_3$ $\text{TiB}_2$	$\text{CaSiOC}$ $\text{CaSiO}_3$ $\text{Al}_2\text{O}_3$
Middle and end of casting		$\text{Al}_2\text{O}_3$
Stage 6 and 7	$\text{CaAlC}$ $\text{AlCaSi}$ $\text{AlCaKSCIOC}$ $\text{Al}_2\text{O}_3$ $\text{AlTiV}$	$\text{Al}_2\text{O}_3$ $\text{AlSi}$ $\text{AlCaSiOC}$

**Remark:**  $\text{Al}_2\text{O}_3$  inclusions of < 10 µm size are mainly amorphous (particles or clusters). > 10 µm are corundum rarely associated with finer amorphous  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (oxide film). Results were obtained by qualitative analysis of samples taken from particular production stage. Cross-section area of samples was 4.9 sq. cm.

— Absolutne vsebnosti vključkov v vseh preiskovanih fazah so višje, kot jih zasledimo v literaturnih podatkih, ki pa ne zajemajo vseh velikosti niti kvalitet. Večje vsebnosti lahko pripisujemo tudi specifičnemu vendar enakemu načinu odvzemanja vzorcev pretežno od površine talin in od stene peči, loncev oziroma žlebov.

— Količina vključkov je po vseh proizvodnih fazah višja kot v aluminiju iz elektrolize, predvsem pa se poviša vsebnost večjih (škodljivejših) vključkov, ki večinoma sledi znanim zakonitostim.

— Relativno visoka vsebnost vključkov na začetku ulivanja je najverjetnej posledica premajhnega časa odstajanja, ki podaljšan rezultira v najmanji količini v sredini ulivanja. Ponovno povečanje na koncu ulivanja (šarže) pa je najverjetnej posledica večje koncentracije vključkov v zadnji talini.

— Največji vpliv na zmanjšanje vključkov ima čas odstajanja, kar potruje tudi manjše zmanjšanje števila vključkov neposredno po rafinaciji in degazaciji (fazi 3 in 4). Upravičeno bi bilo podaljšanje odstajanja vsaj na tri ure.

— Prevoz taline iz elektrolize (stresanje) zmanjša količino vključkov, v kasnejših fazah pa se vsebnost vključkov poveča in se zmanjšajo pod začetno količino le drobni vključki (pod 10 µm) v sredini in na koncu litja.

— V vseh fazah tehnoloških proizvodnih postopkov so v najbolj škodljivi velikosti in količini zastopani razni kompleksni vključki, ki vsebujejo kalcij (**tabela 3**). Na drugem mestu so vključki kurunda, ki so pogosto združeni s kalcijevimi kompleksnimi vključki in manjšimi delci ali gručami amorfnega  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (oksidna kožica ali pena). Sestavine vključkov, ki vsebujejo kalcij (karbidi, kloridi, oksikarbidi, sulfid) reagirajo z vodo pri mokri pripravi vzorcev in je to verjetno poleg njihove krhkosti glavni razlog netočnih identifikacij v preteklosti. Dodatni razlog pa je lahko, da tovrstnih vključkov tudi ne navaja strokovna literatura.

— Večji vključki s kalcijem izhajajo že iz elektroliznega aluminija (**Tabela 3**) ter se z nadaljnimi procesi povlačijo. Zato sklepamo, da je najverjetnejši dodatni izvor teh vključkov iz obzidav loncev, peči, žlebov in livnih nastavkov.

#### 4. ZAKLJUČEK

V tem delu smo preiskali in določili količino, velikost in sestavo vključkov, ki nastopajo v posameznih fazah proizvodnih postopkov izdelave bram, kvalitete Al 99.0, iz elektroliznega aluminija klasične elektrolize v TGA Kidričevo.

Rezultati preiskav so pokazali, da se je iz dosedaj nepojasnjениh razlogov L-metoda izkazala neuporabna v vseh fazah dela. Nekoliko nepričakovano smo našli v vključkih predvsem mnogo kalcija oziroma vključkov s kalcijem, pogosto kompleksnih in različnih sestav, ki jih strokovna literatura ne navaja. Zanimivo je, da smo le poredko zasledili enostavne vključke (okside, karbidi, boridi, titanati itd.), ki se normalno navajajo v literaturi.

Elektrolizni aluminij s tehnološkimi procesi očistimo oziroma zmanjšamo samo drobne vključke (pod 10 µm), onečistimo pa ga predvsem z večjimi škodljivejšimi vključki.

#### 3. Results of L-method

In samples prepared at TGA primary inclusions were determined in a very few cases. It was concluded that results of L-method were far from expectation. However, it helped us to develop the technique of qualitative analysis of inclusions in anodic oxidized layer. It should be mentioned that L-method gave satisfactory results in previous investigation (4) at TGA. Consequently one among reasons for poor success of L-method in this investigation can be the complex composition of observed inclusions not mentioned in literature (3).

#### 4. Analysis of Results

The amount and size of inclusions seen in Fig. 1 can not be directly compared with reference data since they hold for inclusions from different phases, larger than 30 µm and investigated by various methods. However, the number and accuracy of our results make it possible to draw following conclusions:

— Absolute amount of inclusions in all production stages are higher than reported in literature, which do not include neither all sizes nor all grades. Higher amounts can be attributed to the specific sampling method-samples were always taken mainly from melt surface and in the vicinity of furnace and ladle walls.

— The amount of inclusions in all production stages is higher than in electrolysis. First of all the amount of larger (harm) inclusions increases which follows the known rules.

— Comparatively high amount of inclusions at the start of casting is probably due to short staying of melt in ladle before casting. Longer staying results in the lowest amount of inclusions in the middle of casting. A rise at the end of casting is most probably caused by a higher concentration of inclusions in melt at the end of casting.

— The staying of melt in ladle before the casting exerts strongest influence on decrease in the amount of inclusions. Only slight decrease in the number of inclusions is observed immediately after refining and degassing (stages 3 and 4). An increase in staying to at least 3 hrs should be justified.

— Transport of melt from electrolysis diminishes the amount of inclusions due to associated shaking. However, in later stages the amount of inclusions increases except for fine inclusions (< 10 µm) the amount of which decreases in the middle and at the end of casting.

— In all technologic stages various complex inclusions containing CaO (**Table 3**) are present in the most harmful size and amount. Second are inclusions of corundum type which are often bonded with calcium complex inclusions and finer particles or clusters of amorphous  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (oxide film or foam). Compounds of calcium based inclusions (carbides, chlorides, oxycarbides, sulphide) react with water during wet sample preparation which is probably main cause, besides their brittleness, for inaccurate identification in the past. Another reason can be that this kind of inclusions has not been reported of in literature.

— Bigger inclusions with calcium come from electrolytic aluminium already (**Table 3**). Their amount further increases in the course of technological process. Therefore, it can be concluded that the most probable additional source of this inclusions is refractory lining of ladles, furnaces, nozzles, spouts etc.

#### 4. CONCLUSION

The amount, size and composition of the inclusions occurring in particular technologic stages of Al 99.0

grade slab ingot production line from electrolytic Al (classic electrolysis) at TGA have been investigated and determined.

Results have shown that L-method, for unknown reasons, was not successful in all investigation stages. Somewhat surprisingly calcium type inclusions, frequently of complex and various composition not mentioned in literature were found. Simple inclusions (oxides, carbides, borides, titanates, etc) described and considered in literature were rarely observed.

The amount of only fine ( $< 10 \mu\text{m}$ ) inclusions is reduced through technologic processing of electrolytic aluminium, however, the amount of bigger and more harmful inclusions is increased.

#### LITERATURA/REFERENCE

1. B. Zalar, L. Kosec, M. Pristovšek, I. Banič: Optimizacija procesa pridobivanja aluminija — Analiza kvalitete in kvantitete vključkov pri proizvodnji in predelavi. Poročilo Metalurškega inštituta, Ljubljana, N. 955 (81—066), 1981.
2. B. Breskvar, M. Pristovšek, B. Čeh, M. Jakupovič: Vključki v aluminiju in aluminijskih zlitinah, Poročilo Metalurškega inštituta, Ljubljana, N. 86—062, 1987.
3. J. Langerweger: Vorschläge für Methoden und Prüfeinrichtungen zur Ermittlung von nichtmetallischen Einschlüssen in Werk TGA »Boris Kidrič« Jugoslavien, Profilex, Bericht Nr. 2/85 (Projekt Nr. C 84), 1985.
4. Z. Tominc, M. Berhame: Poročilo o vsebnosti nekovinskih vključkov primarnem aluminiju, TGA — Predelava aluminija, Kidričevo, 1985.
5. J. Simensen: Sedimentation Analysis of Inclusions in Aluminum and Magnesium, Metallurgical Transaction B, vol. 12 B, 1981, 733—743.
6. D. A. Bates, L. C. Hutter: An evalution of Aluminium filtering systems using a vaccum-filtration sampling device, Light Metals, 1981, 707—721.
7. S. A. Levy: Aplication of the Union Carbide particulate Tester, Light Metals, 1981, 723—733.
8. S. Kuyucak, R. I. L. Guthrie: On the measurement of inclusions in copperbades melts, Canadian Metallurgical Quarterly, 28, Januar—March 1989, 41—48.
1. B. Zalar, L. Kosec, M. Pristovšek, I. Banič: Optimising of Aluminium Production — Analysis of the Quality and Quantity of Inclusions in the Production and Processing, Report of Metallurgical Institute, Ljubljana, N. 995 (81—066), 1981.
2. B. Breskvar, M. Pristovšek, B. Čeh, M. Jakupovič: Inclusions in Aluminium and Aluminium Alloys, Report of Metallurgical Institute, Ljubljana, N. 86—062, 1987.
3. J. Langerweger: Vorschläge für Methoden und Prüfeinrichtungen zur Ermittlung von nichtmetallischen Einschlüssen in Werk TGA »Boris Kidrič«, Jugoslavien, Profilex, Bericht Nr. 2/85, (Projekt Nr. C 84), 1985.
4. Z. Tominc, M. Berhame: Report on the Amount of Nonmetallic Inclusions in Primary Aluminium, TGA — Processing of aluminium, Kidričevo, 1985.
5. J. Simensen: Sedimentation Analysis of Inclusions in Aluminum and Magnesium, Metallurgical Transaction B, 12, B 1981, 733—743.
6. D. A. Bates, L. C. Hutter: An Evaluation of Aluminium Filtering System Using a Vacuum-Filtration Sampling Device, Light Metals, 1981, 707—721.
7. S. A. Levy: Application of the Union Carbide Particulate Tester, Light Metals, 1981, 723—733.
8. S. Kuyucak, R. I. L. Guthrie: On the Measurement of Inclusions in Copper-Based Melts, Canadian Metallurgical Quarterly, vol. 28, Jan.—March 1989, 41—48.

# **Popustna krhkost utopnega jekla za delo v vročem s 5 % kroma**

## **Temper Embrittlement of 5 wt.-% Cr Hot Work Die Steel**

B. Ule<sup>\*1</sup>, F. Vodopivec<sup>\*2</sup>, M. Pristavec<sup>\*3</sup>, F. Grešovnik<sup>\*4</sup>

UDK: 620.192.49:621.785.72:669.14.018.258

ASM/SLA: Q26s, N8a, TSk



Raziskali smo vpliv parametrov popuščanja na udarno žilavost in lomne značilnosti utopnega jekla za delo v vročem Č.4751 s postmartenzitno mikrostrukturo.

Prevladujoči dejavnik, ki kontrolira razvoj krhkosti, je segregiranje fosforja na mejah zrn in na drugih medplastjih v kovini. Segregacijski učinek fosforja spremiha kosegregacija silicija skupaj s sočasno precipitacijo karbidov.

### **1. UVOD**

Orodno jeklo s sekundarnim utrjevanjem z 0,4 % C, 5 % Cr, 1,3 % Mo, 0,4 % V in 1 % Si (Č.4751) se uporablja predvsem za oroda in utepe, ki obratujejo pri povišanih temperaturah, ker združuje dobro obstojnost trdote z veliko obrabno odpornostjo, zadostno žilavost ter majhno občutljivost na pokanje v vročem. Jeklo Č.4751 kaže efekt sekundarnega utrjevanja, ako je popuščano pri temperaturah okrog 500°C, ugotovljeno pa je bilo tudi, da s pričetkom sekundarnega utrjevanja sovpada znaten padec žilavosti. Mehanizem pojave je povezan s precipitacijo karbidov  $M_6C$  in MC iz martenzita, kot tudi z atermalno transformacijo zaostalega avstenita. Ugotovljeno je bilo<sup>1</sup>, da to krhkost lahko skoraj odpravimo z odstranjevanjem silicija iz jekla in zdi se, da je posledica vpliva silicija na precipitacijo karbidov med letvicami martenzita.

Ako pa jeklo Č.4751 popuščamo nekaj ur v temperaturnem območju med 550°C in 600°C, opazimo določen zastoj v pričakovani evoluciji žilavosti<sup>2</sup>. Mikrostruktturni izvor te krhkosti do sedaj še ni bil zadovoljivo pojasnjen, zato smo ga podrobno raziskali.

### **2. EKSPERIMENTALNI DEL**

Majhno količino jekla Č.4751, trgovske kvalitete, smo pretalili v 20-kg vakuumski peči, ga ulili v ingot ter le-tega v vročem izvaljali v palico, premera 15 mm. Kemična sestava jekla je prikazana v tabeli 1.

**Tabela 1:** Kemična sestava preiskanega jekla v ut. %

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	Al
0,39	0,93	0,30	0,023	0,014	5,86	1,12	0,28	0,038

<sup>1</sup> mag. Boris Ule, dipl. ing. met., SŽ — Metalurški inštitut Ljubljana, Lepi pot 11, 61000 Ljubljana

<sup>2</sup> SŽ — Metalurški inštitut Ljubljana

<sup>3</sup> Inštitut Jožef Štefan, Ljubljana

<sup>4</sup> SŽ — Železarna Ravne

<sup>\*\*</sup> Originalno objavljen: ŽEB 24(1990)1

<sup>\*\*\*</sup> Rokopis sprejet: november 1989

*The influence of tempering parameters on impact energy and fracture characteristics of Č.4751 hot work die steel with post-martensitic microstructure has been investigated.*

*The dominant factor controlling the evolution of brittleness is the segregation of phosphorus on grain boundaries as well as on other interfaces in metal. The segregation effect of phosphorus is accompanied by cosegregation of silicon together with simultaneous carbide precipitation.*

### **1. INTRODUCTION**

*Secondary hardening tool steel with 0,4 % C, 5 % Cr, 1,3 % Mo, 0,4 % V and 1 % Si (Č.4751) is used primarily for tools and dies which operate at elevated temperatures because it associates good hardness retention with high resistance to wear, sufficient toughness and little susceptibility to heat checking. Č.4751 steel exhibits secondary hardening effect when tempered around 500°C and a sharp drop in toughness, coincident with the onset of secondary hardening, was observed too. The mechanism involved is associated with precipitation of  $M_6C$  and MC type carbides from the as-quenched martensite and also due to athermal transformation of retained austenite. It has been established<sup>1</sup> that this embrittlement can be almost eliminated by removal of silicon and it seems that the embrittlement resulted from the influence of silicon on interlath carbide precipitation.*

*But when Č.4751 steel is tempered at temperature range of 550°C to 600°C for a few hours some standstill in the expected evolution of toughness is observed<sup>2</sup>. The microstructure origins of this embrittlement have not been clarified yet that is why we investigated them thoroughly.*

### **2. EXPERIMENTAL**

*A small quantity of commercial Č.4751 steel was remelted in a 20 kg vacuum-induction furnace, then it was cast in an ingot and hot-rolled to a 15 mm rod. The chemical composition of the steel is shown in Table 1.*

**Table 1:** Chemical composition of the investigated steel, wt. — %

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	Al
0,39	0,93	0,30	0,023	0,014	5,86	1,12	0,28	0,038

*Charpy V-notch specimens were machined from the rod, which was previously normalized and soft annealed*

Iz palice, ki je bila normalizirana in mehko žarjena 2 uri pri temperaturi 800°C, smo izdelali Charpyjeve preizkušance z V zarezo. Preizkušanci so bili v vakuumski peči avstenitizirani 15 min. pri 960°C, kaljeni v toku plina-stega dušika pri tlaku 0,5 MPa, nato dvakrat popuščeni po 2 uru pri 710°C, z vmesnim podhlajevanjem pri -196°C, ter nazadnje dodatno popuščeni v temperaturnem območju od 450 do 660°C 2 ur, 5 ur oziroma 24 ur, s končnim ohlajanjem v vodi.

Merjenja žilavosti pri sobni temperaturi so bila opravljena z vsaj petimi Charpyjevimi preizkušanci za vsako temperaturo popuščanja, medtem ko je bila Brinellova trdota merjena na vsakem preizkušancu.

Mikrofraktografske preiskave prelomnih površin Charpyjevih preizkušancev smo opravili z vrstičnim elektronskim mikroskopom JEOL JSM-35 (SEM), medtem ko smo mikrostrukturo preiskali s presevnim elektronskim mikroskopom JEOL FX (TEM), ki je bil opremljen z analizatorjem karakterističnih rentgenskih žarkov (EDS).

Opravili smo tudi elektrolitsko izolacijo karbidov, izolat pa je bil analiziran z rentgensko difrakcijsko tehniko.

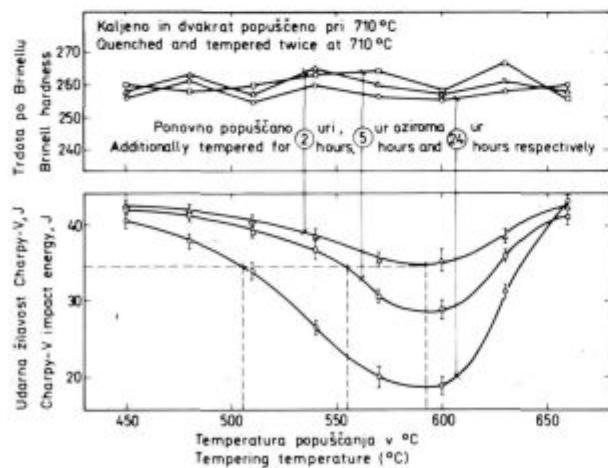
### 3. REZULTATI

V diagramu na sliki 1 so prikazane odvisnosti med udarno žilavostjo in temperaturo dodatnega popuščanja, različno dolge čase popuščanju Charpyjevih V-preizkušancev, ki so bili pred tem kaljeni ter dvakrat popuščeni pri 710°C, z vmesnim podhlajevanjem v tekočem dušiku.

Podhlajevanje med začetnim dvojnim popuščanjem je bilo potrebno, da bi se izognili vplivu morebitnega zaostalega avstenita.

Medtem ko trdota jekla ostaja navidezno neodvisna od parametrov popuščanja, pa Charpyjeva udarna žilavost po 24-urnem popuščanju pri 600°C pada od začetnih 42 J na vsega okrog 20 J. Močan padec Charpyjevih vrednosti pri jeklu, ki je bilo 5 ur, zlasti pa 24 ur popuščano pri 600°C, je verjetno posledica razvoja reverzibilne popustne krhkosti, kot je bilo ugotovljeno v eni prejšnjih raziskav<sup>3</sup>.

Segregacije, ki nastopajo pri reverzibilni popustni krhkosti, so ravnotežnega tipa. Začetna segregacija



Slika 1:

Vpliv dodatnega popuščanja na trdoto in udarno žilavost jekla C.4751, ki je bilo pred tem kaljeno in dvakrat popuščeno pri 710°C, z vmesnim podhlajevanjem v tekočem dušiku

Fig. 1

Influence of additional tempering on hardness and impact energies of steel C.4751 which has been previously quenched and tempered twice at 710°C with intermediate undercooling in liquid nitrogen.

at 800°C for 2 hours. Specimens were then austenitized at 960°C for 15 min. in a vacuum furnace, quenched in a flow of gaseous nitrogen at a pressure of 0.5 MPa, tempered twice at 710°C for 2 hours with intermediate undercooling at -196°C, then additionally tempered in a temperature range of 450°C to 660°C for 2 hours, 5 hours and 24 hours respectively and finally cooled in water.

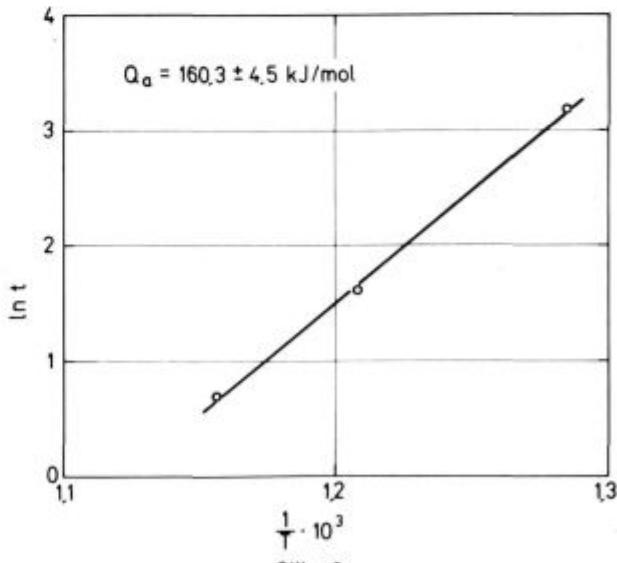
At least five Charpy V-notch specimens were tested at room temperature for each tempering temperature, while the Brinell hardness was measured on every specimen. The microfractographic examination on fracture surfaces of Charpy specimens was carried out in the JEOL JSM-35 scanning electron microscope (SEM), while the microstructure was investigated in transmission electron microscope JEOL FX (TEM) equipped with energy dispersive spectroscopy (EDS). The electrolytic isolation of carbides was also carried out and the isolate was analyzed with X-ray diffraction technique.

### 3. RESULTS

Charpy V-notch energy versus tempering temperatures curves as obtained for specimens additionally tempered for various periods, after quenching and double tempering at 710°C with intermediate undercooling in liquid nitrogen, are shown in Fig. 1. Undercooling in between the initial double tempering was necessary to avoid the influence of eventual retained austenite.

The hardness of steel remains virtually independent of the tempering parameters, whereas the Charpy V-notch impact energy drops from initial value of 42 J to only about 20 J after tempering 24 hours at 600°C. The drastic drop in the Charpy values of steel after tempering for 5 hours but particularly 24 hours at 600°C is probably partly due to reversible temper embrittlement, as established in one of earlier investigations<sup>3</sup>.

The segregations involved in reversible temper embrittlement are of equilibrium type, namely when the ageing temperature is risen, the initial segregation rate increases following the temperature dependence of the bulk diffusion coefficient, while the maximum i. e. steady



Izvrednotenje aktivacijske energije za segregiranje fosforja z uporabo Arrheniusove enačbe

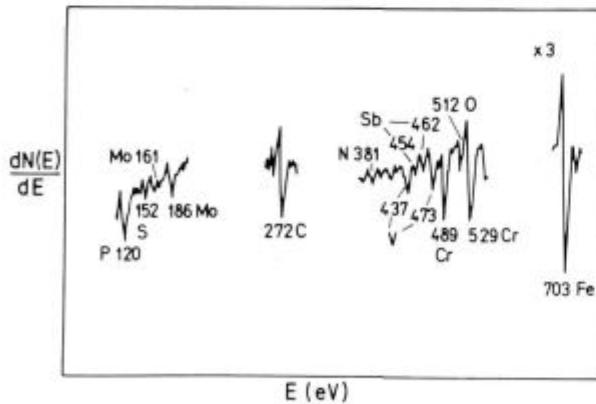
Fig. 2

Evaluation of the activation energy of segregation of phosphorus according to the Arrhenius equation.

namreč z dviganjem temperature žarjenja raste ter sledi temperaturni odvisnosti koeficienta volumske difuzije. Maksimalna, to je stacionarna interkristalna koncentracija pri tem pada, in to razлага reverzibilnost krhkosti pri visokih temperaturah feritnega območja, kot je bilo tudi ugotovljeno v že citirani referenci<sup>3</sup>.

Udarna žilavost je sorazmerna intenziteti segregacij, enak nivo segregacij je bil zato dosežen s popuščanjem, bodisi 2 uri pri 592°C bodisi 5 ur pri 555°C bodisi 24 ur pri 505°C. Ako predpostavimo, da še celo po 24 urah popuščanja ni dosežena končna največja intenziteta segregacije, potem je levi del diagrama na sliki 1 mogoče uporabiti za določitev aktivacijske energije za volumsko difuzijo oligoelementa, ki kontrolira razvoj krhkosti. Iz naklona premice v dvojnem logaritemskem diagramu časa popuščanja proti recipročni vrednosti temperature popuščanja, prikazanem na sliki 2, je bila izračunana aktivacijska energija približno 160 kJ/mol, kar je zelo blizu aktivacijski energiji za difuzijo fosforja v feritu. Zares je že bilo potrjeno z Augerjevo spektroskopijo, da v jeklih podobne vrste segregacija zlasti fosfor. Romhányi sodelavci<sup>4</sup> je v orodnem jeklu s 5 % kroma, ki je bilo avstenitizirano pri 1100°C, kaljeno in popuščano 2 ur pri 600°C, našel na mejah kristalnih zrn do 6 % fosforja in 1 % žvepla, pa tudi sledove dušika in antimona. Augerjev spekter, prikazan na sliki 3, dokazuje, da so segregacije fosforja in žvepla v soodvisnosti z obogativitvijo s kromom (8 do 9 %), vanadijem (približno 2 %) in molibdenom (3 do 5 %). Nadalje je opazen izrazit ogljikov pik (8 do 9 %) z deloma karbidno strukturo. Augerjevi piki kažejo rahlo lokalno fluktuacijo, vendar pa bi lahko poudarili soodvisnosti med kromovim pikom ter vsoto segregiranega fosforja in žvepla.

Že omenjene spremembe v udarni žilavosti se odražajo tudi na morfološiji prelomnih površin. Po dvakratnem popuščanju 2 ur pri 710°C, z vmesnim podhlajevanjem v tekočem dušku, je frakturna površina Charpyjevih preizkušancev transgranularna, drobno jamičasta, torej duktilna, kakršna je prikazana na sliki 4. Po dodatnem popuščanju 24 ur pri 600°C se pot napredovanja razpok spremeni, prelom postane intergranularen vzdolž meja primarnih avstenitnih zrn (slika 5), čeprav so opaženi tudi kvaziceplni detajli ter posamični duktilni grebeni (slika 6).



Slika 3:

Augerjev spekter intergranularne prelomne površine jekla s 5 % kroma, avstenitiziranega pri 1100°C, kaljenega ter popuščenega pri 600°C (Lit. 4)

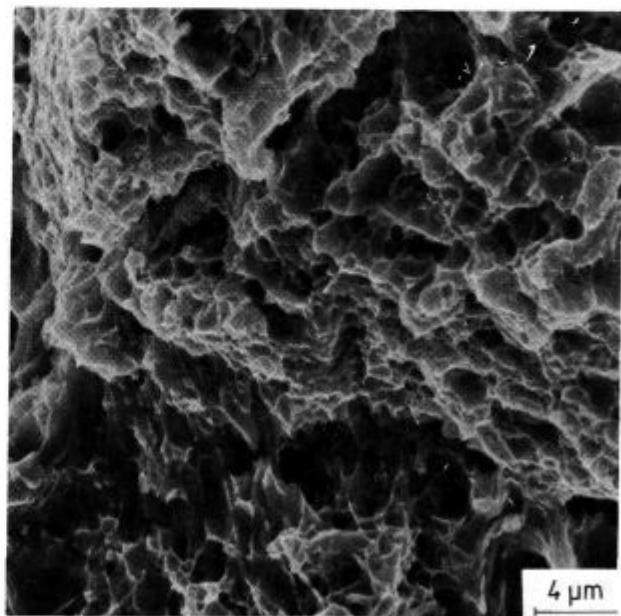
Fig. 3

Auger spectrum of the intergranular fracture surface of steel with 5 wt.-% chromium, austenitized at 1100°C, quenched and tempered at 600°C (Ref. 4).

state grain boundary concentration decreases. This accounts for the "reversibility" of embrittlement at higher temperatures of the ferritic range, as observed also in the already quoted reference<sup>3</sup>.

The impact energy is proportional to the level of segregation and the same level of segregation is therefore achieved after tempering for 2 hours at 592°C or 5 hours at 555°C or 24 hours at 505°C. If the assumption is considered that the final maximal level of segregation is not attained even after 24 hours of tempering, then the left side of the diagram shown in Fig. 1 could be used for the determination of the activation energy for bulk diffusion of residuals, which controls the development of embrittlement. An activation energy of about 160 kJ/mol was derived from the slope of a log-log plot of time vs. reciprocal tempering temperature in Fig. 2, which is very close to that for bulk diffusion of phosphorus in ferrite. It was already confirmed indeed by the Auger spectroscopy, that particularly phosphorus segregates in such type of tool steel. Romhányi and coworkers<sup>4</sup> found up to 6 % of phosphorous and 1 % of sulphur as well as traces of nitrogen and antimony on the grain boundaries in 5 wt.-% chromium tool steel, austenitized at 1100°C, quenched and tempered at 600°C for 2 hours. The Auger spectrum shown in Fig. 3 proved, that the segregation of phosphorus and sulphur is in correlation with the enrichment of chromium (8–9 %), vanadium (approx. 2 %) and molybdenum (3–5 %). Further, the strong carbon peak (8–9 %) with partly carbide structure is remarkable. The Auger peaks exhibit slight local fluctuation, but the correlation of the chromium peak with the sum of phosphorus + sulphur segregated should be underlined.

The already mentioned changes in the impact values are also reflected in fracture surfaces morphology. After tempering twice at 710°C for 2 hours with intermediate

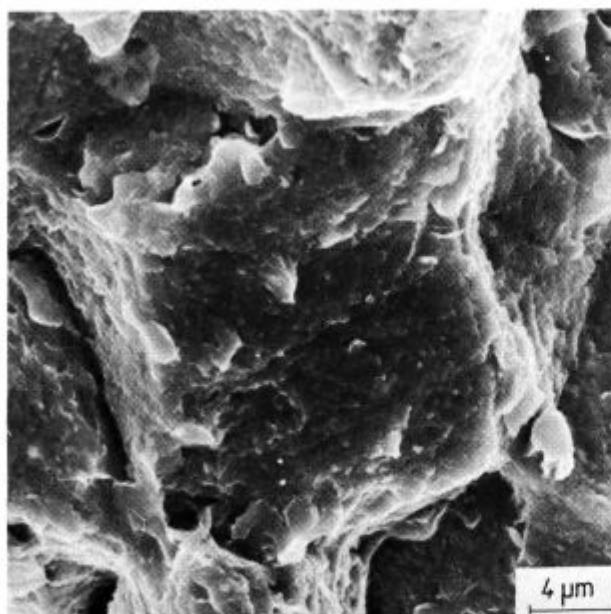


Slika 4:

Fraktografski posnetek Charpyjevega preizkušanca, kaljenega in dvakrat popuščenega pri 710°C, z vmesnim podhlajenjem v tekočem dušku

Fig. 4

Fractographs of Charpy specimen, quenched and tempered twice at 710°C with intermediate undercooling in liquid nitrogen.



Slika 5:

Fraktografski posnetek Charpyjevega preizkušanca, kaljenega in dvakrat popuščenega pri  $710^{\circ}\text{C}$ , z vmesnim podhlajenjem, nato dodatno popuščenega 24 ur pri  $600^{\circ}\text{C}$ . Interkristalno krhko

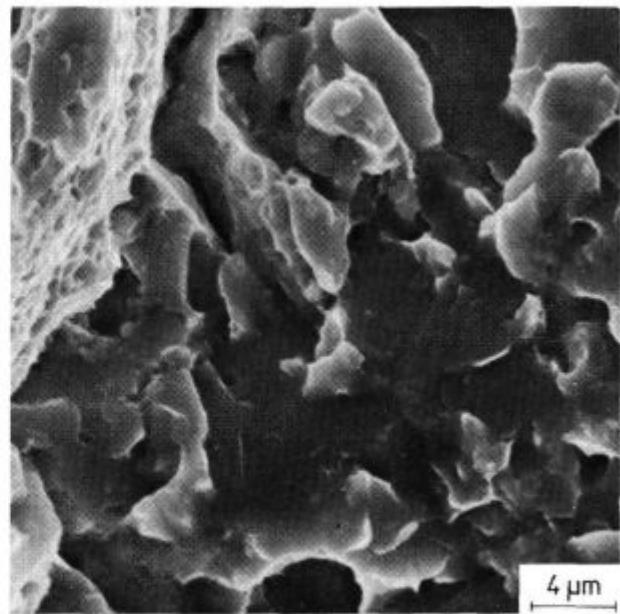
Fig. 5

*Fractographs of Charpy specimen, quenched and tempered twice at  $710^{\circ}\text{C}$  with intermediate undercooling, then additionally tempered at  $600^{\circ}\text{C}$  for 24 hours. Intercrystalline brittle.*

V literaturi<sup>5–8</sup> so bili kot najvažnejši identificirani precipitati v kaljenem in pri povišanih temperaturah popuščenem orodnem jeklu s 5 % kroma, navedeni  $M_2\text{C}$ ,  $M_7\text{C}_3$  ter  $M_6\text{C}$ . Okuno<sup>7</sup> je ugotovil, da so v orodnem jeklu H-13, kaljenem v olju in popuščenem pri  $600^{\circ}\text{C}$ , le karbidi MC in  $M_6\text{C}$ , karbide  $M_7\text{C}_3$  v obliki aglomeriranih zrn najdemo po popuščanju pri višjih temperaturah, med 600 in  $650^{\circ}\text{C}$ .

Tip precipitatov je bil določen z uporabo TEM in EDS analize, kot tudi z rentgensko difrakcijsko tehniko, upoštevaje pri tem citirane podatke, nanašajoče se na termično zgodovino jekla. Rentgenska difrakcija elektrolitskega izolata odkrije v jeklu, ki je bilo kaljeno in med dvakratnim popuščanjem pri  $710^{\circ}\text{C}$  še podhlajeno, karbide  $M_7\text{C}_3$  in  $M_6\text{C}$  v enakem deležu. Elektronski posnetek mikrostrukture tega vzorca jekla, prikazan na sliki 7, kaže značilno substrukturo visoko popuščenega martenzita, sestavljeno iz malih podzrn, nanizanih vzdolž prvotnih martenzitnih igel, vrste precipitatov v glavnem vzdolž meja podzrn in redke precipitate v letvicah martenzita.

Po dodatnem popuščanju istega jekla 24 ur pri  $600^{\circ}\text{C}$  smo ugotovili majhen porast količine karbidov  $M_6\text{C}$ , posledično pa je bila zmanjšana količina karbidov, vrste  $M_7\text{C}_3$ . Posamični precipitati  $M_6\text{C}$  so bolj grobi, vendar pa število precipitatov vzdolž meja podzrn ter vzdolž letvic ostaja skoraj nespremenjeno (slika 8). Relativno majhna razlika v količini in obliki karbidov ne more biti odgovorna za povsem drugačno morfologijo preloma, povzročeno z dodatnim popuščanjem jekla 24 ur pri temperaturi  $600^{\circ}\text{C}$ . Pri EDS analizi smo pozornost usmerili zlasti na precipitate na mejah podzrn in med letvicami, ker bi lahko bili povezani s potjo razpoke. Tipični EDS spekter precipitata v jeklu, ki je bilo po kaljenju in dvakratnem popuščanju pri  $710^{\circ}\text{C}$ , z vmesnim podhlaje-



Slika 6:

Fraktografski posnetek Charpyjevega preizkušanca, kaljenega in dvakrat popuščenega pri  $710^{\circ}\text{C}$ , z vmesnim podhlajenjem, nato dodatno popuščenega 24 ur pri  $600^{\circ}\text{C}$ . Kvaziceplino s posamičnimi duktilnimi grebeni

Fig. 6

*Fractographs of Charpy specimen, quenched and tempered twice at  $710^{\circ}\text{C}$  with intermediate undercooling, then additionally tempered at  $600^{\circ}\text{C}$  for 24 hours. Quasi-cleavage and single ductile tearing.*

undercooling in liquid nitrogen, the fracture surface is small dimpled and transgranular, therefore ductile (Fig. 4). After an additional tempering at  $600^{\circ}\text{C}$  for 24 hours, the cracks propagation path changed and an intergranular fracture along preaustenite grain boundaries (Fig. 5) quasi-cleavage fracture details and single ductile tearing are observed too (Fig. 6).

In references<sup>5–8</sup> the main precipitates present in as quenched and at elevated temperature tempered 5 wt.-% chromium tool steel were identified as  $M_2\text{C}$ ,  $M_7\text{C}_3$  and  $M_6\text{C}$ . Okuno<sup>7</sup> established that in oil quenched and at  $600^{\circ}\text{C}$  tempered H-13 tool steel only carbides MC and  $M_6\text{C}$  are found.  $M_7\text{C}_3$  carbides in shape of agglomerated grains are found after tempering at higher temperatures between  $600^{\circ}\text{C}$  and  $650^{\circ}\text{C}$ .

The type of precipitates was established using TEM and EDS analysis as well as X-ray diffraction technique, also considering the quoted data relating to the thermal history of the steel. X-ray diffraction of electrolytic isolate revealed in steel, as quenched and tempered twice at  $710^{\circ}\text{C}$  with intermediate undercooling,  $M_7\text{C}_3$  and  $M_6\text{C}$  carbides in equal portion. Electron micrographs of this specimen in Fig. 7 show a characteristic substructure of high-tempered martensite, consisting of small subgrains arranged along the former martensite needles, rows of precipitates mainly along the subgrain boundaries and rare intralath precipitates.

After additional tempering of the same steel for 24 hours at  $600^{\circ}\text{C}$  a small increase of the quantity of  $M_6\text{C}$  carbides and consequential decrease of the quantity of  $M_7\text{C}_3$  precipitates are found. Some  $M_6\text{C}$  precipitates are coarser, however the number of precipitates along lath and subgrain boundaries remains nearly unchanged (Fig. 8). The relatively small difference in quantity and size of carbides couldn't be responsible for

**Slika 7:**

TEM mikrografski posnetek jekla Č.4751, kaljenega in dvakrat popuščenega pri  $710^{\circ}\text{C}$ , z vmesnim podhlajenjem v tekočem dušiku.

**Fig. 7**

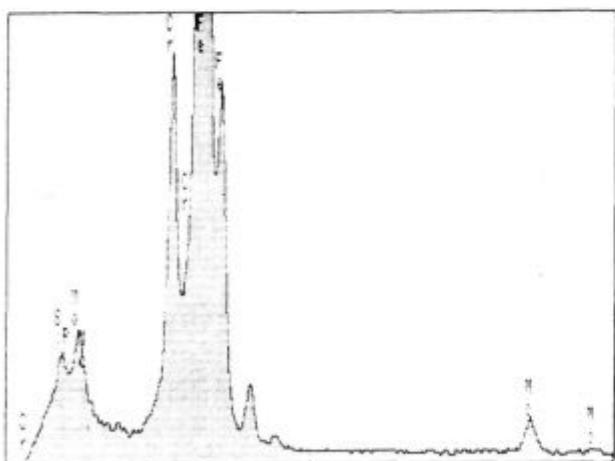
*TEM micrographs of steel Č.4751, quenched and tempered twice at  $710^{\circ}\text{C}$  with intermediate undercooling in liquid nitrogen.*

**Slika 8:**

TEM mikrografski posnetek jekla Č.4751, kaljenega in dvakrat popuščenega pri  $710^{\circ}\text{C}$ , z vmesnim podhlajenjem, nato dodatno popuščenega 24 ur pri  $600^{\circ}\text{C}$ .

**Fig. 8**

*TEM micrographs of steel Č.4751, quenched and tempered twice at  $710^{\circ}\text{C}$  with intermediate undercooling, then additionally tempered at  $600^{\circ}\text{C}$  for 24 hours.*

**Slika 9:**

Značilni EDS rentgenski spekter medplastja martenzita letvica/karbida v jeklu Č.4751, kaljenem in dvakrat popuščenem pri  $710^{\circ}\text{C}$ , z vmesnim podhlajenjem, nato dodatno popuščenem 24 ur pri  $600^{\circ}\text{C}$ .

**Fig. 9**

*Characteristic EDS X-ray spectrum of martensite lath/carbide interface in steel Č.4751, quenched and tempered twice at  $710^{\circ}\text{C}$  with intermediate undercooling, then additionally tempered at  $600^{\circ}\text{C}$  for 24 hours.*

*the completely different fracture morphology produced by the additional tempering of steel for 24 hours at  $600^{\circ}\text{C}$ .*

*At EDS X-ray analysis the attention was focused on precipitates at lath and subgrain boundaries, because they could be connected to the crack path. A typical EDS spectrum for a precipitate in steel, quenched and tempered twice at  $710^{\circ}\text{C}$  with intermediate undercooling then additionally tempered at  $600^{\circ}\text{C}$  for 24 hours, is shown in Fig. 9. It is characteristic for chromium rich carbide but it is not clear whether iron and molybdenum are detected from carbide phase or from the matrix. By focusing the beam to the martensite lath/carbide interface, the strong peak of silicon and phosphorus was regularly detected. The peak of sulphur could be covered with that of molybdenum. For this reason it is not possible to detect an eventual segregation of sulphur at grain boundaries.*

#### 4. DISCUSSION

*Temper embrittlement of Č.4751 tool steel is easily provoked when the high-tempered steel with post-martensitic microstructure is additionally tempered for a few hours at  $600^{\circ}\text{C}$ .*

*Fracture morphology of additionally tempered steel changes from transcrystalline and ductile into mixed mode i. e. intercrystalline and quasi-cleavage transcrys-*

vanjem, še dodatno popuščeno 24 ur pri temperaturi 600°C, je prikazan na **sliki 9**. Spekter je značilen za s kromom bogat karbid, čeprav ni jasno, ali sta železo in molibden detektirana iz karbidne faze ali iz osnove. S fokusiranjem snopa na mejo martenzita letvica/površina karbida smo redno zabeležili močan silicijev in fosforjev pik. Pik, ki pripada žveplu, bi bil lahko prekrit z molibdenovim pikom. Iz tega razloga ni mogoče zaznati morebitnih segregacij žvepla na mejah zrn.

#### 4. RAZPRAVA

Popustna krhkost orodnega jekla Č.4751 lahko povzročimo tako, da pri visokih temperaturah popuščeno jeklo s postmartenitno mikrostrukturo dodatno popuščamo nekaj ur pri temperaturi 600°C. Morfologija preloma dodatno popuščenega jekla se spremeni od transkristalne duktilne v mešano obliko, to je interkristalno ter kvazicepilno transkristalno. Med duktilnim in krhkim jekлом pa nismo opazili nobene pomembne razlike, nanašajoče se na morfologijo ter sestavo karbidnih precipitatorov.

Iz rentgenske EDS analize sledi, da vsebnost molibdена v trdni raztopini ni bila bistveno spremenjena z dodatnim popuščanjem nekaj ur pri 600°C. Po drugi strani je očvidno, da prisotnost molibdена v trdni raztopini ni v celoti preprečila segregiranja fosforja na notranjih površinah. Segregiranje fosforja se pojavlja vzporedno s segregiranjem silicija, aktivacijska energija za volumsko difuzijo silicija v feritu (258 kJ/mol) pa je mnogo višja od aktivacijske energije za volumsko difuzijo fosforja v feritu (167 kJ/mol). Ako bi segregacije obeh elementov, silicija in fosforja, imelo enak učinek, bi pričakovali, da bo kinetika porajanja krhkosti kontrolirana z difuzijo počasnejšega silicija na meje kristalnih zrn. Dejstvo, da je kinetika krhkosti kontrolirana z difuzijo fosforja, bi lahko razložili na dva načina, bodisi tako, da ima segregiranje silicija le manjši vpliv na energijo loma, bodisi z naravo segregiranja silicija, ki naj bi bila drugačna od fosforjeve, namreč neodvisna od volumske difuzije.

Stopnjevanje krhkosti zaradi sočasne prisotnosti fosforja in silicija v jeklu je omenjeno tudi v referencah 1 in 8. Ugotovljeno je bilo še, da bi silicij lahko vplival na tvorbo karbidov, vrste  $M_6C$  (ref. 5). Segregiranje silicija ter precipitiranje karbidov  $M_6C$  na mejah in v medplastjih smo opazili tudi mi. Tega pa še ne moremo imeti za dokaz, da segregiranje silicija vpliva tudi na tvorbo karbidov  $M_6C$ , saj smo našli na mejah zrn in med letvicami martenzita tudi karbidne precipitate, vrste  $M_7C_3$ .

#### 5. SKLEPI

Popustna krhkost visoko popuščenega orodnega jekla Č.4751 s postmartenitno mikrostrukturo je nastala zaradi segregiranja fosforja na primarnih mejah avstenitnih zrn, kot tudi na različnih drugih medplastjih. Posledica tega je interkristalni oziroma krhek transkristalni prelom jekla.

Sočasno s segregiranjem fosforja je bilo opaženo tudi segregiranje silicija. Segregiranje silicija ter izločanje karbidov ima sicer lahko pomembno vlogo v procesu nastajanja krhkosti, vendar pa ugotovljena aktivacijska energija, približno 160 kJ/mol, izhajača iz časovno-temperaturne odvisnosti poslabšanja žilavosti zaradi dodatnega popuščanja, dokazuje, da je difuzija fosforja v feritu odločujoči dejavnik, ki kontrolira kinetiko krhkosti.

talline respectively. No significant distinction in morphology and composition of carbide precipitates is observed between ductile and brittle state of steel. From EDS X-ray analysis ensues that the content of molybdenum in solid solution was not substantially modified at the additional tempering for a few hours at 600°C. On the other hand, it is evident that the presence of molybdenum in solid solution did not prevent entirely the interfacial segregation of phosphorus. The segregation of phosphorus occurs simultaneously with that of silicon. The activation energy of bulk diffusion of silicon in ferrite (258 kJ/mol) is much greater than that for bulk diffusion of phosphorus (167 kJ/mol). If the segregation of both elements, silicon and phosphorus, had the same effect one would expect that the kinetics of embrittlement would be controlled by the diffusion of the slower silicon towards grain boundaries. The fact that the kinetics of embrittlement is controlled by the diffusion of phosphorus could be explained in two ways, either the segregation of silicon has only a minor effect on fracture energy or that the nature of silicon segregation is different from that of phosphorus, i. e. independent of bulk diffusion. An enhanced embrittlement due to the simultaneous presence of phosphorus and silicon in steel is quoted also in ref. 1 and 8. It was also found that silicon could even affect the formation of carbides of  $M_6C$  type<sup>5</sup>. The presence of a segregation of silicon and precipitates of the  $M_6C$  carbide at boundaries and interfaces was also observed in this work. This could not be considered as evidence that the segregation of silicon did affect the formation of  $M_6C$  carbide, since precipitates of  $M_7C_3$  carbide were found on grain boundaries and martensite lath interfaces.

#### 5. CONCLUSIONS

Temper embrittlement of Č.4751 tool steel with high-tempered post-martensitic microstructure was produced by segregation of phosphorus at preaustenite grain boundaries as well as at other different interfaces. This further caused intercrystalline or transcrystalline brittle fracture mode respectively.

A segregation of phosphorus was observed simultaneously with that of silicon. The segregation of silicon and precipitation of carbides may play an important role in embrittlement process, however the activation energy of about 160 kJ/mol derived from time-temperature relationship of toughness reduction because of additional tempering proves that the diffusion of phosphorus in ferrite is a dominant factor controlling the kinetics of embrittlement.

#### LITERATURA/REFERENCES

- W. M. GARRISON, Jr.: Mater. Sci. Technol., 1987, 3, 256–259
- F. VODOPIVEC, L. KOSEC, A. RODIČ in J. RODIČ: Rud. geolog. i metal., 1984, 1, 35–42
- B. ULE, F. VODOPIVEC in A. RODIČ: Žel. metal. zbornik, 1985, 19, (3), 79–83
- K. ROMHANYI, ZS. SZASZ CSH, G. GERGELY and M. MENYHARD: Kristall und Technik, 1980, 15, (4), 471–477
- B. R. BANERJEE: J. Iron Steel Inst., 1965, 203, 166–174
- JIN YU and C. J. McMAHON, Jr.: Metall. Trans. A, 1980, 11A, 277; ibid., 291
- T. OKUNO: Trans. ISIJ, 1987, 27, 51–59
- L. A. NORSTROM and N. OHRBERG: Metals Technol., 1981, 1, 22–26

# Vpliv vroče predelave na drobljenje karbidov in lomno žilavost

## Influence of Hot Working on Carbide Crushing and Fracture Toughness

D. Kmetič<sup>\*1</sup>, B. Ule<sup>\*2</sup>, J. Gnamuš<sup>\*3</sup>, F. Vodopivec<sup>\*2</sup>, B. Arzenšek<sup>\*2</sup>

UDK: 621.7.016.2:669.15-196.58

ASM/SLA: Q6, 3—70, N8r, TSn



Lastnosti ledeburitnih orodnih jekel za delo v hladnem so odvisne od mikrostrukturnih značilnosti. Rezultati raziskave kažejo vpliv pogojev vročega valjanja na velikost ledeburitnih karbidov. Lomna žilavost jekla je izračunana po korelaciji Hahn-Rosenfield.

### 1. UVOD

Ledeburitna orodna jekla za delo v hladnem imajo pred drugimi orodnimi jekli nekatere določene prednosti. Izdelana so na osnovi kroma in so zato sorazmerno poceni. Od teh jekel ima jeklo Č.4150 (OCR 12) zaradi visoke vsebnosti kroma (12 %) in ogljika (2 %) zelo dobro obrabno odpornost, visoko trdoto, dobre rezne lastnosti in orodja so dimenzijsko stabilna. Poleg teh lastnosti je za orodja kot merilo odpornosti proti nenačemu lomu zelo pomembna žilavost jekla.

S klasičnim Charpyjevim preizkusom ni mogoče eksaktно opredeliti krhkosti loma ledeburitnih jekel. V linearni elastomehaniki je razvitih več metod za določitev kritične intenzitete napetosti, ki jo imenujemo lomna žilavost  $K_{Ic}$ . Lomna žilavost materiala kaže povezano med napetostmi v materialu in velikostjo napak. Zato so za lomno žilavost jekla Č.4150 zelo pomembne mikrostrukturne značilnosti. V poboljšanem stanju ima jeklo v matici iz popuščenega martenzita in zaostalega avstenuita ledeburitne karbide  $M_2C_3$  in drobne sekundarne karbide.

Jeklo se vroče preoblikuje predvsem s kovanjem, za večje orodne plošče pa je z ekonomskoga stališča ustrezejše valjanje. Velikost in razporeditev ledeburitnih karbidov v matici je odvisna od pogojev litja, strjevanja in termomehanskih pogojev vroče predelave.

### 2. EKSPERIMENTALNO DELO

#### 2.1. Značilnosti vročega valjanega jekla

Jeklo Č.4150 ima vitem stanju zelo nehomogeno mikrostrukturo z izrazito mrežo ledeburitnih karbidov, ki je nastala v meddendritskih prostorih. Med vročim kovanjem in nadaljnji valjanjem se povprečna velikost ledeburitnih karbidov zaradi drobljenja zmanjšuje, delno pa se tudi prerazporedijo.

The properties of ledeburitic cold work tool steels depend upon the characteristics of the microstructure. The results of the investigation confirm the influence of hot-rolling conditions on the size of massive carbides. Fracture toughness of steel is calculated according to the Hahn-Rosenfield correlation.

#### 1. INTRODUCTION

Ledeburitic cold work tool steels have some advantages in comparison with other tool steels. The base of ledeburitic cold work tool steels is chromium which makes them relatively cheap to produce. One of them, the steel Č.4150 (OCR 12), due to its high content of chromium (12 %) and carbon (2 %), has a very good wear resistance, a great hardness and good cutting properties, and the dimensions of the tools are stable. Besides these properties, the toughness of steel is very important for tools as a criterion of resistance to fast fracture.

The brittleness of ledeburitic tool steels cannot be exactly established by the classical Charpy test. In linear elastomechanics several methods were developed to calculate the critical stress intensity factor called fracture toughness  $K_{Ic}$ . The fracture toughness of the material is related to the stresses and the size of defects within the material. The microstructure characteristics are therefore very important for the fracture toughness of steel Č.4150. In quenched and subsequently tempered state this steel shows massive carbides  $M_2C_3$  and small-sized secondary carbides in a matrix of tempered martensite and retained austenite.

Steel is hot worked, primarily by forging, whereas from the economic point of view rolling is more suitable for larger tool plates. The size and the distribution of massive carbides in the matrix depend upon the conditions of casting, solidification and upon the thermomechanical conditions of hot working.

### 2. EXPERIMENTAL

#### 2.1. Characteristics of Hot-Rolled Steel

The steel Č.4150 as cast has a very non-homogeneous microstructure with a marked network of massive carbides occurring in interdendritic spaces. In hot forging and subsequent rolling the average size of massive carbides decreases due to crushing and a rearrangement of carbides also occurs. In hot-rolling the differences between the mechanical properties of the matrix and the carbide phase are heightened (1, 2). Massive carbides

<sup>\*1</sup> Dimitrij Kmetič, dipl. ing. met., Metalurški inštitut Ljubljana, Lepi pot 11, 61000 Ljubljana

<sup>\*2</sup> SZ — Metalurški inštitut Ljubljana

<sup>\*3</sup> SZ — Železarna Ravne

\*\* Originalno publicirano: ZZB 24 (1990) 1

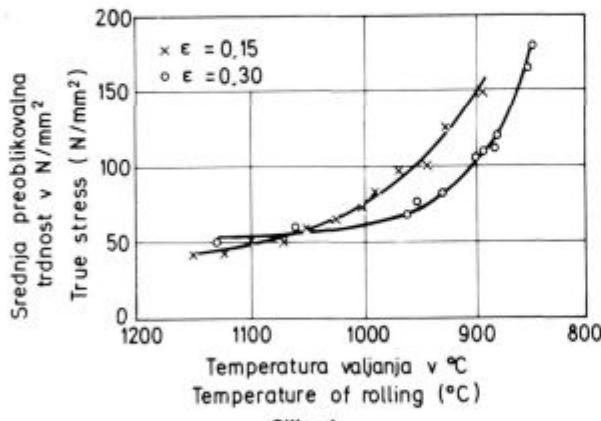
\*\*\* Rokopis sprejet: november 1989

Pri vročem valjanju pridejo do izraza razlike v mehanskih lastnostih med matico in karbidno fazo (1, 2). Ledeburitni karbidi so zelo trdi in krhki, imajo visoko trdnost in visok modul elastičnosti. Matica ima precej manjšo trdnost, trdnost in modul elastičnosti. V temperaturnem področju vročje predelave se mehanske lastnosti matice in karbidov spreminja (4). Na drobljenje karbidov pa vpliva predvsem utrjevanje matice zaradi plastične deformacije. Sicer pa je drobljenje karbidov odvisno od več dejavnikov: od mejne površinske napetosti, velikosti karbidnih zrn, razdalje med njimi, njihove orientacije in termomehaničnih pogojev valjanja (temperatura, velikosti parcialnih deformacij in skupne deformacije, hitrost deformacije). Med valjanjem delujejo največje napetosti pravokotno na silo valjanja, to je v smeri valjanja. Zato karbidi najpogosteje pokajo na smer največje napetosti.

Na sliki 1 je prikazana odvisnost srednje preoblikovalne trdnosti od temperature valjanja in specifične stopnje parcialnih deformacij. Srednjo deformacijsko trdnost smo izračunali iz meritev sile valjanja, višine valjčne reže, električne obremenitve motorja in momenta na gredi pogonskih valjev. Hitrost deformacije je bila  $\dot{\epsilon} = 5 \text{ s}^{-1}$ . Odpor proti deformaciji se do temperature  $1050^\circ\text{C}$  malo razlikuje glede na 15 in 30 % stopnjo parcialnih deformacij. Pri nadaljnjem zniževanju temperature valjanja se jeklo pri 15 % parcialnih deformacijah hitreje utruje in ima zato večjo preoblikovalno trdnost. V matici poteka le poprava, pri večjih parcialnih deformacijah pa poteka tudi rekristalizacija. Odpor proti deformaciji pri temperaturah pod  $900^\circ\text{C}$  zelo hitro raste. Tudi pri večjih parcialnih deformacijah matica ne rekristalizira. Matica se pri valjanju pod  $880^\circ\text{C}$  tako utrdi, da se ne more več plastično deformirati. Mikrorazpoke, ki nastanejo zaradi pokanja karbidov in dekohezije med karbidi in matico, se hitro širijo po utrjeni matici, kar vodi do porušitve valjanca.

Ledeburitni karbidi so v izhodnem stanju zaradi predkovanja poligonalni, usmerjeni v smeri deformacije in deloma razporejeni v trakovih (segregaciji). Pri večjih stopnjah parcialnih redukcij je število zdrobiljenih karbidov večje. Z zniževanjem temperature valjanja matica le delno rekristalizira ali pa poteka le poprava. Matica se bolj utruje in delež porušenih karbidov je večji. Hitreje pokajo večji karbidi, ker se matica ob teh karbidih bolj utruje in so lokalne napetosti na teh mestih večje.

Na sliki 2 je prikazana povprečna velikost ledeburitnih karbidov v odvisnosti od končne temperature



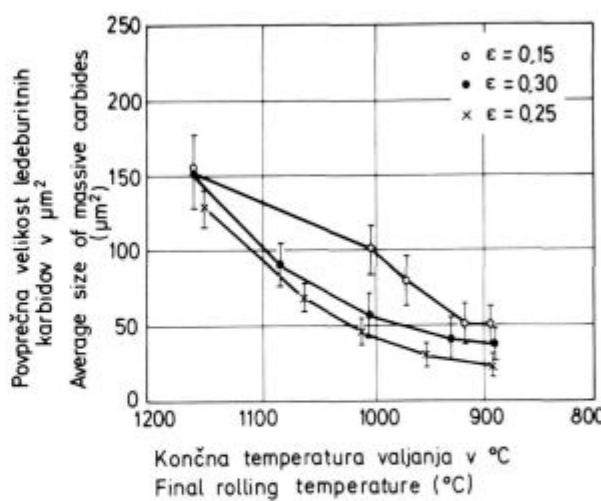
Odvisnost srednje preoblikovalne trdnosti od temperature valjanja

**Slika 1:**  
Dependence of mean true stress upon rolling temperature.

are very hard and brittle, besides they have a high strength and a high Young's modulus. The matrix has a substantially lower hardness, strength and Young's modulus. The mechanical properties of the matrix and of the carbides are modified in the hot working temperature range (4). Carbide crushing is affected primarily by the matrix hardening due to plastic deformation. In fact, carbide crushing depends upon several factors: the interface surface tension, the size of carbide grains and the distance between them, their orientation and the thermomechanical rolling conditions (the temperature, the step of partial deformations and of total deformation). In rolling the highest stresses act perpendicularly upon the rolling force i. e. in the rolling direction. That is why carbides crack most frequently in the direction of the highest stress.

The relationship between the true stress, the rolling temperature and the specific steps of partial deformations is shown in Fig. 1. True stress was calculated by measuring the rolling forces, gaps between the rolls, electrical load of the engine and the moment on the drawing rolls shaft. The rate of the deformation was  $\dot{\epsilon} = 5 \text{ s}^{-1}$ . Up to  $1050^\circ\text{C}$  the resistance to deformation is somewhat different at 15 % and 30 % partial deformation. As the rolling temperature further decreases the steel hardens faster at a 15 % partial deformation and it exhibits a higher true stress. The matrix only undergoes a recovery whereas recrystallization occurs also in the case of larger partial deformations.

The resistance to deformation increases very quickly at temperatures below  $900^\circ\text{C}$ . The matrix does not even recrystallize at larger partial deformations. In rolling below  $880^\circ\text{C}$  the matrix hardens so much that plastic deformation is no longer possible. Microcracks occurring due to carbide cracking and due to decohesion between the carbides and the matrix quickly propagate in the hardened matrix, causing the destruction of the rolled workpiece. At initial state the massive carbides have a polygonal shape due to preforging, they line themselves in the deformation direction and they are distributed in a discontinuous chain type (segregations). The number of crushed carbides is greater resulting on



Povprečna velikost ledeburitnih karbidov v  $\mu\text{m}^2$   
Average size of massive carbides  
Končna temperatura valjanja v °C  
Final rolling temperature (°C)

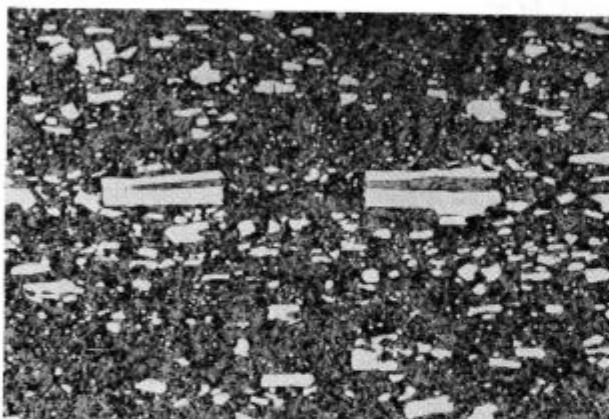
**Slika 2**

Povprečna velikost ledeburitnih karbidov v odvisnosti od končne temperature valjanja. Parcialne redukcije so različne, celotna redukcija je približno enaka

**Figure 2:**  
Dependence of average size of massive carbides upon finish rolling temperature. Partial deformations are different, total deformation is approximately the same.

valjanja za vzorce, deformirane z različnimi parcialnimi deformacijami. Celotna deformacija je bila približno enaka. Povprečno velikost karbidov smo določili na metalografskih posnetkih s pomočjo digitalne tablice in računalniškega programa za vzorčenje likov. Zaradi ročnega očrtovanja drobnih karbidov nismo upoštevali. Menimo, da s tem nismo naredili večje napake, ker ti karbidi ne sodelujejo v procesu drobljenja (3). Na porazdelitev karbidov v trakovih, kar je posledica karbidne mreže, nastale pri strjevanju jekla, s pogoji valjanja ne moremo bistveno vplivati. Opazi pa se, da so karbidi v trakovih drobnejši. Matica se v ozkih pasovih med karbidi hitreje utruje in drobljenje je intenzivnejše.

Pri višjih temperaturah valjanja matica hitro zapolnjuje mikropraznine, ki nastajajo zaradi pokanja karbidov (**slika 3**). Pri nižjih temperaturah valjanja se plastičnost maticice zmanjšuje in matica zato slabše zapolnjuje mikropraznine (**slika 4**). Mikropraznin, nastalih zaradi dekohezije med karbidnimi zrnji in matico, je malo in smo jih opazili na koncih večjih karbidnih zrn. Imajo značilno trikotno obliko.



**Slika 3:**

Matica je zapolnila mikropraznine, nastale pri pokanju karbidov. Končna temperatura valjanja je bila 1080°C (pov. 200×).

**Figure 3:**

*Microvoids occurring at carbide cracking are filled with the matrix. The finish rolling temperature was 1080°C (magnification 200×).*

## 2.2. Lomna žilavost jekla

Mehanske lastnosti smo določili na vzorcih, zvaljanih s petimi 25 % parcialnimi redukcijami v intervalu končnih temperatur valjanja med 1060 in 890°C. Vzorce smo kalili v olju s temperaturo 960°C in nato popuščali pri 210°C. Zaradi precejsnjega deleža zaostalega avstenita ima jeklo boljšo žilavost, kot če je popuščeno pri višjih temperaturah. Rezultati meritev so prikazani v **tabeli 1**.

Izmerjene vrednosti Charpy — V žilavosti ne kažejo večje odvisnosti od velikosti ledeburitnih karbidov in so prenizke, da bi lahko določili vrednosti  $K_{1C}$  s korelacijo Rolfe-Novak. Lomna žilavost smo določili na osnovi rezultatov nateznih preizkusov s korelacijo Hahn-Rosenfield. Ta je podana z izrazom:

$$K_{1C} = (0,05 \cdot \epsilon_r \cdot n^2 \cdot E \cdot \sigma_0 / 3)^{1/2}$$

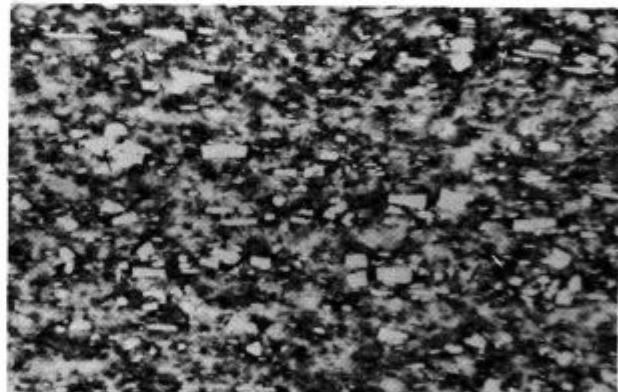
V njem je  $\epsilon_r$  lomna duktilnost jekla. Določena je s kontrakcijo nateznega preizkušanca ( $\epsilon_r = \ln A_0 / A_r$ ). Z n je označen eksponent utrjevanja in je določen z izrazom  $n = \ln (1 + e_u)$ , kjer je  $e_u$  maksimalni enakomerni raztezek, ki ga običajno izražamo kot  $e_u \times 100$  v odstotkih. E je

higher partial deformation step. As the rolling temperature decreases there is either a partial recrystallization of the matrix or a recovery. The matrix hardens more and the number of crushed carbides is greater. The larger carbides crack faster because the matrix around these carbides hardens more and because of the higher local stresses.

**Fig. 2** illustrates the relationship between the average size of massive carbides and the finish rolling temperature of specimens with different partial deformations. The whole deformation was approximately the same in all the cases. The average size of carbides was determined on metallographical snap-shots by digital figure analysis equipment. Small carbides were not taken into consideration because of hand outlining. It is believed that no essential error was done as these carbides do not participate in the crushing process (3).

The rolling conditions cannot essentially affect the distribution of the chain type carbides which result from the carbide network formed during the solidification of steel. However it is observed that the chain type carbides are smaller. The matrix hardens faster in the narrow bands between carbides and crushing is more intensive.

At higher rolling temperatures the matrix rapidly fills the microvoids which occur due to carbide cracking (**Fig. 3**). At lower rolling temperatures the deformability of the matrix is decreased and therefore it cannot fill the microvoids so well (**Fig. 4**). Only a few microvoids occur due to decohesion between the carbide grains and the matrix; these are observed at the edges of larger carbide grains. They are typically triangular in shape.



**Slika 4:**

Matica ni zapolnila mikropraznin, nastalih pri pokanju karbidov. Končna temperatura valjanja je bila 890°C (pov. 200×).

**Figure 4:**

*Microvoids occurring at carbide cracking are not filled with the matrix. The finish rolling temperature was 890°C (magnification 200×).*

## 2.2. Fracture Toughness of Steel

The mechanical properties were determined on rolled workpieces with five partial deformations of 25 % each within finish temperature intervals between 1060 and 890°C. Specimens were quenched in oil at 960°C and subsequently tempered at 210°C. The toughness of steel is better, owing to the substantial quantity of retained austenite, as when tempered at higher temperatures. The results of measurements are shown in **Table 1**.

The measured Charpy-V notch impact values do not wholly depend upon the size of massive carbides and

**Tabela 1:** Rezultati metalografskih in mehanskih preiskav

Končna temperatura valjanja (°C)	Povprečna velikost ledeburitnih karbidov ( $\mu\text{m}^2$ )	Maksimalna velikost ledeburitnih karbidov ( $\mu\text{m}^2$ )	Meja plastičnosti (MNm $^{-2}$ )	Kontrakcija (%)	Maksimalni enakomerni raztezek (%)	Eksponent deformacijskega utrjevanja	Charpy-V žilavost (J)	Lomna žilavost (MNm $^{-3/2}$ )
1060	80	450	1480	4	0.0087	4	3.9	
1010	62	250	1380	5	0.98	0.0098	4	4.8
950	43	180	1460	5	1.5	0.0149	5	7.5
890	32	140	1470	5	1.7	0.0169	5	8.6

**Table 1:** Results of metallographical and mechanical tests

Finish rolling temperature (°C)	Massive carbides average size ( $\mu\text{m}^2$ )	Massive carbides maximum size ( $\mu\text{m}^2$ )	Yield point (MNm $^{-2}$ )	Reduction of area (%)	Maximum uniform elongation (%)	Strain hardening exponent	Charpy V-notch impact energy (J)	Fracture toughness (MNm $^{-3/2}$ )
1060	80	450	1480	4	0.0087	4	3.9	
1010	62	250	1380	5	0.98	0.0098	4	4.8
950	43	180	1460	5	1.5	0.0149	5	7.5
890	32	140	1470	5	1.7	0.0169	5	8.6

modul elastičnosti jekla in  $\sigma_{0.2}$  meja plastičnosti jekla (8). Rezultati lomne žilavosti, ki smo jih dobili s to korelacijo, so dovolj točni. Vrednosti smo določili mnogo enostavnejše, kot pa če bi merili  $K_{IC}$  s standardnimi CT (compact tension) preizkušanci. Iz rezultatov se vidi, da lahko s pogoji vroče predelave vplivamo na velikost ledeburitnih karbidov in s tem na lomno žilavost jekla.

Pri vrednotenju rezultatov pa ne smemo zanemariti vpliva pogojev litja, strjevanja in toplovnih obdelave. Boljšo lomno žilavost jekla Č.4150, ki bi se približala vrednostim, ki jih imajo druga orodna jekla, bi dosegli le z bistveno manjšo povprečno velikostjo ledeburitnih karbidov, brez velikih karbidov in homogenejšo porazdelitvijo po matici.

they are too low to determine  $K_{IC}$  values using the Rolfe-Novak correlation. Fracture toughness was calculated by means of the Hahn-Rosenfield correlation on the basis of tensile tests as follows:

$$1 \quad K_{IC} = (0.05 \cdot \epsilon_f \cdot n^2 \cdot E \cdot \sigma_{0.2}/3)^{1/2}$$

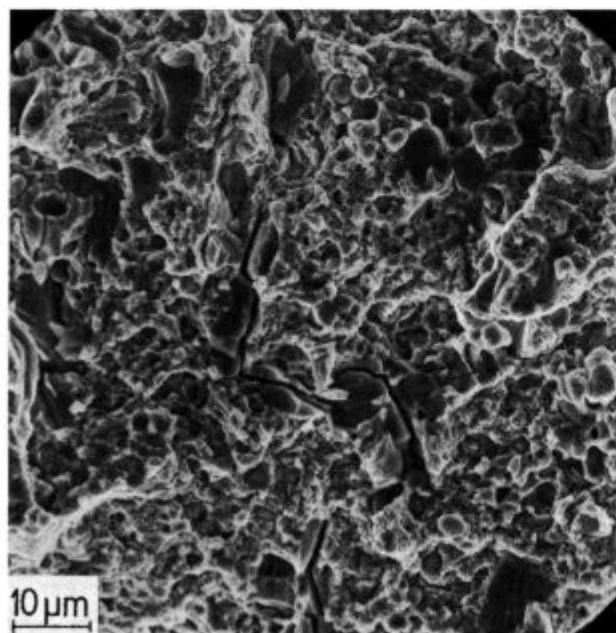
where  $\epsilon_f$  is the fracture ductility of steel. It was calculated from the reduction of area as a proportion between the initial cross-section and the fracture cross-section of the tensile specimen ( $\epsilon_f = \ln a_0/A_f$ ). The strain hardening exponent is calculated by the equation  $n = \ln(1 + e_u)$  where  $e_u$  is the maximum uniform elongation, usually expressed in percentage as  $e_u \times 100$ .  $E$  is the Young's modulus of steel and  $\sigma_{0.2}$  is the yield point of steel (8). The results for fracture toughness given by this correlation are sufficiently accurate. The values for  $K_{IC}$  were much easier determined in this way than using standard compact tension specimens. The results show that the size of massive carbides and therefore the fracture toughness of steel, can be affected by the conditions of hot working.

The influence of casting, solidification and thermal treatment conditions are not to be neglected when evaluating the results. A better fracture toughness of steel Č.4150, such as to be closer to the values of other tool steels, could be obtained only by essentially smaller average sized massive carbides, and a homogeneous distribution in the matrix, without any large carbides.

### 2.3. Morphological Characteristics of Fracture Surfaces

The fracture surface morphology depends upon the characteristics of microstructure phases in steel and their mechanical properties (7). In tempering at low temperatures the matrix retains more austenite and has therefore a better toughness. Due to rough massive carbides, morphological characteristics of fracture surfaces of ledeburitic steels cannot be compared with fracture surfaces of other tool steels.

The density of dislocations in the matrix around larger carbide grains and in narrow matrix bands between chain type carbides is essentially increased due to plastic deformation. Larger massive carbides crack at critical stress below the yield point of the matrix. Besides the larger carbide grains, microvoids

**Slika 5**

Mikrorazpoka v nizu ledeburitnih karbidov

**Figure 5:**

Microcrack in chain-type massive carbide bands.

### 2.3. Morfološke značilnosti prelomov

Morfologija prelomov je odvisna od značilnosti mikrostrukturnih faz v jeklu in njihovih mehanskih lastnosti (7). Matica ima pri nizkih temperaturah popuščanja večji delež zaostalega avstenita in zato boljšo žilavost. Zaradi grobih evtektičnih karbidov morfoloških značilnosti prelomnih površin pri ledeburitnih jeklih ne moremo primerjati s prelomi drugih orodnih jekel.

Zaradi plastične deformacije se v matici okoli večjih karbidnih zrn in v karbidnih nizih, kjer so med karbidnimi zrni le ozki pasovi matice, zelo poveča gostota dislokacij. Pri kritični napetosti, ki je nižja od meje plastičnosti maticice, večji ledeburitni karbidi pokajo. Poleg večjih karbidnih zrn so iniciali za nastanek začetnih razpok tudi mikrorazpraznine, ki so nastale pri pokanju karbidov med vročim valjanjem in jih matica ni zapolnila. Pogoji za združevanje začetnih razpok v mikrorazpokane so ugodnejši v karbidnih nizih, kjer je matica močno utrjena in je manj možnosti, da se mikrorazpokane ustavijo v večjih področjih matice, ki imajo boljšo plastičnost (slika 5). Matica se sicer lomi duktilno, deformacija matice pa je zelo majhna, kar je sicer značilno za prelome visokolegiranih orodnih jekel. Martenzit z visoko vsebnostjo ogljika je trši in ima slabšo žilavost.

### 3. ZAKLJUČEK

Povprečna velikost ledeburitnih karbidov je v jeklu Č.4150 manjša pri valjanju z večjimi parcialnimi redukcijami in pri nižjih končnih temperaturah valjanja. Pri temperaturah valjanja pod 890°C poteka le poprava in matica se tako utrdi, da ni sposobna za nadaljnjo plastično predelavo.

Lomno žilavost smo določili po korelaciji Hahn-Rosenfield iz rezultatov nateznih preizkusov. Rezultati, ki kažejo odvisnost lomne žilavosti od velikosti ledeburitnih karbidov, so bistveno bolj selektivni kot rezultati žilavosti, izmerjeni s Charpy-V preizkušanci.

Grobi ledeburitni karbidi imajo dominanten vpliv na morfologijo loma. Boljša lomna žilavost, s katero bi se približali vrednostim drugih orodnih jekel, bi lako dobili le z bistveno manjšo povprečno velikostjo ledeburitnih karbidov. Zato bi moralno imeti že jeklo vitem stanju drobenjevje evtektične karbide.

*occurring at carbide cracking and not being filled with the matrix at hot-rolling, also initiate crack nucleation. Initial cracks find better conditions to join into microcracks in chain type carbide bands where the matrix has hardened a great deal and microcracks have therefore less opportunity of arresting in larger matrix areas which have a better deformability (Fig. 5)). Although the matrix undergoes a ductile fracture, its deformation is very small which is typical of fractures of high alloyed tool steels. Martensite with a high content of carbon is harder and exhibits a worse toughness.*

### 3. CONCLUSION

*In steel Č.4150 the average size of massive carbides is smaller when rolling with larger partial deformations at lower finish rolling temperatures. At rolling temperatures below 890°C only a recovery occurs and the matrix hardens to such a degree that it is no longer suitable for further plastic deformation.*

*Fracture toughness was calculated on the basis of tensile tests according to the Hahn-Rosenfield correlation. The results which illustrate the relationship between fracture toughness and the size of massive carbides are far more selective than those for toughness measured with Charpy-V specimens.*

*Rough massive carbides have a dominant influence on fracture morphology. A better fracture toughness, which would be closer to the values of other tool steels, could be obtained only by essentially lower average size of massive carbides. Therefore steel should present smaller massive carbides already as cast.*

### LITERATURA / REFERENCES

1. J. Gurland: Fracture of Metal-Matrix Particulate Composites, Composite Materials, Vol. 5, Academic Press, 1974, 45–93
2. G. A. Cooper: Micromechanics Aspects of Fracture and Toughness, Composite Materials, Vol. 5, Academic Press, 1974, 425–448
3. L. Kosec, F. Kosel, B. Arzenšek: Nestabilnost mikrostrukturnih sestavin pri preoblikovanju in mehanski obdelavi jekel in drugih zlitin, Poročilo FNT, VTOZD Montanistika, Ljubljana, 1985
4. H. Berns: Eisenwerkstoffe mit harten Phasen und erhöhtem Verschleisswiderstand, Stahl u. Eisen, 16, 1985, 812–817
5. G. E. Dieter: Mechanical Metallurgy, International student edition, Mc Graw-hill, 1961
6. J. Rodič: Žilavost in značilnost loma legiranih orodnih jekel, raziskovalni projekt R-7221, SŽ-Železarna Ravne, 1977
7. G. C. Sih, L. Faria: Fracture mechanics methodology, Martinus Nijhoff Publisheres 1984, Haag, Nizozemska
8. B. Ule, J. Vojvodić-Gvardjančić, Š. Strojnik, K. Kuzman: O manj znanih aspektih nateznega preiskusa, Železarski zbornik, št. 2, 1988, 51–58
9. ASTM E 399-74: Standard Method of Test for Plane Strain Fracture Toughness of Metallic Materials, ASTM Standards, Part 10, 505–524
10. I. Katavić: Ispitivanje pukotinske žilavosti tvrdog lijeva, Ljevarstvo 28, 1981, 2, 3–6
11. S. Glubović, L. Kosec: Lomna žilavost ledeburitnega kromovega jekla, Železarski zbornik 22, 147–151, 1988
12. D. Kmetič, F. Vodopivec, J. Gnamuš, M. Torkar, M. Grašič: Procesi vročje predelave jekel z mnogo karbidi, Poročilo MI, Ljubljana 1986 in 1987
13. D. Kmetič, F. Vodopivec, B. Ule, J. Gnamuš: Opredelitev pogojev vročje predelave kromovega orodnega jekla, Poročilo MI, Ljubljana, 1988



Slovenske železarne  
METALURSKI INSTITUT LJUBLJANA  
General organisation scheme

DIRECTOR (J. Rodic)

RESEARCH - Assistant director (F. Vodopivec)

Research for development of materials & products - coordinator (M. Torkar)

Raw materials, ferro-alloys and recycling (G. Todorovic)

Refractories (N. Bacic)

Iron and steel

Special alloys and superalloys

Non ferrous materials

Semi and final products

Research for development of technology & production systems  
- coordinator (B. Korousic)

Metallurgy of iron and steel (V. Presern)

Steel production and continuous casting (F. Debelak)

Theory of metallurgical processes (K. Smajic)

Non ferrous metallurgy (B. Breskvar)

Powder metallurgy and rapid cooling (B. Sustarsic)

Foundry (V. Ursic)

Plastic working and heat treatment (M. Kmetic)

Cold and hot drawing (B. Arzensek)

Heat treatment (V. Leskovsek)

Metallurgy in mech. engineering (B. Ule)

Energy, heating technique, furnaces (B. Glogovac)

Research laboratories & expert analyses - coordinator (L. Vehovar)

Chemistry (A. Osojnik)

Corrosion & tribology (L. Vehovar)

Mechanical & physical testing (J. Zvokelj)

Metallography (A. Rodic)

Mechanical workshop (J. Tavcar)

Other laboratories

PILOT PLANT PRODUCTION & TECHNOLOGICAL ENGINEERING

Technological laboratories and mini-production for research and development  
- coordinator (D. Gnidovec)

Vacuum, fluidized bed and special heat treatment  
- head of laboratory (V. Leskovsek)

Electro slag remelting - coordinator (B. Korousic)

PM & RC laboratory - head of laboratory (B. Sustarsic)

Pilot plant VIP - HCC - head of dept. (K. Habijan)

Tecnological engineering MIL - coordinator (V. Presern)

COMMON SERVICES

Information and documentation center - coordinator (A. Kveder)

Development of computer modelling & simulation techniques  
(M. Lovrecic)

Financial, accounting & book keeping services (E. Strmole)

Administration (J. Filipcic)



# Hladno preoblikovanje konti litega jekla

## Cold Working of Continuously Cast Steel

B. Arzenšek<sup>\*1</sup>, A. Rodič<sup>\*2</sup>, J. Žvokelj<sup>\*2</sup>

UDK: 621.74.047-426:621.778.011:669.15-194.56

ASM/SLA: Q23q, 1—67, STb, D9q, 4—61

*Postopek konti ulivanja tankih profilov jekel in drugih zlitin je novejši način izdelave predvsem specialnih in slabo preoblikovalnih materialov. Postopek bo že v kratkem uveden na Metalurškem inštitutu, v bodoče pa verjetno tudi v slovenskih železarnah.*

*Jeklo ima vitem stanju slabe preoblikovalne sposobnosti. V raziskavi smo ugotavljali vlečne sposobnosti konti lite avsténitne nerjavne žice. Cilj raziskave je bil ugotoviti največje deformacije, ki jih lito jeklo pri vlečnju prenese, in vpliv deformacije ter temperature na rekristalizacijo litega jekla.*

### 1. UVOD

Postopek konti ulivanja žice je iz tehnološkega in ekonomskega stališča zelo primeren in perspektiven način izdelave tankih profilov jekel in zlitin. Iz tehnološkega zato, ker vsa vroča predelava odpade, iz ekonomskega pa, ker je konti lita žica precej cenejša od klasično izdelane. Pri postopku konti ulivanja ima jeklo oziroma žica lito mikrostrukturo, ki ima precej slabše preoblikovalne sposobnosti kot klasično izdelana, vroča valjana žica. Ker moramo tako žico zaradi nadaljnje predelave v hladnem največkrat še naprej vleči do tanjših dimenzijs, smo v raziskavi ugotavljali njene preoblikovalne sposobnosti. Preizkušali smo uvoženo konti lito avsténitno nerjavno žico, vrste AISI 304, premera 8,1 mm, ki je v odstotkih vsebovala: 0,03 C, 19,1 Cr, 9,2 Ni, 0,14 Nb in 0,13 N. Preoblikovalne sposobnosti jekla smo ugotavljali s krivuljami tečenja, s preizkusi vlečenja in metalografskimi preiskavami.

### 2. MIKROSTRUKTURNNE IN PREOBLIKOVALNE LASTNOSTI KONTI LITE ŽICE

Konti lita žica se razlikuje od klasično izdelane valjane žice po stanju površine žice, po mikrostrukturi, preoblikovalnih lastnostih jekla in poroznosti sredine litega jekla.

#### 2.1. Površina konti lite žice

Na površini konti lite žice so vidne drobne vdolbine, podobne razpokam (**slika 1**), ki nastanejo pri strjevanju jekla na koncu kristalizatorja. Medsebojna oddaljenost

*Continuous casting of thin sectional steels and other alloys is a modern production process primarily for special materials with poor deformability. This process will soon be applied at the Institute of Metallurgy and probably also in Slovene steelworks in the near future.*

*Because the cold deformability of cast steel is limited the drawing capability of continuously cast stainless steel wire with an austenitic microstructure was examined. The aim of this was to determine the maximum strain achievable in drawing cast steel as well as the influence of strain and temperature on its recrystallization.*

### 1. INTRODUCTION

*From the technological and economic point of view the production of continuously cast wire is a very suitable and prospective way of manufacturing thin sectionals steels and alloys. From the technological point of view it is suitable because hot working becomes unnecessary, and from the economic point of view, because wire cast continuously is considerably cheaper than wire produced conventionally. Steel, e.g. wire produced by continuous casting, has a microstructure with essentially worse deformability than conventionally manufactured hot-rolled wire. As continuously cast wire must be additionally drawn to smaller diameters for further cold working, wire deformability was examined. Imported continuously cast wire from austenitic stainless AISI 304 steel with 0,03 % C, 19,1 % Cr, 9,2 % Ni, 0,14 % Nb and 0,13 % N with a diameter of 8,1 mm was tested. The deformability of the steel was determined by flow curves, drawing tests and by metallographic research.*

### 2. MICROSTRUCTURE AND DEFORMABILITY OF CONTINUOUSLY CAST WIRE

*Continuously cast wire differs from conventionally made rolled wire in wire surface quality, microstructure, deformability and porosity of the cast core.*

#### 2.1 The Surface of Continuously Cast Wire

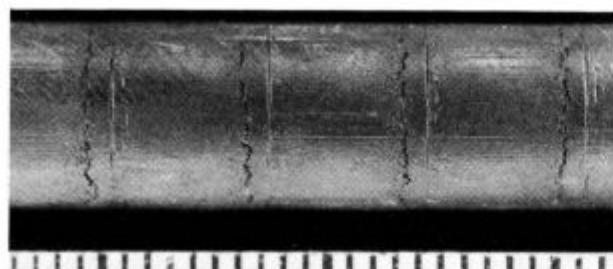
*Shallow circumferential marks are visible on the surface of continuously cast wire (**Fig. 1**). These marks, which look like fissures, appear when steel solidifies at the end of the mould. The distance between them depends upon the stroke (frequency) of the drawing device. The circumferential marks are deeper when using older equipment with lower frequencies, whereas these marks could completely disappear by using new*

<sup>\*1</sup> Boris Arzenšek, dipl. ing. met., Metalurški inštitut Ljubljana, Lepi pot 11, 61000 Ljubljana

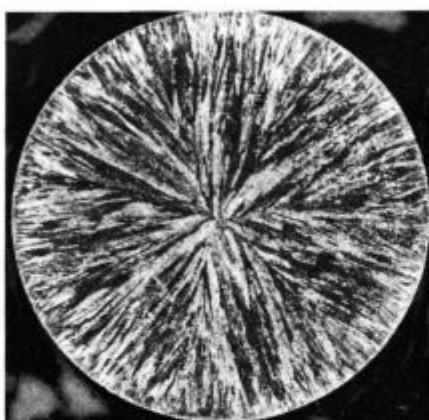
<sup>\*2</sup> SZ-Metalurški inštitut Ljubljana

\*\* Originalno publicirano: ŽEB 24 (1990) 1

\*\*\* Rokopis sprejet: november 1989



**Slika 1:**  
Površina konti lite žice  
**Fig. 1:**  
Continuously cast wire surface



**Slika 2:**  
Makroposnetek konti lite žice po litju (pov. 10x)  
**Fig. 2:**  
Macrostructure of continuously cast steel (magn. 10x)

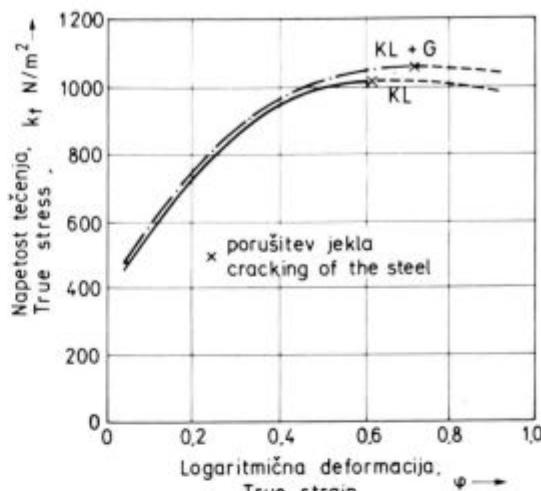


**Slika 3:**  
Mikroposnetek konti lite žice po litju (pov. 50x)  
**Fig. 3:**  
Microstructure of continuously cast steel (magn. 50x)

vdolbin je odvisna od koraka (frekvence) vlečnega mehanizma. Pri starejših napravah z manjšimi frekvencami so vdolbine večje, pri novejših, tudi pri napravi, ki bo že v kratkem pričela redno obratovati na Metalurškem inštitutu, pa pri večjih frekvencah vdolbine lahko popolnoma odpravimo (2,3).

## 2.2. Mikrostrukturne lastnosti

Mikrostruktura konti lite žice je sestavljena iz zelo tanke plasti globulitnih kristalov in transkristalov, ki so



**Slika 4:**  
Napetosti tečenja konti litega jekla AISI 304 pred gašenjem in po njem (KL-konti lito, G-gašeno)  
**Fig. 4:**  
Flow stress curves of continuously cast AISI 304 steel before and after annealing (KL-continuously cast, G-annealed)

equipment with higher frequencies, like that which will soon be operating at the Institute of Metallurgy (2,3).

## 2.2 Characteristic of Microstructure

The microstructure of continuously cast wire consists of a very thin layer of globulitic crystal grains and columnar crystals orientated towards the centre of the wire (Fig. 2,3) which can be partly porous. However, this porosity is totally eliminated by further working (1).

## 2.3 Deformability of Continuously Cast Wire

Deformability of continuously cast wire was specified by yield stress curves obtained by the compression of test pieces made from continuously cast wire (Fig. 4). Cast wire as well as previously quenched wire were tested in order to determine the necessity of quenching owing to improved deformability. The highest linear strains of continuously cast wire are between 40 and 45 %, which is approximately half the strain obtainable in conventionally made wire with a similar chemical composition. Continuously cast and quenched wire withstand a strain which is only a few percentage points higher than that of unquenched wire, which means that quenching after continuous casting is not essential to improve deformability. The low reduction of area which was observed during the tension test of continuously cast wire, also confirms the bad deformability of such wire. The reduction in area was only 15 %, which is considerably lower than that of conventionally made wire with a similar chemical composition which gives a reduction in area of over 60 %.

## 2.4 Drawing of Continuously Cast Wire

Drawing tests were made on about 2 m long wire pieces, which were drawn from one coil to another. Before drawing, the wire surface was covered with Tehnolin and Stearat powder, which is a standard lubricant used in drawing stainless steels. The velocity of drawing was 0.24 m/s and the drawing reduction was 20 to 25 %. Continuously cast wire was drawn to the highest possible strain, i. e. until the wire split. Besides the drawing capacity of steel established in the tension test, the dis-

usmerjeni pravokotno na središčnico (**slika 2 in 3**). Sredina konti lite žice je lahko delno porozna, ki pa jo z nadaljnjo predelavo popolnoma odpravimo (1).

### 2.3. Preoblikovalnost konti lite žice

Preoblikovalne sposobnosti konti lite žice smo najprej ugotovljali s krivuljami napetosti tečenja, dobljenimi s stiskanjem preizkušancev, izdelanih iz konti lite žice (**slika 4**). Preizkušali smo žico vitem stanju brez gašenja in po gašenju z namenom, da bi ugotovili, ali je zaradi boljše predelovalnosti žico po litju potrebno gasiti ali ne. Največje specifične deformacije, ki jih konti lita žica prenese, znašajo le 40 do 45 %, kar je približno dvakrat manj kot pri klasično izdelani žici podobne kemične sestave. Gašena konti lita žica prenese le nekaj odstotkov večje deformacije kot negašena, kar pomeni, da žice po konti litju za boljšo preoblikovalnost ni potrebno gasiti. O slabih preoblikovalnih lastnostih preizkušane konti lite žice lahko sklepamo tudi iz nizke kontrakcije, ki smo jo dobili pri trgalnem preizkušu žice. Kontrakcija je znašala le 15 %, kar je precej manj kot pri klasično izdelani žici podobne kemične sestave, kjer znaša več kot 60 %.

### 2.4. Vlečenje konti lite žice

Preizkuse vlečenja smo naredili na približno dva metra dolgih koncih žice in z vlečenjem iz kolobarja v kolobar. Pred vlečenjem smo na površino žice nanesli Tehnolin in stearatni prašek, standardno mazivno prevleko za vlečenje nerjavnih jekel. Hitrost vlečenja je bila 0,24 m/s, redukcije pa so znašale od 20 do 25 %. Konti lito žico smo vlekli do največjih možnih deformacij, do trganja žice. Med vlečenjem smo poleg ugotavljanja vlečnih sposobnosti jekla, spremljali tudi zapolnjevanje vdolbin na površini žice in zapolnjevanje mikroporoznosti na sredini žice.

Največje deformacije, ki smo jih pri vlečenju iz kolobarja v kolobar dosegli, so znašale približno 35 % (pri vlečenju do premera 6,5 mm) in približno 45 % pri vlečenju krajsih koncov žice. Dosegli smo jih pri dvakratnem vlečenju žice. Deformacije, ki smo jih pri vlečenju dosegli, so približno enake deformacijam, doseženim pri stiskanju jekla. Po vlečenju smo žico žarili pri temperaturi 1050 °C in gasili. Pri omenjenem žarjenju je jeklo rekristaliziralo. O rekristalizaciji konti litega vlečenega jekla bomo podrobnejše spregovorili v nadaljevanju. Rekristalizirano žico smo nadalje vlekli pri enakih redukcijah, velikih 20 do 25 %. Vlekli smo jo v štirih vlekih iz premera 6,1 do 3,5 mm. Skupna deformacija je znašala 86 %, kar je deformacija velikostnega reda vlečenja klasično izdelane avstenitne nerjavne žice, zato preizkušane žice nismo več vlekli do tanjših dimenzij. Iz omenjenih rezultatov lahko zaključimo, da ima konti lita žica po vlečenju in rekristalizacijskem žarjenju podobne vlečne sposobnosti kot klasično izdelana žica podobne kemične sestave.

Globina vdolbin, nastalih med litjem žice, se je med vlečenjem zmanjševala tako, da jih pri premeru vlečene žice 5,2 mm, pri redukciji žice  $\epsilon = 60\%$ , pri metalografskem pregledu površine žice nismo več opazili. Podobno je bilo tudi z mikroporoznostjo jekla, ki je pri premeru vlečene žice 5,2 mm, pri zmanjšanju preseka žice približno za polovico, nismo več opazili.

### 3. REKRISTALIZACIJA KONTI LITEGA HLADNO VLEČENEGA JEKLA

Rekristalizacija konti litega hladno vlečenega jekla je odvisna od stopnje deformacije in višine temperature žarjenja. Ker konti lito jeklo prenese precej manjše

appearance of marks on the wire surface as well as the fillings of microporosity in the wire core were also determined. The highest strain attainable while drawing from one coil to another was approximately 35 % (in drawing to a diameter of 6.5 mm) and approximately 45 % in drawing shorter pieces of wire. Such strains were obtained by passing the wire twice. The strains obtained by drawing were similar to the ones obtained in steel compression tests. After drawing, the wire was annealed at 1050 °C and then quenched. During annealing the steel recrystallized. Recrystallization of continuously cast steel will be treated more in detail. The recrystallized wire was further drawn in four passes with nearly the same drawing reduction of about 20 to 25 % from a diameter of 6.1 to 3.5 mm. The total drawing reduction was 86 %, which is the same order of magnitude as for conventionally made stainless steel wire. This is the reason why the tested wire was not further drawn to a smaller diameter.

On the basis of these results it could be concluded, that after drawing and recrystallization annealing, continuously cast wire has the same drawing ability as conventionally made wire with a similar chemical composition.

The depth of circumferential marks which appeared during casting decreased so much during drawing that the marks were no longer visible at metallographic examination of the wire (reduced by  $\epsilon = 60\%$  from a diameter of 5.2 mm). Similarly, the microporosity of the steel was no longer observed when the cross-section of the wire with a diameter of 5.2 mm was reduced approximately by one half.

### 3. RECRYSTALLIZATION OF CONTINUOUSLY CAST COLD-DRAWN STEEL

Recrystallization of continuously cast cold rolled steel depends upon the degree of deformation and the annealing temperature. As continuously cast steel withstands considerably lower strains than conventionally made steel, the purpose of this investigation was to establish the smallest strains and the lowest temperatures at which steel completely recrystallizes. The degree of recrystallization was determined by metallographic observations and hardness measurements. The recrystallization of steel was established at temperatures from 900 to 1050 °C and during a drawing reduction of 9 to 44 %. The most typical microstructures of steel after recrystallization annealing are shown in Fig. 5. At 900 °C steel did not recrystallize until a reduction of 44 % was achieved, whereas at temperatures of 1000 and 1050 °C steel recrystallized already at a reduction of 9 %. Steel drawn after recrystallization recrystallizes at the same temperatures and strains as continuously cast drawn steel.

### 4. CONCLUSIONS

The drawing ability of continuously cast AISI 304 stainless steel wire with an austenitic microstructure was examined. The aim of this was to establish its drawing ability when cast and after recrystallization annealing, as well as the influence of surface conditions and microporosity of the wire core on its drawing ability and its recrystallization properties. To summarize:

- Before drawing for better workability it is not necessary to anneal wires from austenitic AISI 304 stainless steel produced by continuous casting process.

- The total strain of continuously cast steel while drawing reaches 35 to 45 %, i.e. approximately less than half that of conventionally made steel.

deformacije kot klasično izdelano jeklo, smo v raziskavi žeeli ugotoviti tiste najmanjše deformacije in najnižje temperature, ko jeklo še popolnoma rekristalizira. Stopnjo rekristalizacije smo ugotavljali z metalografskimi preiskavami in meritvami trdot. Rekristalizacijo jekla smo ugotavljali pri temperaturah žarjenja od 900 do 1050°C in redukcijah od 9 do 44 %. Najznačilnejše mikrostrukture jekla po rekristalacijskem žarjenju so prikazane na sliki 5. Pri temperaturi 900°C je jeklo rekristaliziralo šele pri stopnji deformacije 44 %, pri temperaturah 1000 in 1050°C pa že pri stopnji deformacije 9 %. Jeklo, vlečeno po rekristalizaciji, rekristalizira pri enakih temperaturah in deformacijah kot konti lito vlečeno jeklo.

#### 4. ZAKLJUČKI

V raziskavi smo ugotavljali vlečne sposobnosti konti lite avstenitne nerjavne žice, vrste AISI 304, ulite na napravi za konti litje žice. Cilj raziskave je bil ugotoviti njegove vlečne sposobnosti vitem stanju in po rekristalacijskem žarjenju, vpliv stanja površine in mikroporoznosti sredine žice na njegove vlečne sposobnosti in ugotoviti njegove rekristalacijske lastnosti. Kratki zaključki so naslednji:

1. Žice iz avstenitnega nerjavnega jekla AISI 304, izdelane po postopku konti ulivanja, pred vlečenjem za boljšo preoblikovalnost ni potrebno gasiti.
2. Preizkušano konti ulito jeklo prenese pri vlečenju 35 do 45 % skupne deformacije, kar je približno polovico manj kot pri klasično izdelanem jeklu.
3. Rekristalizirano konti lito jeklo ima podobne preoblikovalne sposobnosti kot klasično izdelano jeklo.
4. Deformirana lita mikrostruktura jekla rekristalizira pri temperaturi žarjenja 900°C pri specifični deformaciji približno 44 %, pri temperaturi 1000°C pa že pri specifični deformaciji približno 9 %. Podobno je tudi pri rekristalizirani deformirani mikrostrukturi.
5. Vdolbine, ki nastanejo pri postopku konti ulivanja na površini žice, ne vplivajo na vlečne sposobnosti preizkušanega jekla. Vdolbine in mikroporoznost jekla odpravimo s predelavo jekla na polovico preseka konti litega jekla.

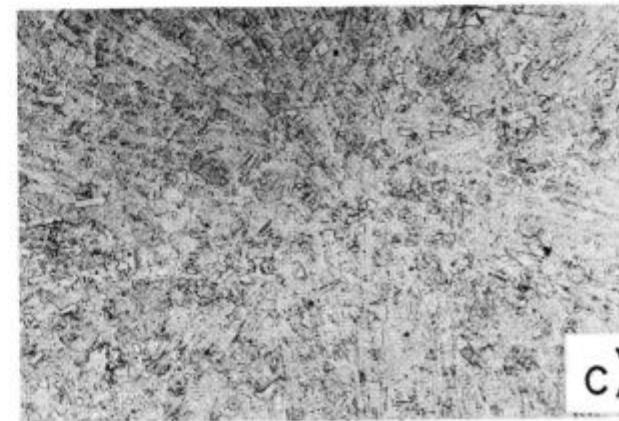
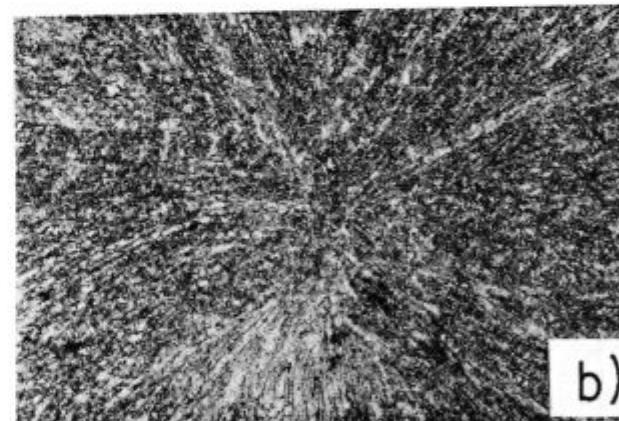
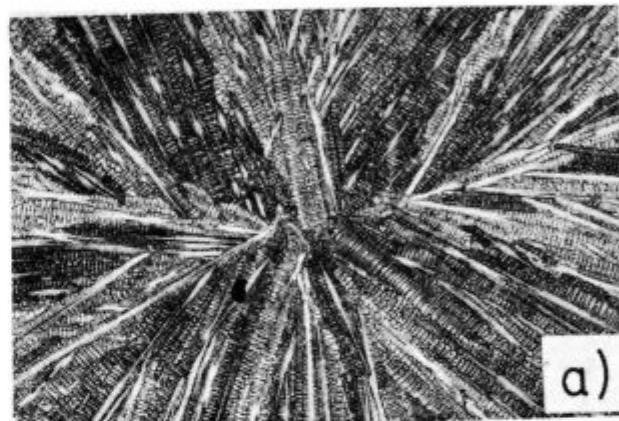
Preizkušano konti lito jeklo je bilo legirano z dušikom, saj ga je vsebovalo kar desetkrat več, kot ga vsebuje navadno jeklo AISI 304. Dušik dodajamo v jeklo za povečanje njegove trdnosti in obrabne obstojnosti. S tem zmanjšamo njegove preoblikovalne sposobnosti, zato lahko pričakujemo, da ima konti lito jeklo brez legi-

3. Recrystallized continuously cast steel has a similar workability as conventionally made steel.

4. The microstructure of cast and deformed steel recrystallizes at an annealing temperature of 900°C and a linear strain of about 44 %, whereas at a temperature of 1000°C, it already recrystallizes at a linear strain of about 9 %. This is also true for the microstructure of the steel which has been deformed after recrystallization.

5. Marks which appear on the surface of continuously cast wire do not affect a) the drawing ability of the tested steel and b) the microporosity of the core of the continuously cast wire. Marks and microporosity are eliminated by working cast steel reduced to half its initial cross-section.

The continuously cast steel was alloyed with nitrogen. In fact, it contained 10 times more nitrogen



Slika 5:

Mikrostrukture jekla AISI 304:

- a) vlečenega pri stopnji deformacije 26 % in žarjenega pri temperaturi 900°C, nerekristalizirano;
- b) vlečenega pri stopnji deformacije 44 % in žarjenega pri temperaturi 900°C, rekristalizirano;
- c) vlečenega pri stopnji deformacije 9 % in žarjenega pri temperaturi 1000°C, rekristalizirano

Fig. 5:

Microstructure of AISI 304 steel:

- a) reduced by 26 % at drawing and annealed at 900°C, unrecrystallized,
- b) reduced by 44 % at drawing and annealed at 900°C, recrystallized,
- c) reduced by 9 % drawing and annealed at 1000°C, recrystallized

ranega dušika boljše preoblikovalne sposobnosti. To nam potrjujejo tudi mehanski preizkusi in preizkusi vlečenja prvih vzorcev konti ulite žice iz jekla AISI 304 (z normalno vsebnostjo dušika), ulitih na napravi na Metallurškem inštitutu. Kontrakcija žice je znašala 37 %, največja deformacija, ki smo jo pri vlečenju krajsih koncev žic dosegli, pa 56 %.

*than ordinary AISI 304 steel. Nitrogen is added to steel in order to increase its strength and resistance to wear. In doing so the workability of steel is decreased, and that is why a better workability of continuously cast steel without alloyed nitrogen can be expected. This has also been confirmed by mechanical tests and drawing tests made on the first specimens of continuously cast wire from AISI 304 steel (with a normal content of nitrogen), which were cast at the Institute of Metallurgy. The area reduction during the wire tension test was 37 % — the highest deformation achieved in drawing shorter pieces of wire was 56 %.*

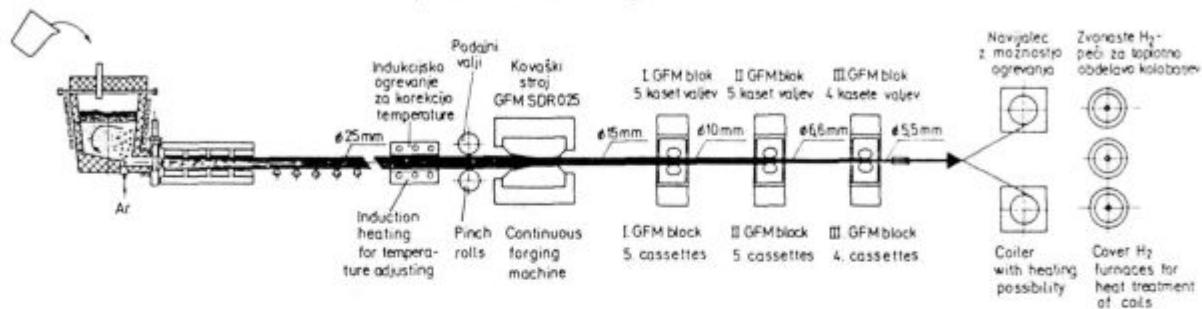
#### LITERATURA / REFERENCES

1. B. Arzenšek, A. Rodič, J. Žvokelj, N. Vojnovič, D. Lazar: Hladno vlečenje in izdelava vijakov iz uvožene konti lite ne-rjavne žice, Poročilo MI, 1987.
2. Haissig M.: Horizontal continuous casting — recent developments and future trends. Steel times, 1986, 10, 546—548.
3. J. Rodič: Skrajševanje tehnološkega postopka od taline do žice, ŽEZB22, 1988, 4, 101—109.

# RAZVOJNI CILJI PILOTNE PROIZVODNJE NA METALURŠKEM INŠTITUTU

Skrajšan nepreklenjen tehnoški postopek od taline do topotno obdelane žice  
z napravo za horizontalno nepreklenjeno litje in s kovačko valjavsko progo  
za dimenzijsko območje  $\varnothing 25\text{ mm} - \varnothing 5,5\text{ mm}$ .

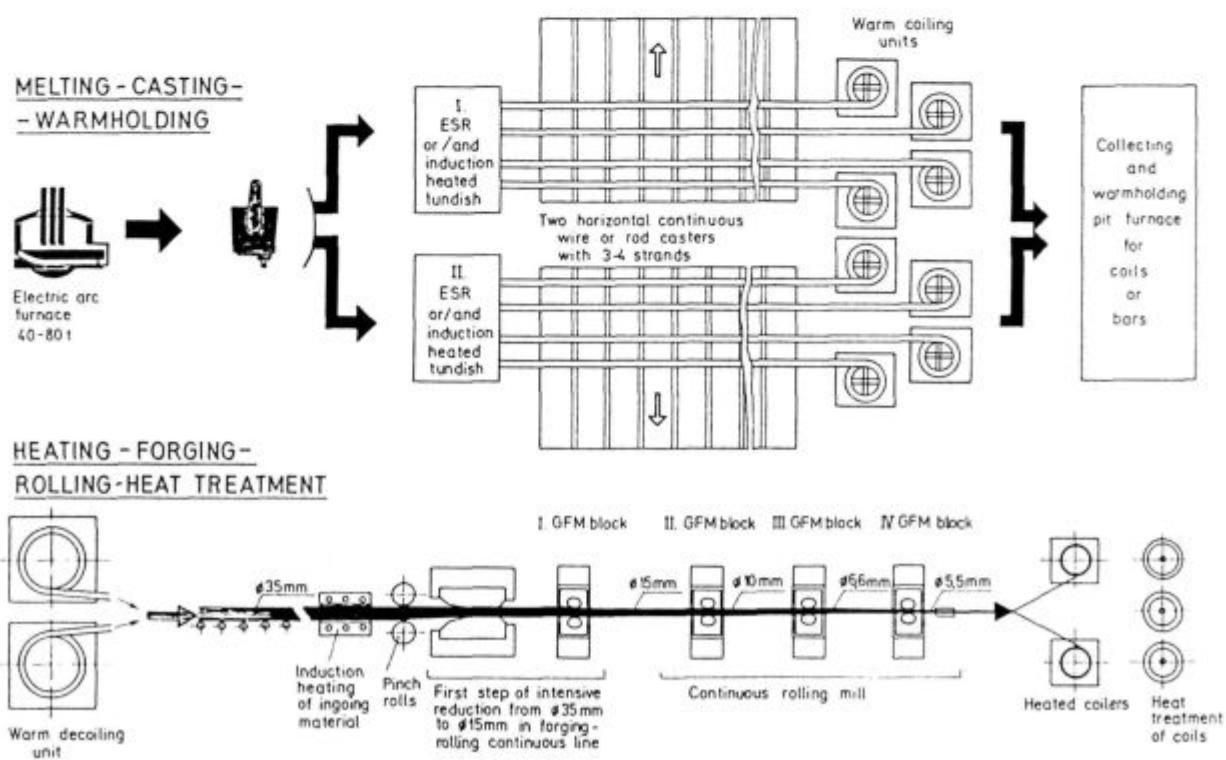
Letna zmogljivost take nepreklenjene proizvodne linije je ca 5000t in se lahko optimalno prilagaja  
tehnoškim specifičnostim določenega assortimenta



Direct continuous technological procedure from melt to heat treated wire  
with horizontal continuous caster and forging -rolling line  
for dimensional range  $\varnothing 25\text{ mm} - \varnothing 5,5\text{ mm}$

Yearly capacity of such continuous production line reaches about 5000t  
and is capable for optimal adjustment to technological characteristics of  
a certain assortment

## INDUSTRIAL CONCEPTION OF SHORTENED TECHNOLOGICAL PROCEDURE



## Hladna predelava zlitine Nimonic 263 v trakove

### Cold Working of Nimonic 263 Alloy into Strips

A. Kveder<sup>\*1</sup>, D. Gnidovec<sup>\*2</sup>

UDK: 621.771.016:669.245

ASM/SLA: F23, 4—53, Nib, SGAh



Namen raziskave je bil ugotoviti sposobnost zlitine za vročje in hladno valjanje v trakove. Z metalografskimi preiskavami in meritvami trdot smo ugotavljali spremembe struktur in mehanskih lastnosti.

#### A. UVOD

Zlitina Nimonic 263 je značilna superzlitina za uporabo v delih reaktivnih motorjev, ki se segrevajo do okoli 850 °C. Razvita je bila posebej za tiste dele, ki se izdelujejo iz pločevin, na primer za zgorevalne komore, vendar jo rabijo tudi za druge topotno obremenjene dele v plinskih turbinah. Sestava zlitine Nimonic 263 je osnovana na niklju, vendar vsebuje tudi 20 % kobalta, ki zelo izboljša predelavnost, predvsem glede nevarnosti nastajanja razpok med vročim valjanjem. Ima pa, kot vse superzlitine, veliko odpornost proti deformacijam pri visokih temperaturah. Leta 1987 smo na instrumentiranem valjalnem stroju ugotovili, da ima zlitina Nimonic 263 pri temperaturah med 1000 in 1100 °C za faktor 1,6 večjo predelovalno trdnost kot jeklo Prokron 11, ki sicer velja med jekli za zelo trdno pri visokih temperaturah. To in pa sorazmerno ozek temperaturni interval predelave (1150 do 950 °C) je glavni vzrok, da je zelo težko uporabiti za predelavo te zlitine iste predelovalne agregate kot za jekla.

#### B. EKSPERIMENTALNI DEL

##### 1. Material za preizkuse

V Železarni Ravne so izdelali osnovno talino te zlitine (chg 432 920), ki je bila nato po delih pretaljenih po postopku EPŽ (chg 08574/0). EPŽ-blok je bil nato kovan na kovaškem stroju.

Tabela 1: Sestava zlitine

Element	Predpisana sestava % (ppm)	Sestava šarže 08574/0 % (ppm)
C	0,04—0,08	0,07
Si	maks. 0,4	0,26
Mn	maks. 0,6	0,06
P	—	0,011
S	maks. 70 ppm	0,001
Cr	19,0—21,0	20,5

<sup>\*1</sup> Dr. Aleksander Kveder, dipl. ing. met., Metalurški inštitut Ljubljana, Lepi pot 11, 61000 Ljubljana

<sup>\*2</sup> SZ — Metalurški inštitut Ljubljana

\*\* Originalno objavljeno: ŽZB 24(1990)

\*\*\* Rokopis sprejet: november 1989

The purpose of the investigation was to establish the alloy ability for hot and cold rolling into strips. By means of metallographic research and hardness measurements we established the occurrence of changes in structure and in mechanical properties.

#### A. INTRODUCTION

Nimonic 263 alloy is a typical superalloy being used in jet engine parts which are heated to around 850 °C. It was developed especially for parts which are made from sheets e.g. for combustion chambers, but it is also used for other heated parts in gas turbines. The composition of Nimonic 263 alloy is based on nickel, but it also contains 20 % cobalt which substantially improves its workability, especially with regard to heat checking during hot rolling. Like all superalloys, it proves to have a great resistance to deformation at elevated temperatures. In 1987, using a rolling mill equipped with instruments, we established that in a temperature range of 1000 to 1100 °C, Nimonic 263 alloy has a resistance to deformation which is 1,6 times greater than that of Prokron 11 steel which is considered a very strong steel at high temperatures. This fact and the relatively narrow interval of working temperatures (1150 to 950 °C) are the main reasons which make it very difficult to work such alloys on the same working machines as used for steels.

#### B. EXPERIMENTAL

##### 1. Testing Material

The prime charge of that alloy was produced in Železarni Ravne (chg 432 920) and it was remelted per partes by electroslag remelting process (chg 08574/0). EPŽ ingot was then forged on a forging machine.

The chemical composition of this material is shown in Table 1, together with the prescribed composition.

Table 1: Alloy composition

Element	Prescribed composition % (ppm)	Charge (08574/0) composition % (ppm)
C	0,04—0,08	0,07
Si	max. 0,4	0,26
Mn	max. 0,6	0,06
P	—	0,011
S	max. 70 ppm	0,001
Cr	19,0—21,0	20,5
Ni	Bal.	50,4
Co	18,5—21,0	19,3

Element	Predpisana sestava % (ppm)	Sestava šarže 08574/0 % (ppm)
Ni	ostalo	50,4
Co	18,5–21,0	19,3
Mo	5,6–6,1	6,05
Ti	1,9–2,4	2,2
Al	0,3–0,6	0,39
Ti + Al	2,4–2,8	2,59
Fe	maks. 0,7	0,7
Cu	maks. 0,2	0,01
B	maks. 50 ppm	11 ppm
Ag	maks. 5 ppm	0,3 ppm
Bi	maks. 1 ppm	pod 1,0 ppm
Pb	maks. 20 ppm	3,2 ppm

Kot je videti iz tabele, je sestava zlitine v skladu s predpisano, še posebej je dobro, da so škodljivi oligoelementi daleč pod največjo dovoljeno vrednostjo.

Za preizkuse valjanja smo imeli na razpolago dve gredici, debelin 25 in 45 mm, in več palic kvadratnega preseka 25 × 25 mm.

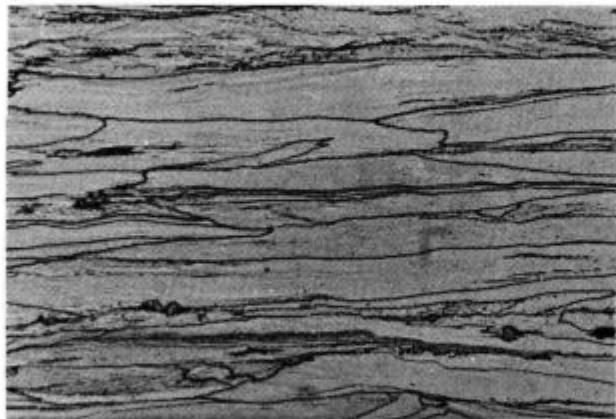
## 2. Vročje valjanje, trdote in strukture

Gredice in palice smo pred valjanjem segregali na 1150 °C, in sicer 1 do 1,5 ure. Palice smo nato valjali v eni vročini do debelin 4 do 5 mm, gredice pa v 3 vročinah do istih končnih debelin. Končne temperature valjanja so bile od 870 °C do 960 °C.

Trdote vročje valjanih trakov so odvisne od končne temperature valjanja. Trak, ki smo ga valjali do 870 °C, je imel trdoto okoli 515 HV; trakovi, ki smo jih valjali do 915 °C, so imeli trdote okoli 450 HV, medtem ko so imeli trakovi, valjani do 950 °C, trdote okoli 365 HV.

Tako visokih trdot (515 HV) ne dosežemo niti pri izločevalnem utrjanju, niti pri zelo močnem hladnem valjanju. Očitno je visoka trdota po vročem valjanju do sorazmerno nizkih temperatur (870 °C) posledica seštevka utrditve zaradi valjanja pri temperaturah, pri katerih zlitina več ne rekristalizira, in izločevalne utrditve pri nizkih temperaturah valjanja in ohlajevanja po valjanju.

Dva primera struktur po vročem valjanju prikazujeta slike 1 in 2. Sodimo, da med vročim valjanjem zlitina rekristalizira le do okoli 1050 °C, pri nižjih temperaturah pa se deformacijsko in izločevalno utruje.



Slika 1.

Struktura zlitine Nimonic 263, valjane do temperature 870 °C v eni vročini

Figure 1.

Structure of Nimonic 263 alloy, rolled to 870 °C in one heat

Element	Prescribed composition % (ppm)	Charge (08574/0) composition % (ppm)
Mo	5,6–6,1	6,05
Ti	1,9–2,4	2,2
Al	0,3–0,6	0,39
Ti + Al	2,4–2,8	2,59
Fe	max. 0,7	0,7
Cu	max. 0,2	0,01
B	max. 50 ppm	11 ppm
Ag	max. 5 ppm	0,3 ppm
Bi	max. 1 ppm	below 1,0 ppm
Pb	max. 20 ppm	3,2 ppm

As seen from the above Table the alloy composition is in compliance with the prescribed values, it is especially suitable that the harmful impurities are far below the highest allowed value.

To carry out rolling experiments two billets were used 25 and 45 mm thick and several bars of square cross-section 25 × 25 mm.

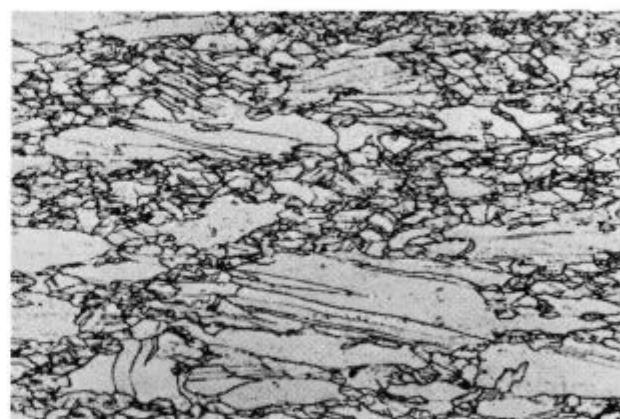
## 2. Hot Rolling, Hardness and Structures

Before the billets and the bars were rolled, they were heated to 1150 °C for 1 to 1,5 hour. Bars were then rolled to a thickness of 4 to 5 mm in one heat whereas the billets were rolled to the same final thickness in three heats. Finish rolling temperatures were kept between 870 to 960 °C.

The hardness values of hot-rolled strips depend upon finish rolling temperatures. The strip which was rolled to a temperature of 870 °C had a hardness value of about 515 HV and the strips which were rolled to a temperature of 915 °C had a hardness value of about 450 HV whereas the ones rolled to a temperature of 950 °C had a hardness value about 365 HV.

Such high hardness values (515 HV) cannot be achieved either by precipitation hardening, or by very intensive cold-rolling. Obviously high hardness after hot-rolling to relatively low temperatures (870 °C) results from the combination of hardening due to rolling at temperatures at which the alloy no longer recrystallizes and of precipitation hardening at low rolling temperatures and during cooling after rolling.

Two examples of structures after hot-rolling are shown in Fig. 1 and 2. We estimate that during hot-roll-



Slika 2.

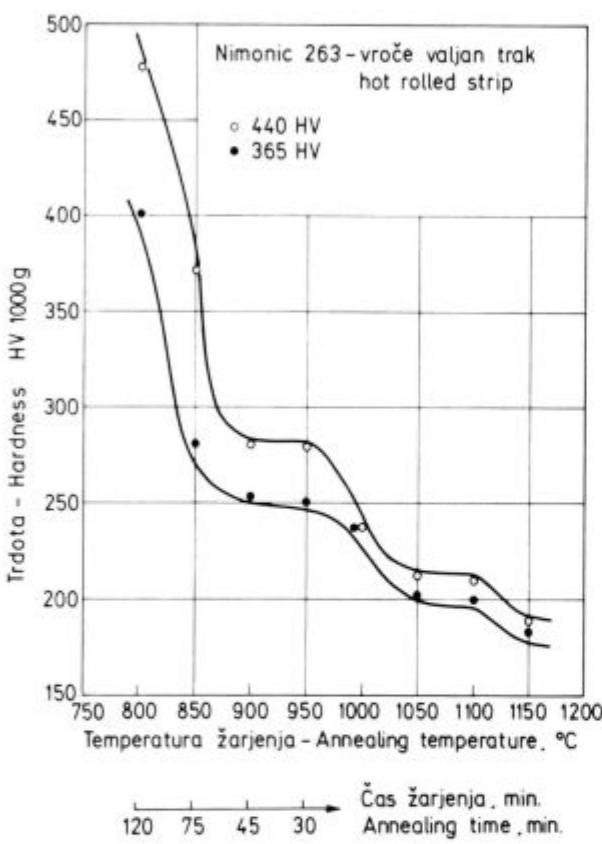
Struktura zlitine Nimonic 263, valjane do temperature 960 °C v treh vročinah

Figure 2.

Structure of Nimonic 263 alloy, rolled to 960 °C in three heats

### 3. Žarjenje vročih valjanih trakov

Vzorce dveh trakov s trdotama 440 in 365 HV smo žarili pri temperaturah med 1150 in 800 °C. Trdote po teh žarjenjih so prikazane na **sliki 3**. Po žarjenju na 800 °C se trdota zaradi izločevalnega utrjanja celo poveča. Do 950 °C rekristalizira najbolj deformiran del strukture, do 1050 °C pa še preostali del strukture. Obenem poteka tudi raztapljanje izločkov  $\gamma'$ , ki sicer utrujejo zlitino in preprečujejo rekristalizacijo. Najnižjo trdoto pa doseže zlita na šele po žarjenju na 1150 °C.



Slika 3.

Žarjenje vročih valjanih trakov: odvisnost trdote od temperature žarjenja

Figure 3.

Annealing of hot-rolled strips. Relationship between hardness and annealing temperature

### 4. Hladno valjanje trakov

Vroči valjani trakovi smo najprej žarili v vakuumu na 1100 °C 1 uro, nato pa jih hladno valjali na debelino 3,6 mm, zato da smo izravnali debeline trakov po širini. Po vročem valjanju so bili namreč trakovi precej bombirani, na robi tanjši, na sredini pa debelejši. Nato smo trakove ponovno žarili v vakuumu na 1100 °C 1 uro.

En trak smo nato hladno valjali in vmes odrezovali vzorce za merjenje trdot, metalografijo in preiskave žarjenja. Končni cilj so bili trakovi, debeline 0,91 mm, ker také potrebuje določen uporabnik te zlitine. Pred hladnim valjanjem smo menili, da bo za hladno valjanje od 3,6 do 0,91 mm potrebno najmanj enkratno vmesno žarjenje, vendar je šlo brez tega, lahko bi rekli celo precej gladko, posebno glede na to, da naš valjalni stroj ni zelo močan. Debeline, deformacije in trdote so navedene v tabeli 2.

ing the alloy recrystallizes only down to approximately 1050 °C, at lower temperatures it hardens due to deformation and precipitation.

### 3. Annealing of Hot-Rolled Strips

Samples of two strips with a hardness of 440 and 365 HV were annealed at temperatures between 115 °C and 800 °C. Hardness values after these annealings are shown in Fig. 3. After annealing at 800 °C, hardness even increases due to precipitation hardening. The most deformed part of the structure recrystallizes up to 950 °C and the remaining part of the structure recrystallizes up to 1050 °C.

Simultaneously, the dissolution of  $\gamma'$  precipitates occurs, which otherwise would harden the alloy and prevent recrystallization.

The alloy achieves the lowest hardness only after annealing at 1150 °C.

### 4. Cold Rolling of Strips

Hot-rolled strips were first annealed in a vacuum at 1100 °C for 1 hour and then they were cold-rolled to a thickness of 3,6 mm in order to level their thickness across the width because the strips were rather bowed — thinner at the edges and thicker in the middle — after hot rolling. After that the strips were annealed again at 1100 °C for one hour in vacuum.

One strip was then cold-rolled and samples were cut off during the process to measure hardness, for metallographic research and to investigate annealing. The final aim was to produce 0,91 mm thick strips as required by the user of the alloy.

Before cold-rolling, it was believed that at least one intermediate annealing would be required for cold-rolling from 3,6 to 0,91 mm, but it succeeded without this and it could even be said that it worked out rather successfully, especially with regard to the fact that the rolling mill which was used was not very powerful. Thicknesses, deformations and hardness values are shown in Table 2.

Table 2: Cold-rolling parameters and hardness

Thickness mm	True strain $\varphi = (\ln d_0/d) \cdot 100\%$		Conventional strain $\varepsilon = [d_0 - d]/d_0 \cdot 100\%$		Hardness HV 1000 g
	interme- diate	cumulative	interme- diate	cumulative	
3,6	—	—	—	—	214
3,17	12,72	12,72	11,94	11,94	324
2,9	8,9	21,62	8,52	19,4	360
2,6	10,92	32,54	10,34	27,8	395
2,3	12,26	44,8	11,54	36,1	414
1,97	15,49	60,3	14,35	45,3	449
1,63	18,95	79,23	17,26	54,7	460
1,38	16,65	95,88	15,34	61,7	476
1,12	20,88	116,76	18,84	69,0	490
1,03	8,38	125,14	8,03	71,4	495
0,91	12,39	137,52	11,65	74,7	510

#### REMARKS on the Table:

— intermediate deformation does not mean only one pass but more especially for smaller thicknesses.

— in true strains, each addition of intermediate values is equal to cumulative ones, whereas this is not true of conventional strains.

Hardness values which were measured after determined intermediate strains were set out in a diagram of hardness — deformation and a hardening curve was obtained as illustrated in Fig. 4. The initial hardness of the alloy is 214 HV as before rolling it was annealed at

**Tabela 2:** Parametri hladnega valjanja in trdote

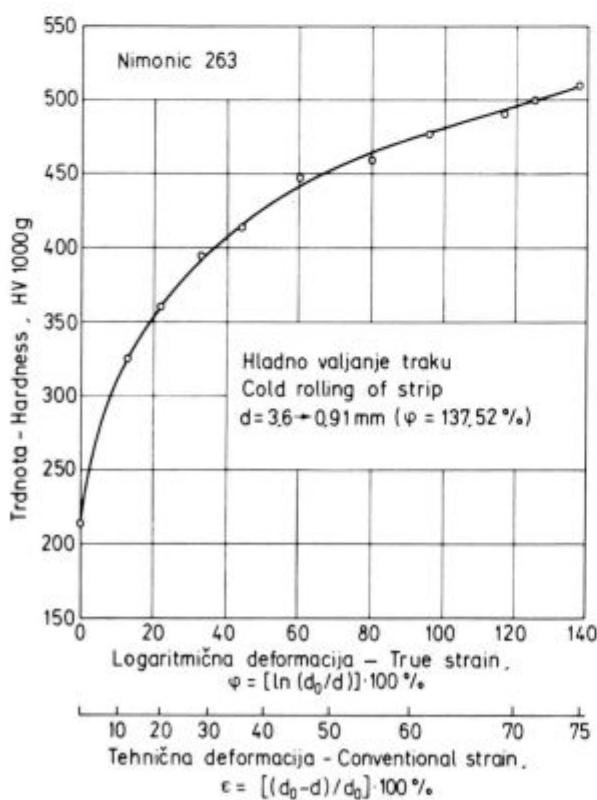
Debelina mm	Logaritmična deformacija		Tehnična deformacija		Trdota HV 1000 g
	$\varphi = [\ln d_0/d] \cdot 100\%$	$\varepsilon = [(d_0-d)/d_0] \cdot 100\%$	vmesna kumulativna	vmesna kumulativna	
3,6	—	—	—	—	214
3,17	12,72	12,72	11,94	11,94	324
2,9	8,9	21,62	8,52	19,4	360
2,6	10,92	32,54	10,34	27,8	395
2,3	12,26	44,8	11,54	36,1	414
1,97	15,49	60,3	14,35	45,3	449
1,63	18,95	79,23	17,26	54,7	460
1,38	16,65	95,88	15,34	61,7	476
1,12	20,88	116,76	18,84	69,0	490
1,03	8,38	125,14	8,03	71,4	495
0,91	12,39	137,52	11,65	74,7	510

**OPOMBE k tabeli:**

- vmesna deformacija ne pomeni enega vtika, ampak več, posebno pri manjših debelinah,
- pri logaritmičnih deformacijah je vsak seštevek vmesnih deformacij enak kumulativni, pri tehničnih pa ne.

Izmerjene trdote po izbranih vmesnih deformacijah smo vnesli v diagram trdote/deformacije in dobili utrjevalno krivuljo, ki je prikazana na sliki 4. Začetna trdota je 214 HV, ker smo zlitino pred valjanjem žarili na 1100 °C in ne na 1150 °C, ki je prava temperatura za raztopno žarjenje. Iz podatkov v literaturi smo zvedeli, da je za rekristalizacijsko žarjenje zadostna temperatura 1100 °C, čeprav se na 1150 °C dobi še nekoliko nižja trdota.

Kot je razvidno iz tabele 2 in diagrama na sliki 4 smo zlitino hladno valjali do preko 500 HV (50 HRc, natezna

**Slika 4.**

Utrjevanje zlitine Nimonic 263 pri hladnem valjanju traku

**Figure 4.**

Hardening of Nimonic 263 alloy by cold-rolling of a strip

1100 °C and not at 1150 °C which is the appropriate temperature for the solution treatment. From reference data we learned that a temperature of 1100 °C is sufficient for recrystallization annealing although even a lower hardness is achieved at a temperature of 1150 °C.

As shown in Table 2 and diagram in Fig. 4 the alloy was cold-rolled beyond 500 HV (50 HRc, tensile strength according to comparative tables around 1670 N/mm<sup>2</sup>). The alloy has therefore a really very great deformability.

To establish hardening properties a log-log plot of hardness vs. deformation was set out as shown in Fig. 5. The alloy is obviously behaving in accordance with the conventional hardening equation:

$$HV = a \cdot \varphi^n$$

where  $a$  is a constant,  $\varphi$  is the true strain, and  $n$  is the hardening exponent.

The straight line equation is given by logarithmic calculation:

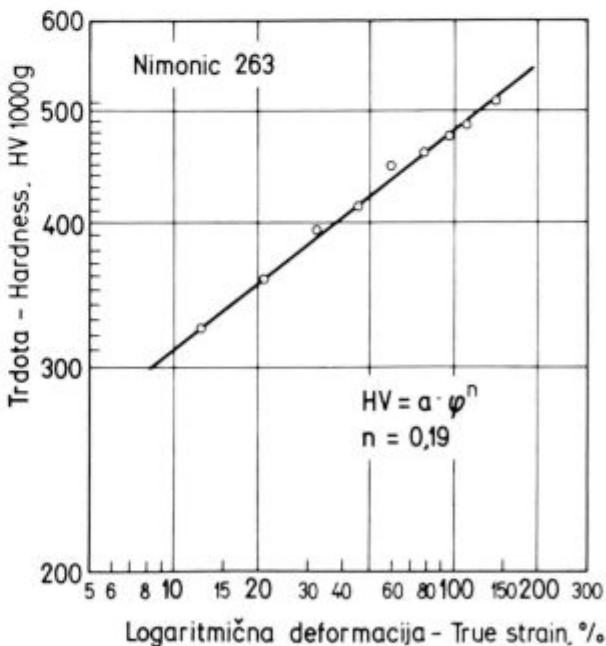
$$\lg HV = \lg a + n \cdot \lg \varphi$$

In other words, if deformation and hardness data are plotted into a diagram with logarithmic coordinates, the straight line shall be obtained. In this case, hardening (or hardening rate) is illustrated by the slope of the straight line — the steeper the slope, the more steel hardens.

The calculation of the straight line in Fig. 5 gives the value

$$n = 0,19$$

For comparison, it could be mentioned that years ago a similar method was used to determine the hardening characteristics of soft steels JMP for cold bulk deformation. JMP 10 steel (soft steel with about 0.1 % C) had a hardening exponent  $n = 0,185$  and JMP 15 steel (around 0.15 % C) had  $n = 0,165$ . From these data it results that hardening rate of Nimonic 263 alloy is not es-

**Slika 5.**

Utrjevanje zlitine Nimonic 263 pri hladnem valjanju traku (logaritmične koordinate)

**Figure 5.**

Hardening of Nimonic 263 alloy by cold-rolling of a strip (logarithmic coordinates)

trdnost po primerjalnih tabelah okoli  $1670 \text{ N/mm}^2$ ). Zlitina je torej zares zelo plastična.

Za določitev utrjevalne lastnosti smo iste podatke vrisali v logaritmični koordinati za trdoto in deformacijo. To je prikazano na **sliki 5**. Vidimo, da se zlitina dobro ravna po klasični utrjevalni enačbi:

$$HV = a \cdot \varphi^n,$$

v kateri je **a** konstanta, **φ** logaritmična deformacija, **n** pa eksponent utrjevanja.

Z logaritmiranjem dobimo enačbo premice:

$$\lg HV = \lg a + n \cdot \lg \varphi$$

Ali drugače, če podatke za deformacije in trdote vnesemo v diagram z logaritmičnimi koordinatami, moramo dobiti premico. Utrjevanje (ali hitrost utrjevanja) v tem primeru ponazarja naklon premice; čim večji je, bolj se jeklo utruje.

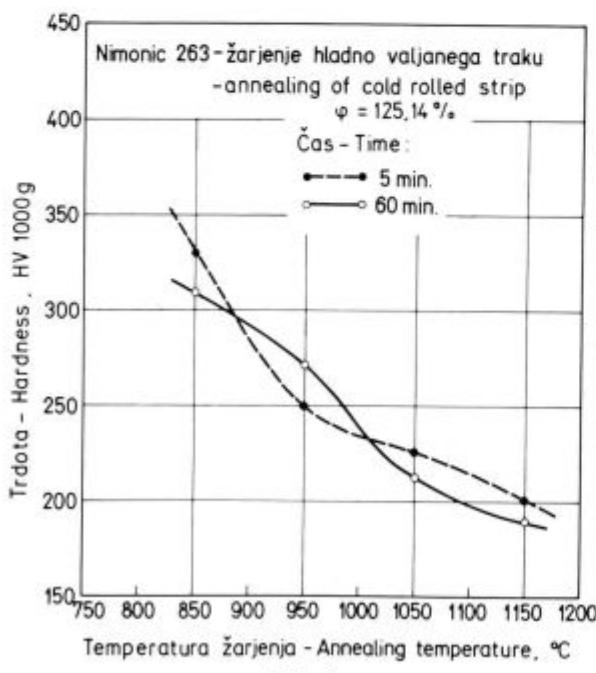
Račun za premico na **sliki 5** nam da vrednost:

$$n = 0,19$$

Za primerjavo lahko navedemo, da smo pred leti na podoben način ugotavljali utrjevalnost mehkih jekel za masivno preoblikovanje z oznakami JMP. Jeklo JMP 10 (mehko jeklo z okoli 0,1 % C) je imelo eksponent utrjevanja  $n = 0,185$ , jeklo JMP 15 (okoli 0,15 % C) pa  $n = 0,165$ . Iz teh podatkov torej vidimo, da utrjevalnost zlitine Nimonic 263 ni bistveno višja kot pri mehkem jeklu. Seveda pa utrjevalnosti ne smemo zamenjevati z absolutnimi vrednostmi trdote, ki jih v prej omenjeni enačbi ponazarja konstanta **a** (JMP 10 začne s trdoto okoli 90 HV in jo ima pri  $\varphi = 137\%$  okoli 210 HV).

## 5. Rekristalizacija hladno valjanih trakov

Vzorce s parcialnimi in končnimi deformacijami smo žarili na temperaturah 1150, 1050, 950 in  $850^\circ\text{C}$  različne čase: 5, 10, 20 in 60 minut. Stopnjo omehčanja in rekristalizacije smo ugotavljali z meritvami trdote in metalografskimi pregledi.



Slika 6.

Rekristalizacijska žarjenja hladno valjanega traku

Figure 6.

Recrystallizing annealings of a cold-rolled strip

sentially higher than that of soft steel. Of course, the hardening rate should not be confused with the absolute hardness values which are illustrated by the constant **a** in the previously mentioned equation (JMP 10 starts with a hardness of about 90 HV and achieves a hardness of about 210 HV when  $\varphi = 137\%$ ).

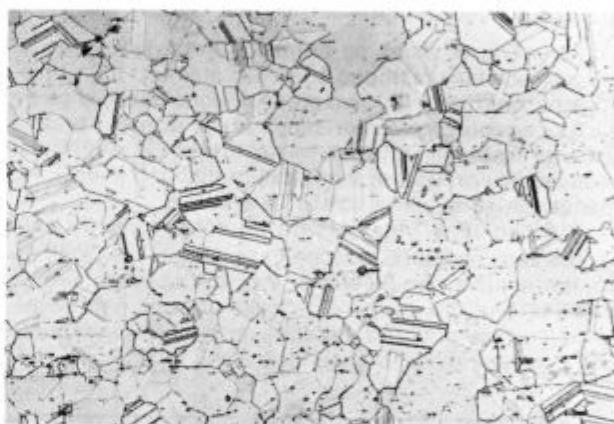
## 5. Recrystallization of Cold-Rolled Strips

Samples with partial and final deformations were annealed at 1150, 1050, 950 and  $850^\circ\text{C}$  for 5, 10, 20 and 60 minutes respectively. The degree of softening and recrystallization was established by means of hardness measurements and metallographic investigation.

**Fig. 6** illustrates the dependence of hardness upon the annealing temperature for two annealing periods (5 and 60 minutes).

The true strain of samples was 125,14 %. Above all, it can be established that the annealing time does not essentially affect the degree of recrystallization.

At the temperature of  $1150^\circ\text{C}$  recrystallization is complete but structures are different according to annealing time and previous degree of deformation. At

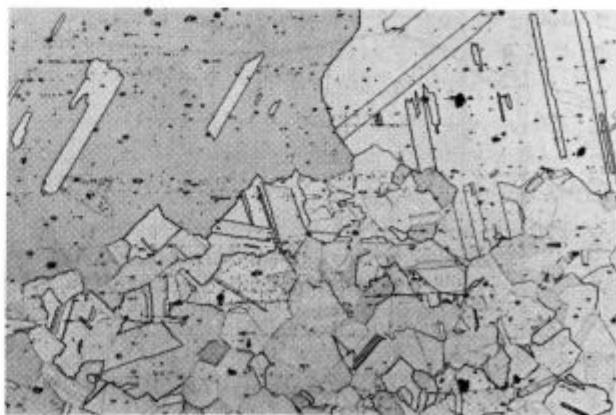


Slika 7.

Rekristalizirana struktura po žarjenju 5 minut na  $1150^\circ\text{C}$ . Predhodna hladna deformacija 125,14 %

Figure 7.

Recrystallized structure after 5 minutes annealing at  $1150^\circ\text{C}$ . Preliminary cold deformation 125,14 %



Slika 8.

Rekristalizirana struktura po žarjenju 60 minut na  $1150^\circ\text{C}$ . Predhodna hladna deformacija 12,7 %

Figure 8.

Recrystallized structure after 60 minutes annealing at  $1150^\circ\text{C}$ . Preliminary cold deformation 12,7 %

Na sliki 6 je prikazana odvisnost trdote od temperature žarjenja in dveh časov žarjenja (5 in 60 minut). Logaritmična deformacija vzorcev je bila 125,14 %. Predvsem lahko ugotovimo, da čas žarjenja ne vpliva bistveno na stopnjo rekristalizacije.

Pri 1150 °C je rekristalizacija popolna, vendar so strukture različne glede na čas žarjenja in predhodno stopnjo deformacije. Pri večji deformaciji (125,14 %) in kratkem času žarjenja (5 minut) so kristalna zrna sorazmerno drobna (slika 7), pri manjši deformaciji (12,7 %) in daljšem času žarjenja (60 minut) pa se pojavi rast zrn in terciarna rekristalizacija (slika 8).

Tudi na 1050 °C je rekristalizacija v vseh primerih popolna. Bistveno drobnejša pa so kristalna zrna in terciarna rekristalizacija se več ne pojavlja. Zaradi manjših kristalnih zrn je trdota nekoliko višja (slika 6).

Pri 950 °C rekristalizacija še poteka, vendar nepopolno, kar se odraža v previsoki trdoti (250 do 275 HV). Pri še nižji temperaturi (850 °C) zlitina ne rekristalizira več, razen malo pri višjih predhodnih deformacijah. Pri tej temperaturi se že pojavlja izločanje  $\gamma'$ , ki rekristalizacijo povsem zavre.

## 6. Izločevalno utrjanje

Polizdelki te zlitine se normalno dobavljajo končnemu uporabniku v raztopno žarjenem stanju (1150 °C/hlajenje na zraku ali v drugem mediju), končni izdelki pa se še izločevalno utrjajo, ker zlitina le na ta način pridobi ustrezen lastnosti, in sicer veliko trdnost in odpornost proti lezenju pri visokih temperaturah (800 °C in več). Po standardih se ta zlitina utrujuje na 800 °C 8 ur.

Kinetiko tega utrjanja smo ugotovili tako, da smo vzorce žarili na 800 °C različne čase. Utrjanje je videti tako, kot je prikazano na sliki 9. V prvih dobrih pol ure se pojavi prva utrditev, ki nato nekoliko popusti, nato se zlitina še utrujuje približno 4 ure, nakar ostaja stanje približno konstantno. Kaj pomeni prvi efekt, ni znano, verjet-

greater deformation (125,14 %) and short annealing time (5 minutes) crystal grains are relatively small (Fig. 7) whereas at smaller deformation (12 %) and longer annealing time (60 minutes) grain growth and terciary recrystallization occur (Fig. 8).

Also a temperature of 1050 °C, recrystallization is complete in all cases. However, crystal grains are essentially smaller and terciary recrystallization no longer occurs. Hardness is somewhat higher due to smaller crystal grains (Fig. 6).

At a temperature of 950 °C recrystallization is still occurring but it is not complete, this is reflected in too high a hardness (250 to 275 HV). At still lower temperature (850 °C) the alloy no longer recrystallizes, with the exception of a very small scale of recrystallization owing to previous higher deformations. At this temperature,  $\gamma'$  precipitation occurs, completely preventing recrystallization.

## 6. Precipitation Hardening

Semi-finished products of this alloy are normally delivered to the end-user in a solution treated state (1150 °C/air cooling or other cooling media), whereas finished products are precipitation hardened since it is the only way to give the alloy the adequate properties i. e. high strength and resistance to creep at high temperatures (800 °C and more). According to standards, this alloy hardens at a temperature of 800 °C for 8 hours.

The kinetics of hardening was established in such a way that the sample were annealed at 800 °C for different periods. Hardening is illustrated in Fig. 9. The first hardening occurs a little over the first half hour, after that it regresses somewhat and the alloy hardens again for about 4 hours, from then on the state of the alloy remains nearly unchanged. The significance of the first effect is not known, it is probably a matter of unstable precipitates which are able to precipitate rapidly and to transform themselves into stable precipitates.

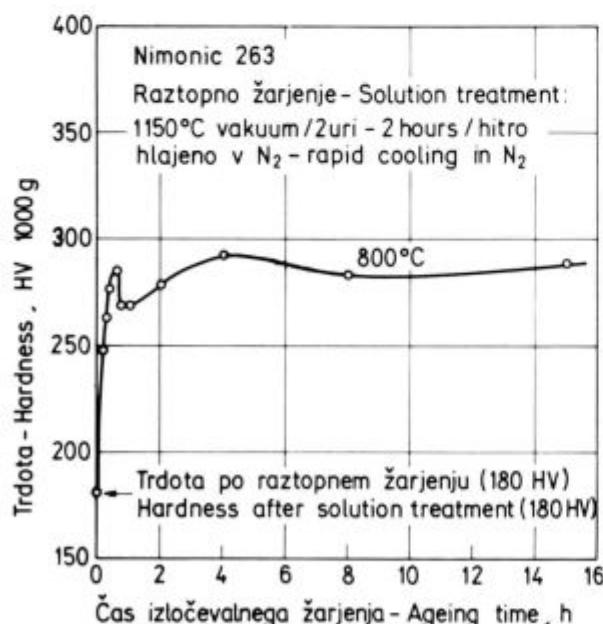
The hardness of the precipitation hardened alloy is relatively low as it hardly reaches 290 HV (the standard required is at least 275 HV hardness). However, as it has already been stated, the main advantages of this alloy show up only when used at elevated temperatures.

## C. CONCLUSIONS

1. Nimonic 263 alloy previously forged into a billet (or slab) can very well be hot-rolled into a strip. Without exception, even if rolling was carried out below 950 °C no larger tears occurred at the edges. After hot-rolling, the strip is very hard and it can even achieve a hardness of 500 HV when it is rolled below 950 °C.

2. Softening (recrystallization) of hot-rolled strips must be carried out at least at 1050 °C, at the best at 1150 °C, however for a very short time in order to avoid crystal grain growth. At this temperature the lowest hardness is also achieved (180 to 190 HV) which is a good state for further cold-rolling.

3. Cold-rolling established that the alloy is very deformable. Despite the use of a less powerful rolling mill the total deformation of  $\varphi = 137.52\%$  ( $\epsilon = 74.7$ ) was achieved without difficulty and without intermediate annealing. Of course, this process substantially hardens the alloy up to 500 HV and even more. The hardening exponent of this alloy is not essentially higher than that of ordinary steels, however its hardness level is very high and its resistance to deformation certainly requires adequately powerful rolling mills.



Slika 9.  
Trdota zlitine Nimonic 263 v odvisnosti od časa žarjenja na 800 °C

Figure 9.  
Relationship between hardness of Nimonic 263 alloy and annealing time at 800 °C

no gre za neke nestabilne izločke, sposobne hitrega izločanja, ki pa se nato transformirajo v stabilne izločke.

Trdota izločevalno utrjene zlitine je sorazmerno nizka, komaj dosega 290 HV (po standardu mora imeti najmanj 275 HV). Toda, kot smo že rekli, glavne prednosti te zlitine se pokažejo šele pri uporabi na visokih temperaturah.

### C. ZAKLJUČKI

1. Zlitina Nimonic 263, predhodno kovana v gredico (ali slab), se zelo dobro vroče valja v trak. V nobenem primeru, tudi če smo valjali pod 950 °C, niso nastajale večje razpoke na robovih. Trak je po vročem valjanju zelo trd, trdota lahko doseže tudi 500 HV, če je valjanje potekalo pod 950 °C.

2. Omeščanje (rekristalizacijo) vroče valjanih trakov je treba izvesti najmanj na 1050 °C, najbolje pa na 1150 °C, vendar zelo kratek čas, da ne narastejo kristalna zrna. Pri tej temperaturi dobimo tudi najnižjo trdoto (180 do 190 HV), kar je dobra osnova za kasnejše hladno valjanje.

3. Hladno valjanje je pokazalo, da je zlitina zelo plastična. Čeprav uporabljeni valjalni stroj ni močan, smo brez težav in brez vmesnih žarjenj dosegli skupno deformacijo  $\varphi = 137,52\%$  ( $\varepsilon = 74,7$ ). Seveda pa se pri tem zlitina močno utrdi, do 500 in več HV. Eksponent utrjevanja te zlitine sicer ni dosti večji kot pri navadnih jeklih, vendar pa je nivo trdot precej visok in specifična preobilkovalna odpornost gotovo zahteva dovolj močne valjalne stroje.

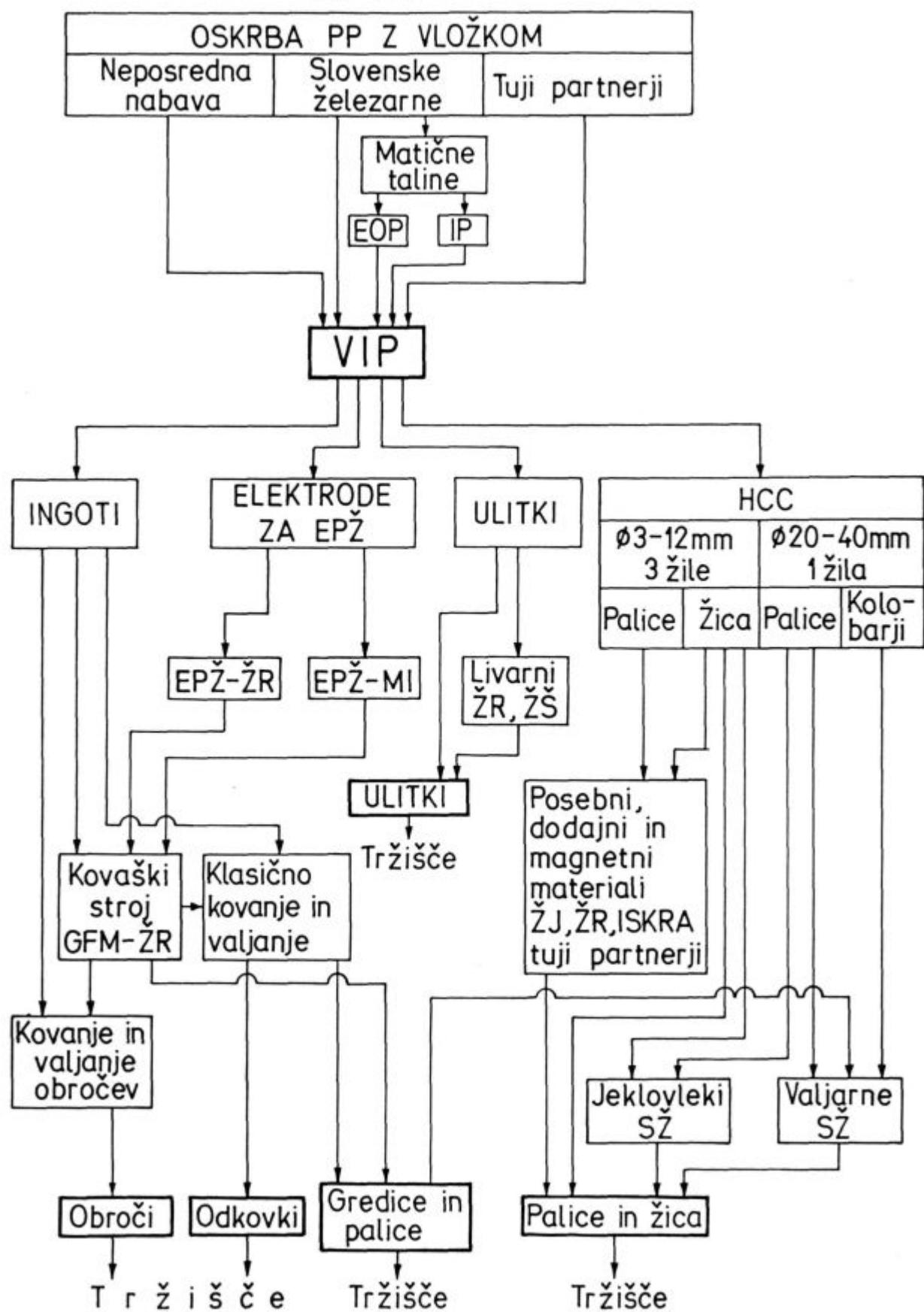
4. Vmesna žarjenja med hladnim valjanjem (za rekristalizacijo) lahko izvajamo podobno, kot smo zapisali v točki 2, to je med 1050 in 1150 °C. Če žarilni agregat in skupna masa žarjenega materiala omogočata zelo kratkotrajno žarjenje (10 minut), je najbolje žariti na 1150 °C, sicer pa je temperatura lahko tudi nižja, vendar ne pod 1050 °C.

5. Zlitina se pri izločevalnem utrjanju (800 °C in več kot 4 ure) utrdi na okoli 290 HV.

4. Intermediate annealing during cold-rolling (for recrystallization) can be carried out similarly as described in point 2 i.e. between 1050 and 1150 °C. If the annealing furnace and the total quantity of annealed material allow a very short annealing period (10 minutes), then the best annealing is carried out at 1150 °C although the temperature may also be lower, but not below 1050 °C.

5. In precipitation hardening (800 °C, more than 4 hours) the alloy hardens to about 290 HV.

# Tehnološke poti pilotne proizvodnje SŽ - MI



# Vpliv bakra in kositra na lastnosti silicijevega vzmetsnega jekla

## On Influence of Copper and Tin on Properties of Silicon Spring Steel

M. Torkar<sup>\*1</sup>, F. Vodopivec<sup>\*2</sup>, F. Kaučič<sup>\*3</sup>, F. Haller<sup>\*4</sup>

UDK: 621.7.011:669.14.018.27

ASM/SLA: Q23q, SGAb, 2—60, Cu, Sn



Raziskava je pokazala, da povečana vsebnost bakra in kositra v silicijevem vzmetsnem jeklu ne poslabša začetne plastičnosti in mehanskih lastnosti, ki ostajajo v okviru predpisanih. Povečanje vsebnosti bakra se odraža v pojavu interkristalne krhkosti. Tudi razlika v trajni trdnosti je majhna. Rezultati kažejo, da bi bilo v tej vrsti jekla dopustno povečanje vsebnosti bakra do 0,33 % in kositra do 0,022 %.

### 1. UVOD

V jeklih, ki se izdelujejo v elektroobločnih pečeh, stalno narašča vsebnost oligoelementov, predvsem bakra in kositra. To je posledica uporabe nesortiranega starega železa. Večkrat se dogodi, da ima posamezna talina že nad 0,25 % Cu, kolikor je sedaj še dopustna vsebnost bakra v silicijevem vzmetsnem jeklu Č.2133.

Z laboratorijskimi raziskavami<sup>1,2,3</sup> smo ugotovili, da dodatek niklja<sup>4</sup>, ki se je pri konstrukcijskih jeklih pokazal učinkovit ukrep za izboljšanje začetne plastičnosti, pri silicijevih vzmetsnih jeklih ni potreben<sup>2</sup>. Visoka vsebnost silicija v jeklu ščiti površino pred prekomerno oksidacijo in s tem prepreči kopicanje oligoelementov pod škojo. S silicijem bogata zaščitna plast pa ne prepreči nevarnosti razogljicanja površine, ker silicij močno poveča aktivnost ogljika.

Raziskave na industrijskem jeklu<sup>3</sup> so pokazale, da povišanje vsebnosti od 0,16 % na 0,36 % Cu povisja mejo plastičnosti, trdnost in strižno trdnost, zmanjša pa raztežek, kontrakcijo in žilavost.

Vse dobljene vrednosti so bile v okviru predpisanih. Tega ne moremo trditi za žilavost, ker nam ni poznano, kolikšna je najmanjša dopustna žilavost za ta jekla.

Ugotovljeno je<sup>2</sup>, da povečanje vsebnosti bakra poveča prekaljivost jekla. Podoben, vendar manjši je učinek niklja. Kositer pa prekaljivost močno zmanjšuje po še ne raziskanem mehanizmu.

Na podlagi razpoložljivih podatkov v železarni Štore ni bilo mogoče postaviti statistično zanesljivih zaključkov o morebitnem vplivu bakra in kositra na predelavost in lastnosti vzmetsnih jekel, ker te podatke zbirajo

*It has been determined that a rise in copper and tin content of silicon spring steel has no harmful influence on initial plasticity and mechanical properties which remain within specified range. A rise in copper content results in the appearance of intercrystalline brittleness. The observed difference in fatigue strength is also low. The results indicate that the content of copper up to 0.33 % and tin up to 0.022 % in this steel grade can be tolerated.*

### 1. INTRODUCTION

*The content of residual elements especially copper and tin in steel produced in electric arc furnaces has steadily been increased as a result of the use of unsorted scrap. Particular heats already often contain more than 0.25 % Cu which has been set as upper limit for Č.2133 silicon spring steel. In laboratory investigation<sup>1,2,3</sup> it has been found that nickel<sup>a</sup> addition known as an efficient measure for improvement of initial plasticity of construction steel is not necessary for silicon spring steel. High silicon content of this steel protects its surface from excess oxidation and the accumulation of residuals under scale. However, a silicon enriched protective surface layer can not prevent from surface decarburization because silicon strongly increases carbon activity.*

*Investigation on industrial steel<sup>b</sup> showed that a rise in copper content from 0.16 % to 0.36 % Cu resulted in increased yield strength, tensile strength and shear strength, and a reduction in elongation, contraction and toughness. However, all values have been within tolerance range except for toughness the tolerance of which for this grade has not been known.*

*It has been established<sup>c</sup> that increased copper content results in a higher hardenability. The effect of nickel is similar although somewhat lower. Tin strongly decreases hardenability. The mechanism of this effect has not yet been investigated.*

*Based on available data in Železarna Štore it has not been possible to derive statistically significant conclusions regarding possible influence of copper and tin on workability and properties of spring steel because the accumulation of relevant data has started only recently. We have found no reference data for this grade of steel so it was the main reason for decision to commence with the investigation of the influence of copper and tin on the properties of silicon spring steel.*

### 2. EXPERIMENTALS

*The composition of four industrial steels investigated is given in table 1. In the first three steels copper con-*

<sup>\*1</sup> — Dr. M. Torkar, dipl. ing. met., SŽ — Metalurški inštitut Ljubljana, Lepi pot 11, 61000 Ljubljana

<sup>\*2</sup> — prof. dr. F. Vodopivec, dipl. ing. met., SŽ — Metalurški inštitut Ljubljana

<sup>\*3</sup> — F. Kaučič, ing. met., SŽ — Železarna Štore, Štore

<sup>\*4</sup> — F. Haller, ing. org., SŽ — Železarna Štore, Štore

šelev v novejšem času. Literaturnih podatkov o tem za ta jekla nismo zasledili.

To je bil razlog, da smo se lotili raziskave vpliva bakra in kositra na lastnosti silicijevega vzmetnega jekla.

## 2. EKSPERIMENTALNO DELO

V tabeli 1 so sestave štirih industrijskih jekel, ki so bila uporabljena za raziskavo.

Iz analize sledi, da pri prvih treh narašča vsebnost bakra od 0,16 % do 0,32 %, pri konstantni vsebnosti kositra 0,012 %. Pri četrtem jeklu pa je vsebnost kositra 0,022 % in ga lahko uporabimo za primerjavo z jekлом 3, ki ima pri enaki vsebnosti bakra manj kositra.

Vzorci so bili izdelani iz valjanih palic Ø 30 mm. Vse palice so bile po valjanju mehko žarjene. Po izdelavi so bili vzorci topotno obdelani, in sicer kaljeni v olju iz 840 °C in popuščani 2 uri na 490 °C.

Napravljene so bile preiskave mikrostrukturi, morfološke prelomov, določene so bile: trdnost v poboljšanem stanju, raztezek, kontrakcija, žilavost, vrtilno-upogibna trajna trdnost ter prekaljivost po Jominy metodi.

Tabela 1:

Vzorec	Št. šarže	C %	Si %	Mn %	P %	S %	Ni %	Cu %	Sn %
1	26221	0,55	1,54	1,03	0,012	0,014	0,10	0,16	0,010
2	15682	0,58	1,63	1,01	0,010	0,015	0,14	0,25	0,012
3	26213	0,59	1,67	0,90	0,009	0,015	0,12	0,32	0,012
4	26230	0,56	1,62	1,01	0,013	0,014	0,12	0,33	0,022

tent increases from 0.16 % up to 0.32 % Cu at constant tin content 0.012 % Sn. The tin content of fourth steel was 0.022 % Sn. Since its copper content was the same as that of the third steel the influence of increased tin content can be sorted out by comparison.

Samples were prepared from rolled and subsequently annealed Ø 30 mm bars. All samples were heat treated i. e., quenched in oil at 840 °C and tempered for 2 hours at 490 °C.

The investigation comprised determination of the microstructure and morphology of fracture, and measurement of the strength in quenched and tempered state, elongation, contraction, toughness, bending fatigue strength at alternate loading and hardenability according to Jominy method.

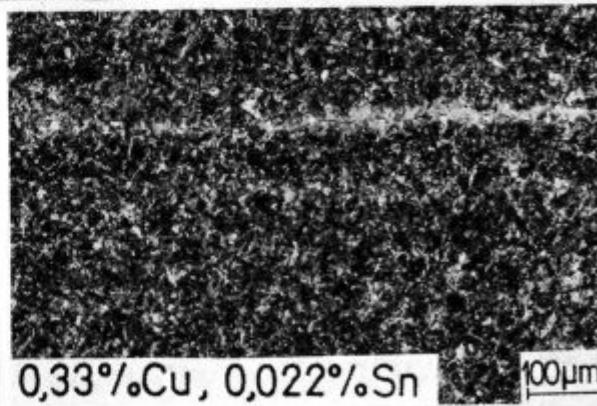
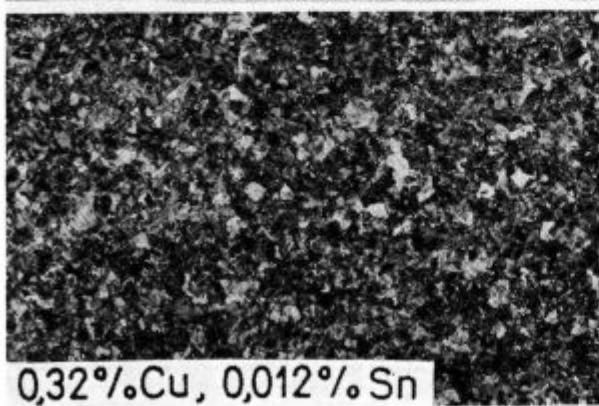
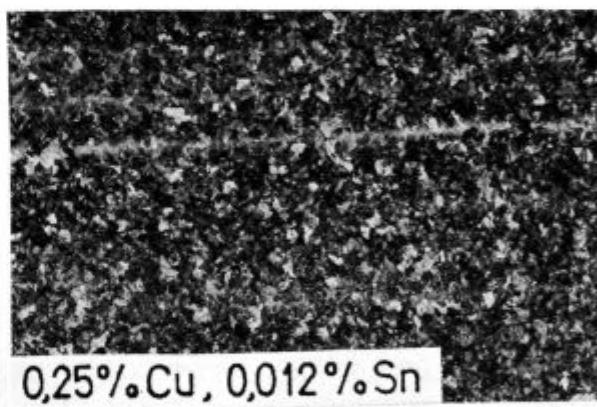
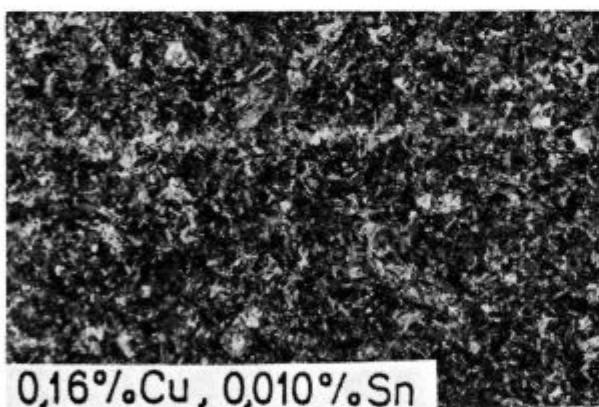
Table 1:

Sample	Heat. Nr.	% C	% Si	% Mn	% P	% S	% Ni	% Cu	% Sn
1	26221	0.55	1.54	1.03	0.012	0.014	0.10	0.16	0.010
2	15682	0.58	1.63	1.01	0.010	0.015	0.14	0.25	0.012
3	26213	0.59	1.67	0.90	0.009	0.015	0.12	0.32	0.012
4	26230	0.56	1.62	1.01	0.013	0.014	0.12	0.33	0.022

## 3. RESULTS

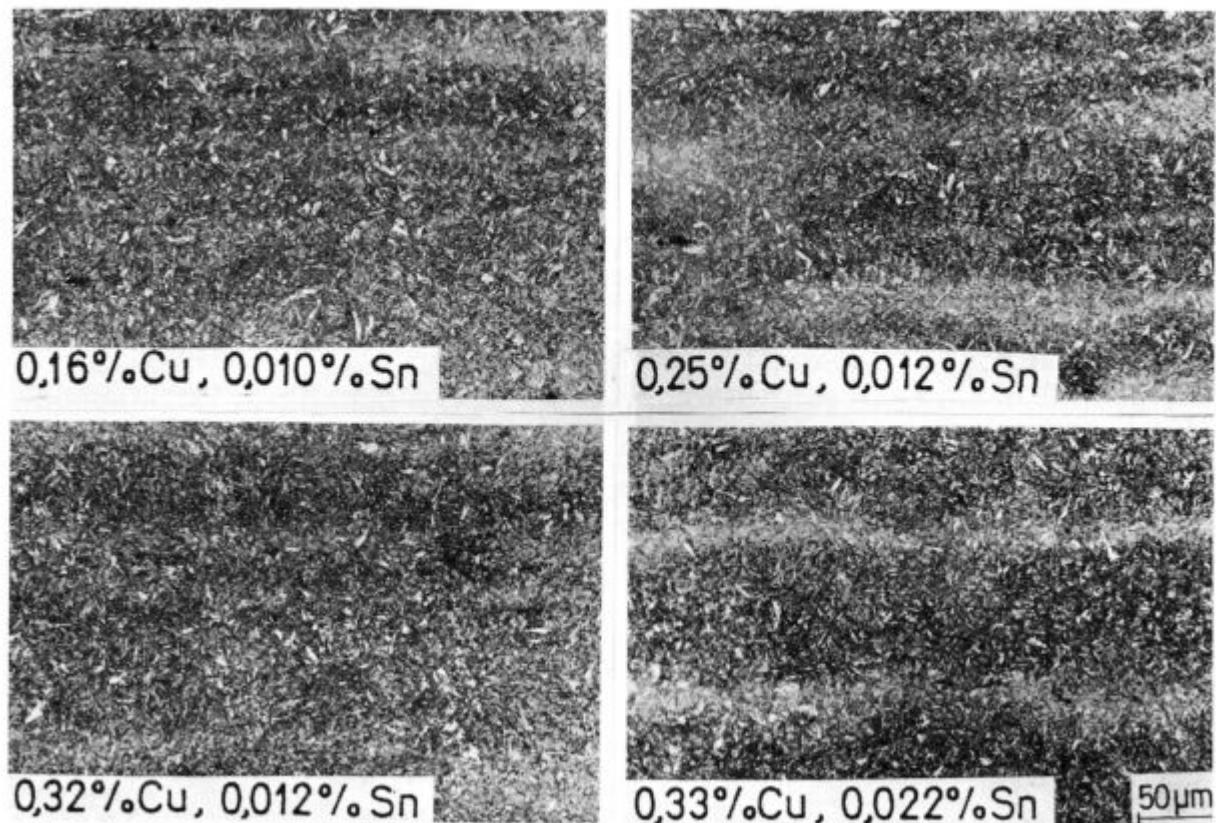
### 3.1 Microstructure

The microstructure after normalizing was a fine grained perlite with ferritic net. Partial decarburization was observed on sample surface. Grain size of sample



Slika 1:  
Mikrostruktura jekel v normaliziranem stanju

Fig. 1:  
Microstructure in normalized state



**Slika 2:**  
Mikrostruktura jekel v poboljšanem stanju

**Fig. 2:**  
Microstructure in quenched and tempered state

### 3. REZULTATI

#### 3.1. Mikrostruktura vzorcev

Mikrostruktura vzorcev po normalizaciji je drobnozrnata, perlita s feritno mrežo, pri vseh je na površini opazno delno razogljičenje. Pri vzorcih 1, 2 in 3 so zrna enaka, pri vzorcu 4 pa so drobnejša (**slika 1**).

Mikrostruktura vzorcev po poboljšanju je martenitna. Posamezne svetlejše proge, ki se vlečejo v smeri valjanja, predstavljajo izceje, opaziti pa je tudi razpotegnjene sulfidne vključke (**slika 2**).

#### 3.2. Mikro morfologija prelomov

Prelome vzorcev v poboljšanem stanju smo pregledali na rasterskem mikroskopu. Kot je razvidno s posnetkov (**slike 3 in 4**), se na prelomnih površinah prepletajo žilava in krhka področja.

Detalji pri večji povečavi pokažejo, da je največji delez krhke interkristalne površine pri vzorcu, ki ima 0.32 % Cu in 0.012 % Sn (**slika 4**).

Krhkost je tem izrazitejša, čim več je v jeklu bakra. Ni jasno, ali gre za kako obliko reverzibilne popustne krhkosti, povezane s fosforjem, kositrom ali drugimi elementi, ali za nereverzibilno krhkost, povezano z vplivom bakra na tvorbo popustnih karbidov, ali pa celo za izločanje bakra iz prenasocene raztopine v feritu. To bo predmet nadaljnih raziskav.

Po razjasnitvi narave krhkosti bo mogoče dopolniti predpis za topotno obdelavo, kar bo ob enakih drugih lastnostih jeklu zagotovilo tudi večjo žilavost.

Nr. 1, 2 and 3 was the same whereas finer grain size was observed in sample Nr. 4. (**Fig. 1**)

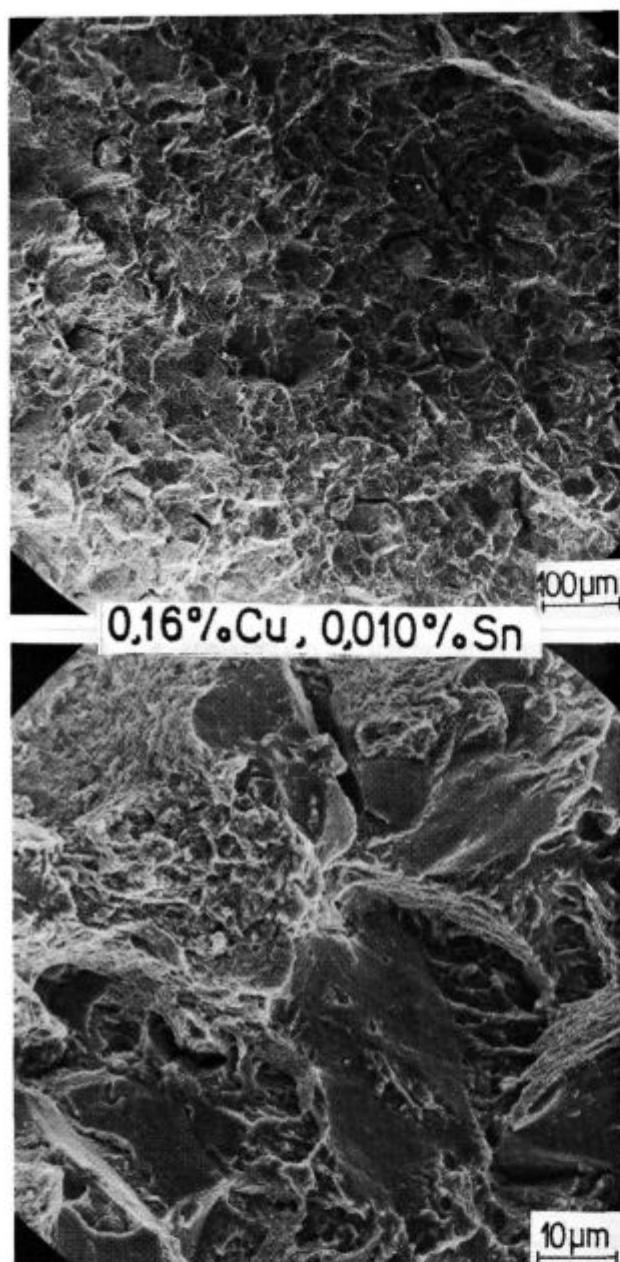
Microstructure after quenching and tempering was martensitic. Particular lighter strips in rolling direction represent precipitates. Elongated sulphide inclusions can also be observed (**Fig. 2**).

#### 3.2 Micro Morphology of Fracture Surface

Raster microscope was used to investigate fracture surface of heat treated samples. As seen from **fig. 3 and 4** fracture surface is composed of interwoven ductile and brittle areas. Details at higher magnification (**fig. 4**) show the highest amount of intercrystalline brittle fracture in the sample with 0.32 % Cu and 0.012 % Sn.

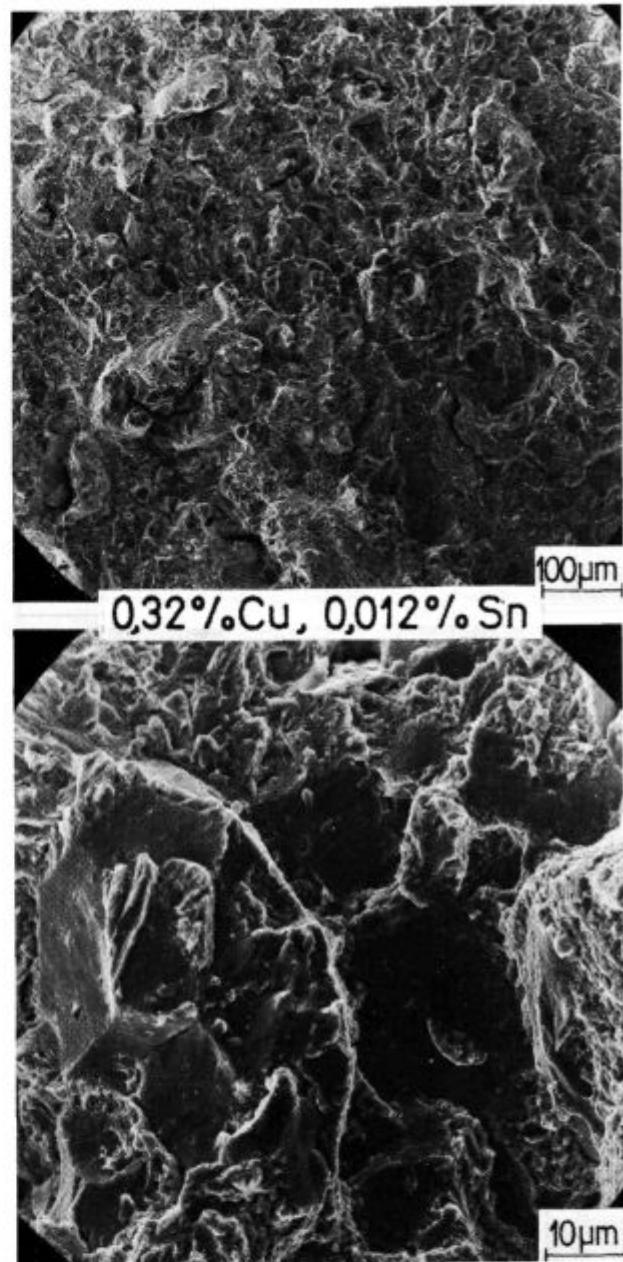
The higher the copper content is the more expressive is the embrittlement. It is not clear whether the observed embrittlement is a sort of reversible tempering embrittlement associated with phosphorus, tin or other elements, or is it irreversible embrittlement associated with the influence of copper on the precipitation of carbides during tempering. It may even be attributed to the precipitation of copper from its supersaturated solution in ferrite. This problem will be the aim of further investigation.

After the reliable explanation of the nature of observed embrittlement is made the corresponding supplement of heat treatment specification will be made which will result in higher toughness of this steel at the same level of other properties.



Slika 3:  
Preлом jekla v poboljšanem stanju

*Fig. 3:  
Fracture surface of quenched and tempered steel*



Slika 4:  
Preлом jekla v poboljšanem stanju

*Fig. 4:  
Fracture surface of quenched and tempered steel*

### 3.3. Mehanske lastnosti

Iz mehko žarjenih palic Ø30 mm s sestavo, ki je dana v tabeli 1, so bili izdelani vzorci za natezni preizkus. Vsi vzorci so bili poboljšani. Povprečje treh meritev je dalo rezultate, ki so prikazani v tabeli 2.

Tabela 2:

Vzorec	Trdnost R <sub>m</sub> (N/mm <sup>2</sup> )	Raztežek A (%)	Kontrakcija Z (%)
1	1296	10	27
2	1315	11	31
3	1376	10	26
4	1361	10	26

### 3.3 Mechanical Properties

Samples for tensile test were made from annealed Ø 30 mm bars the composition of which is given in Table 1. All samples were heat treated as already mentioned. Results obtained as mean of three measurements are given in Table 2.

Table 2:

Sample	Strength R <sub>m</sub> (N/mm <sup>2</sup> )	Elongation A (%)	Contraction Z (%)
1	1296	10	27
2	1315	11	31
3	1476	10	26
4	1361	10	26

Pri povečanju vsebnosti bakra od 0,16 % na 0,32 % se poveča natezna trdnost od 1296 N/mm<sup>2</sup> na 1376 N/mm<sup>2</sup>, pri povečanju vsebnosti kositra od 0,012 % na 0,022 % pri 0,33 % Cu se malo zmanjša natezna trdnost od 1376 N/mm<sup>2</sup> na 1361 N/mm<sup>2</sup>. To je nepomembno, vendar pa je lahko odraz spremenjene kaljivosti zaradi kositra.

Naraščanje vsebnosti bakra se ne odraža na raztezu, saj je ta pri vseh vzorcih praktično enak. Tudi pri kontrakciji ni velikih razlik. Vse dobljene vrednosti so v okviru predpisanih za jeklo Č.2133 (trdnost R<sub>m</sub> med 1270 N/mm<sup>2</sup> in 1470 N/mm<sup>2</sup> ter raztezek A<sub>min</sub> ≥ 6 %).

Poleg raztržnih preizkusov je bil napravljen tudi preizkus žilavosti DVM pri 20°C, izmerjena strižna trdnost v normaliziranem stanju in trdota v poboljšanem stanju. Rezultati meritev so prikazani v tabeli 3. Podatki v tabeli 3 kažejo, da žilavost pada z naraščanjem vsebnosti bakra. Žilavost prvih dveh jekel je ravno na meji, ki predstavlja prehod žilavega preloma v krhki (27 J), kar se odraža tudi na morfološki prelomov, kot smo že omenili.

Tabela 3:

Vzorec	Žilavost DVM (J)	Strižna trdnost (N/mm <sup>2</sup> )	Trdota (HRc)
1	26	781	35
2	25	842	42
3	15	862	42
4	19	812	41

Velika razlika žilavosti je med jeklom 3 in jeklom 4, ki pa se ne odraža niti v trdnosti niti v raztezku.

Zaradi nizke žilavosti obstaja nevarnost povečanja zarezne občutljivosti takega jekla in s tem možnost poškodb, posebno pri nižjih temperaturah.

Podobno kot natezna trdnost se z večanjem vsebnosti bakra povečuje tudi strižna trdnost v normaliziranem stanju od 781 N/mm<sup>2</sup> pri 0,16 % Cu na 862 N/mm<sup>2</sup> pri 0,32 % Cu. Primerjava jekel 3 in 4 pokaže, da je strižna trdnost pri enaki količini bakra nižja pri vzorcu z višjo vsebnostjo kositra, manjša pa je tudi trdota. Tudi to je verjetno v zvezi z vplivom kositra na kaljivost.

Za uporabne lastnosti vzmeti je pomembno tudi obnašanje materiala pri dinamičnih obremenitvah. Najpogosteje se za te namene uporablja vrtilno-upogibni trajni preizkus, s katerim dobimo dopustno obremenitev materiala, da zdrži nad 4,5 milijona izmeničnih obremenitev. Trajno trdnost smo določili z vrtilno-upogibnim preizkوسom s po 15 vzorci od vsake vrste jekla. Uporabljena je bila metoda stopnic, kjer se izmenično spreminja nivo obremenitev navzgor in navzdol. Vzorci so bili pod izmenično obremenitvijo do 4,5 milijona vrtljajev.

Iz dobljenih vrednosti je bila izračunana trdnost σ<sub>uv</sub>, raztros S ter razmerje σ<sub>uv</sub>/R<sub>m</sub>. Vsi ti podatki so v tabeli 4. Diagrami z vrstanimi nivoji obremenitev so prikazani na sliki 5.

Dobljene rezultate je težko komentirati, ker ni na voljo primerjalnih podatkov oziroma normalne vrednosti za trajno trdnost te vrste jekla niso poznane.

Tabela 4:

Vzorec	σ <sub>uv</sub> vrtilno upog. trd. (N/mm <sup>2</sup> )	Raztros S (N/mm <sup>2</sup> )	Razmerje σ <sub>uv</sub> /R <sub>m</sub>
1	384	6,6	0,30
2	391	9,3	0,30
3	368	6,8	0,27
4	387	3,1	0,28

Increase in copper content from 0,16 % Cu to 0,32 % Cu resulted in the rise of tensile strength from 1296 N/mm<sup>2</sup> to 1376 N/mm<sup>2</sup>. Increase in tin content from 0,012 % Sn to 0,022 % Sn at 0,33 % Cu caused a slight decrease in tensile strength from 1376 N/mm<sup>2</sup> to 1361 N/mm<sup>2</sup>. It is not significant however, it might be a result from a change in hardenability caused by tin.

The rise in copper content had no influence on elongation which was practically the same for all samples. Only slight difference in contraction was observed. All obtained values were within specified range for Č.2133 grade (strength R<sub>m</sub> between 1270 N/mm<sup>2</sup> and 1470 N/mm<sup>2</sup>, and elongation A<sub>min</sub> ≥ 6 %).

Beside tensile strength DVM toughness at 20°C, shear strength in normalized state and hardness in quenched and tempered state were also measured. The results can be seen in Table 3. The data shows that toughness decreases with the rise in copper content. The toughness of the first two steels was just on the limit (27 J) of the ductile-to-brittle transformation which reflected also on the morphology of fracture surface as mentioned previously.

Tabela 3:

Sample	Toughness DVM (J)	Shear strength (N/mm <sup>2</sup> )	Hardness (HRc)
1	26	781	35
2	25	842	42
3	15	862	42
4	19	812	41

Big difference observed in toughness of steel Nr. 3 and Nr. 4 is reflected neither on strength nor elongation.

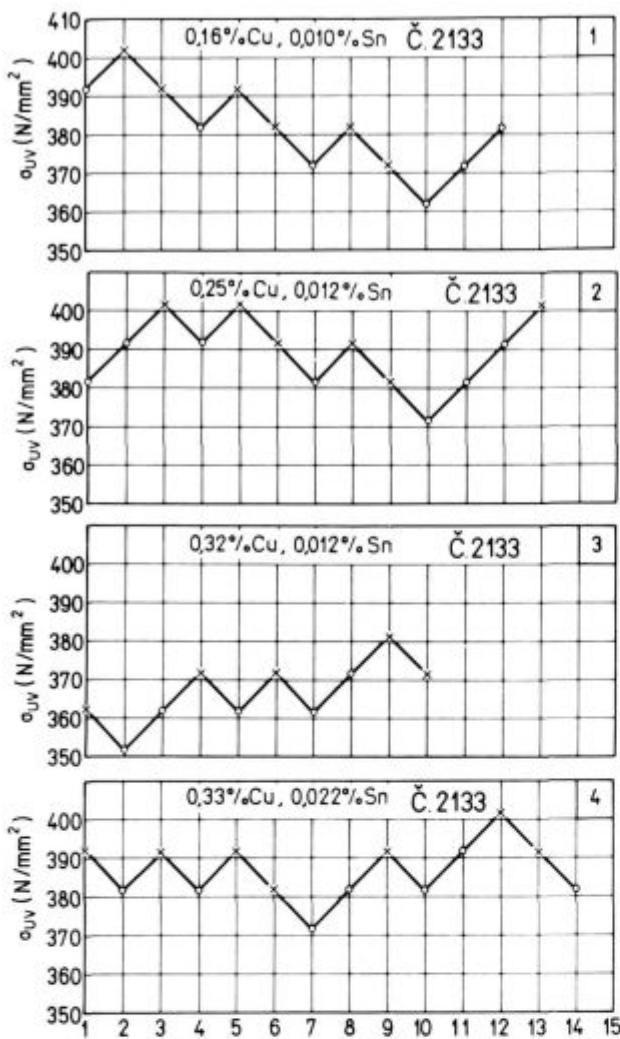
Due to low toughness there is a danger of a rise in notch sensitivity of such steel which can result in the breakage of spring especially at lower temperatures.

Similarly as tensile strength the shear strength in normalized state also increases from 781 N/mm<sup>2</sup> at 0,16 % Cu to 862 N/mm<sup>2</sup> at 0,32 % Cu. The comparison of steel Nr. 3 with steel Nr. 4 reveals that the shear strength at the same copper content was lower at higher tin content. The same holds for hardness. This is probably also an influence of tin on hardenability. The behavior of material at dynamic loading is also important for service spring properties. The most frequently used test for determination of the dynamic alternate load the material can bear for more than 4,5 millions of cycles is known as rotating bar bending fatigue test. The dynamic fatigue test was performed on 15 samples of each steel. The level of alternate load was changed stepwise up to 4,5 million of revolutions.

The results obtained were used to calculate fatigue strength σ<sub>uv</sub>, standard deviation S and σ<sub>uv</sub>/R<sub>m</sub> ratio which are given in Table 4. Diagrams with marked alternate load levels are seen in Fig. 5. No comment is given on the results due to the lack of reference data. So-called normal values for fatigue strength for this kind of steel are not known. It can be seen that there were no significant differences in fatigue strength since it was

Tabela 4:

Sample	σ <sub>uv</sub> Fatigue strength (N/mm <sup>2</sup> )	Stand. dev. S (N/mm <sup>2</sup> )	Ratio σ <sub>uv</sub> /R <sub>m</sub>
1	384	6,6	0,30
2	391	9,3	0,30
3	368	6,8	0,27
4	387	3,1	0,28



Slika 5:

Vrtilno-upogibna trdnost jekel po 4,5 milijona vrtljajev. Oznake: X - zdržala, 0 - zlom, 1-15 predstavlja posamezne vzorce

Fig. 5:

Fatigue strength after 4.5 million cycles. X — unbroken specimen, 0 — failure. 1—15 nr. of particular specimen

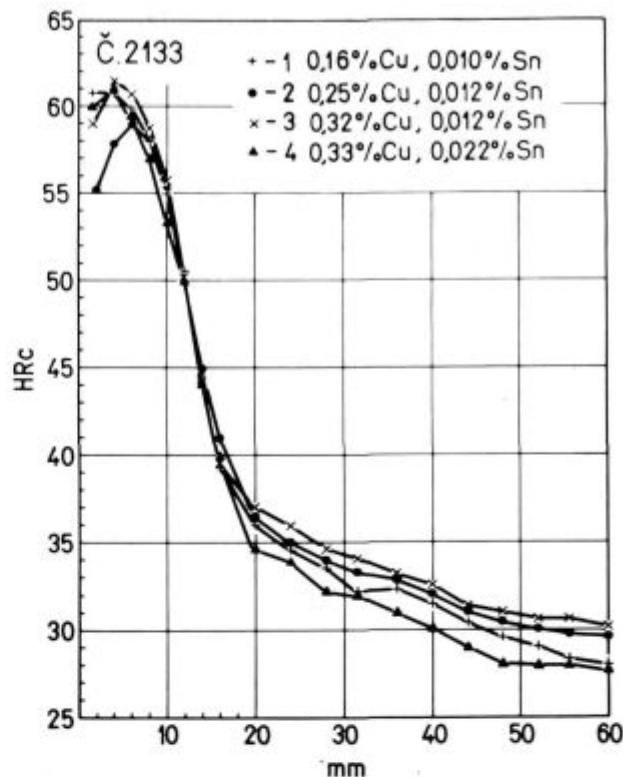
Iz izračunanih vrednosti se vidi, da so razlike majhne. Trajna trdnost jekla z 0,16 % Cu in 0,010 % Sn je praktično identična vrednosti pri jeklu z 0,33 % Cu in 0,022 % Sn.

Velja torej, da v danem območju koncentracij, oligo-elementa baker in kositer nista škodljiva za trajno trdnost.

### 3.4. Kaljivost in prekaljivost

V literaturi<sup>4</sup> zasledimo podatke o vplivu posameznih elementov na prekaljivost. Baker, nikel in silicij povečujejo prekaljivost jekla. Za kositer ni zaslediti podatkov, razen nekaterih naših izkušenj, ki kažejo, da kositer zmanjšuje prekaljivost silicijevega vzmetnega jekla<sup>2</sup>.

Jominy profili trdote na sliki 6 kažejo, da so razlike v poteku trdote med vzorci majhne. Kljub temu se opazi, da se z naraščajočo vsebnostjo bakra prekaljivost povečuje. Opazen je tudi učinek povečanja vsebnosti kositra pri 0,33 % Cu. Prekaljivost se z narastkom kositra od 0,012 % na 0,022 % poslabša. Trdota vzorca z 0,33 % Cu

Slika 6:  
Prekaljivost jekel po Jominy-uFig. 6:  
Hardenability as Determined by Jominy test

practically the same for steel with 0.16 % Cu and 0.010 % Sn as for steel with 0.33 % Cu and 0.022 % Sn. Hence it can be stated that within the concentration range used copper and tin have no harmful influence on fatigue strength.

### 3.4 Hardenability and Jominy test.

The influence of particular elements on hardenability are known from literature<sup>4</sup>. Copper, nickel and silicon increase the hardenability of steel. There is no available data regarding the influence of tin except for certain our experience<sup>2</sup> according to which tin decreases the hardenability of silicon spring steel. Jominy curves in Fig. 6 show only slight difference in hardness of different samples. However, it can be noted that increase in copper content increases hardenability. The effect of increased tin content at 0.33 % Cu can also be noted. The hardenability decreases with increase in tin content from 0.012 % Sn to 0.022 % Sn. In 20 mm distance from quenched end the hardness of steel with 0.33 % Cu and 0.022 % Sn was 34.5 HRC i. e., the same as in 28 mm distance for steel with 0.012 % Sn and the same copper content.

## 5. CONCLUSIONS

Based on the investigation carried out on four industrial spring steel of Č. 2133 type the following conclusions may be drawn:

— Increased content of copper up to 0.33 % Cu and tin up to 0.022 % Sn have no deleterious effect on the initial workability and mechanical properties which remain within prescribed range. The upper limit 0.25 % Cu of

in 0,022 % Sn je pri oddaljenosti 20 mm od čela 34,5 HRc, kar je enako trdoti na oddaljenosti 28 mm od čela pri vzorcu z enakim bakrom in 0,012 % Sn.

## 5. ZAKLJUČKI

Na podlagi raziskav na štirih industrijskih jeklih za vzmeti, vrste Č.2133, lahko postavimo naslednje zaključke:

— Povečana vsebnost oligoelementov do 0,33 % Cu in do 0,022 % Sn ne vpliva na poslabšanje začetne plastičnosti in ne poslabša mehanskih lastnosti, ki ostanejo v okviru predpisanih. Dosedanjo najvišjo dovoljeno vsebnost 0,25 % Cu v vzmetnem jeklu Č.2133 bi lahko povisili vsaj na 0,33 % Cu ali celo višje.

— Baker povečuje prekaljivost, kositer pa jo zmanjšuje, vendar v preiskovanem razponu koncentracij te razlike niso velike.

— Relativno gledano, med preiskovanimi jekli ni pomembnih razlik v trajni trdnosti, zato velja, da baker do 0,33 % in kositer do 0,022 % ne vplivata škodljivo na trajno trdnost.

*copper content in Č.2133 spring steel can be raised at least to 0.33 % Cu or even higher.*

*— Copper increases while tin decreases the hardenability, however the influence is small within the concentration range investigated.*

*— There is no significant difference in fatigue strength between the four samples hence it can be concluded that copper up to 0.33 % Cu and tin up to 0.022 % Sn have no harmful influence on the fatigue strength.*

## LITERATURA/REFERENCE

1. M. Torkar, J. Žvokelj, F. Vodopivec, F. Kaučič, F. Haller: Predelovalna sposobnost in fizikalne lastnosti nizko legiranega vzmetnega jekla z dodatkom bakra, Poročilo MI, št. 83-035 Ljubljana, 1983
2. M. Torkar, F. Vodopivec, F. Kaučič, F. Haller: Vpliv bakra na lastnosti vzmetnih jekel II. del, Poročilo MI, št. 84-040, Ljubljana 1984
3. M. Torkar, F. Vodopivec, F. Kaučič, F. Haller: Vpliv bakra na lastnosti vzmetnih jekel III. del, Poročilo MI, št. 85-028, Ljubljana 1985
4. C. A. Siebert, D. V. Doane, D. H. Breen: The Hardenability of Steels, ASM Metals Park Ohio, 1977
1. M. Torkar, J. Žvokelj, F. Vodopivec, F. Kaučič, F. Haller: Workability and physical properties of low alloyed spring steel with copper addition, Internal report of MI Nr. 83-035, Ljubljana, 1983.
2. M. Torkar, F. Vodopivec, F. Kaučič, F. Haller: The influence of copper on the properties of spring steel Part II, Internal report of MI Nr. 84-040, Ljubljana, 1984.
3. M. Torkar, F. Vodopivec, F. Kaučič, F. Haller: The influence of copper on the properties of spring steel, Part III, Internal report of MI Nr. 85-028, Ljubljana, 1985.
4. C. A. Siebert, D. V. Doane, D. H. Breen: The Hardenability of Steels, ASM Metaks Park Ohio, 1977.

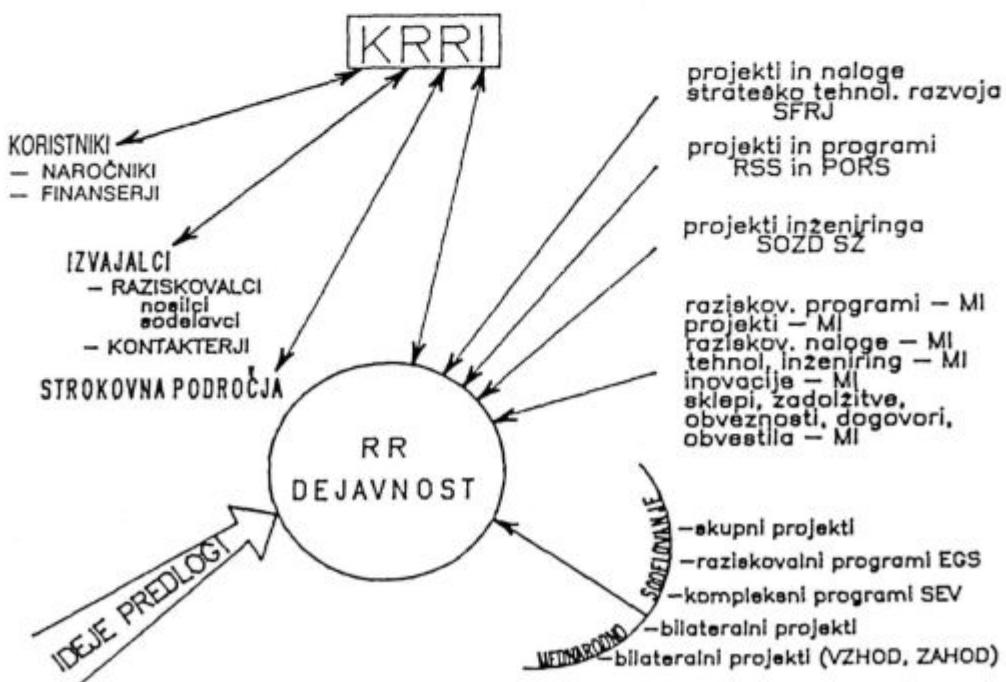
Računalniško podprt

## INFORMACIJSKO – DOKUMENTACIJSKI SISTEM



KRMILJENJE RAZISKAV RAZVOJA IN INŽENIRINGA

## INDOK SISTEM



# Pojavi pri malocikličnem utrujanju nizkoogljičnega jekla na področju naravnega tečenja

## Low Cycle Fatigue Phenomena in Low Carbon Steel in the Region of Yielding Elongation

J. Žvokelj<sup>\*1</sup>

UDK: 620.178.3:669.15-194.2

ASM/SLA: Q7, CNg



Pri izdelavi ciklične  $\sigma-\epsilon_a$  krivulje za nizkoogljično jeklo z velikim raztezkom naravnega tečenja smo ugotovljali nekatere značilnosti med začetnimi izmeničnimi obremenitvami. V področju naravnega tečenja opažamo pri malih amplitudah raztezka mehčanje, pri večjih amplitudah pa utrjanje jekla od prvega nihaja dalje. Pri tem je delež nehomogene deformacije enak dvojni amplitudi reztezka.

Determining the cyclic  $\sigma-\epsilon_a$  curve for a low carbon steel with a large yielding elongation, the author studied some characteristic phenomena occurring during initial alternating loading. In the yielding range softening could be observed at small strain amplitudes and hardening at larger strain amplitudes from the first cycle onwards. In this case the size of the nonhomogeneous deformation was equal to the double amplitude of elongation.

### UVOD

S pojmom malociklično utrujanje (angl. low cycle fatigue) označujemo področje dinamičnih obremenitev, pri katerih pride do porušitve že po manjšem številu nihajnih obremenitev. Na klasičnem Wöhlerjevem diagramu, s katerim prikazujemo število nihajnih obremenitev do loma v odvisnosti od amplitudo dinamične napetosti, ga imenujemo področje časovne dinamične trdnosti, za razliko od trajne dinamične trdnosti, ki jo predstavlja mejna napetost, ko preide Wöhlejeva krivulja v asimptoto in pod katero naj bi material že trajno vzdržal nihajno obremenitev.<sup>1,2</sup>

Posebna značilnost področja malocikličnega utrujanja je v tem, da nastajajo med obremenjevanjem v materialu poleg elastičnih tudi plastične deformacije, zaradi česar zasledimo pri tovrstnih preskušanjih še vrsto spremljajočih pojavov, kot so utrjanje, mehčanje, relaksacija, Bauschingerjev efekt in podobno.

Preizkušanja na področju malocikličnega utrujanja izvajamo z majhnimi frekvencami, zato lahko registriramo soodvisnost obremenitev in deformacij. Pri izmeničnem obremenjevanju predstavlja ta odnos značilna histerezna zanka (Slika 1). Preizkušanja se izvajajo lahko s krmiljenjem amplitude obremenitev, vendar so za interpretacijo pojavov prikladnejša preizkušanja s krmiljenjem amplitude raztezkov, kar velja še zlasti za preskušanja pri povišanih temperaturah. V dvojnologaritemskih koordinatah je odnos med amplitudo plastičnega raztezka in številom nihajev do zloma premica in ga matematično lahko izrazimo s Coffin-Mansonovo enačbo.<sup>3</sup>

Za osnovno presojo ponašanja materiala pri malocikličnem utrujanju se izdela takoimenovana ciklična  $\sigma-\epsilon_a$  krivulja, ki je ena od osnov za računalniško obdelavo ugotavljanja življenske dobe konstrukcijskega dela pri

### INTRODUCTION

The term low-cycle fatigue is used for the region of dynamic loadings where failure occurs at a low number of cycles. In the classical Wöhler's diagram representing the number of cycles to failure against the amplitude of dynamic stress, this region is that of time fatigue strength as contrasted to that of fatigue strength represented by limit stress when Wöhler's curve approaches the asymptote and under which a material should develop a fatigue resistance to cyclic loading.

A special feature of the low-cycle fatigue range is the occurrence of not only elastic but also plastic strains in material under loading. As a result in this kind of testing one can find a series of accompanying phenomena such as hardening, softening, relaxation, Bauschinger's effect and similar.

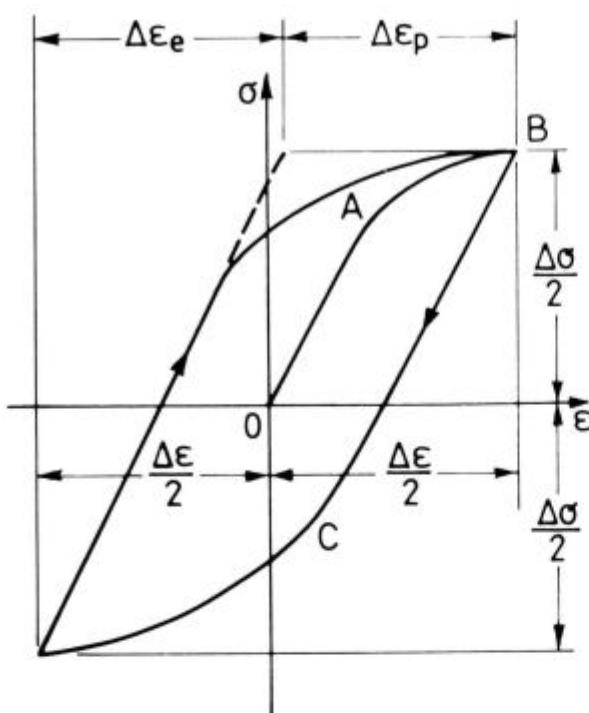
In the low-cycle fatigue region tests are performed at low frequencies so that the stress-strain relationship can be recorded. At alternating load this relationship can be represented by a hysteresis loop (Figure 1). Tests can be performed in stress controlled conditions, however, for the interpretation of the phenomena tests in strain controlled conditions seems to be more appropriate, which is especially true for tests at elevated temperature. On the log-log coordinates, the relationship between the plastic strain amplitude and the number of cycles to failure is represented by a straight line, and can be mathematically expressed by Coffin-Manson equation.

To be able to judge the behaviour of material in low-cycle fatigue, the so-called cyclic  $\sigma-\epsilon_a$  curve is usually defined serving as a basis for computer processing of data offering information about the life time of a structural part under non-uniform cyclic loading. (Figure 2). This curve is similar to a static tensile curve except that on the abscissa strain amplitude ( $\epsilon_a$ ) is indicated. The tests are carried out under alternating dynamic load, and for the particular points on the curve stress in tension is registered at the maximum amplitude of a given strain in tension.

<sup>\*</sup> Janez Žvokelj, dipl. ing. met. SŽ-Metalurški inštitut Ljubljana, Lepa pot 11, 61000 Ljubljana

<sup>\*\*</sup> Originalno publicirano: ŽEZB 24 (1990) 1

<sup>\*\*\*</sup> Rokopis sprejet: november 1989



Slika 1:

Odnos med napetostjo ( $\sigma$ ) in deformacijo ( $\epsilon$ ) pri izmenični obremenitvi  
 $\epsilon_{ei}$  — delež elastične deformacije  
 $\epsilon_{pl}$  — delež plastične deformacije

Fig. 1:

Stress ( $\sigma$ ) versus strain ( $\epsilon$ ) in alternating load cycles  
 $\epsilon_{ei}$  — amount of elastic strain  
 $\epsilon_{pl}$  — amount of plastic strain

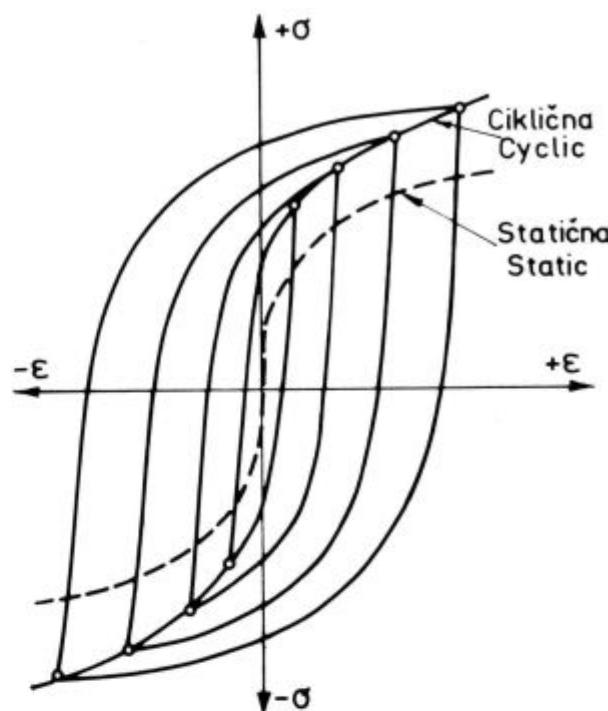
neenakomernih nihajnih obremenitvah (Slika 2). Podobna je statični natezni krivulji, le da na absciso nanašamo amplitudo raztezka ( $\epsilon_a$ ). Preizkušanje izvajamo z izmeničnim dinamičnim obremenjevanjem, za posamezne točke krivulje pa registriramo napetost v nategu pri maksimalni amplitudi dane deformacije v nategu.

Ker nastopajo med obremenjevanjem z izmeničnim predznakom (nateg—tlak—nateg—tlak itd.) poleg elastičnih tudi plastične deformacije v materialu, je treba pri vsakem zanihanju z nasprotnim predznakom računati z Bauschingerjevim efektom, sicer pa je ciklično obremenjevanje z izmenično napetostjo izraženo s tipično histerezno krivuljo.<sup>4,5</sup>

Med prvimi cikli izmeničnega obremenjevanja pa se pojavljajo dodatne značilnosti. Nekateri materiali se mehčajo, nekateri utrjajo, lahko pa se ponašajo tudi popolnoma neutralno. Mehčanje ali utrjanje zaznamo na registriranih histereznih zankah. Zato lahko posamično točko soodvisne napetosti dani amplitudi na ciklični  $\sigma$ - $\epsilon_a$  krivulji določimo šele takrat, ko dosežemo stabilno histerezno zanko. Običajno je to po 100 nihajih ali pa po polovičnem številu nihajev do zloma.

Pojavi pri prvih ciklih izmeničnega obremenjevanja so nas posebej zanimali.

Primer utrjanja in mehčanja 9 % Ni jekla z različno vsebnostjo zadržanega avstenita je bil že objavljen,<sup>6,7</sup> v članku pa prikazujemo pojave pri začetnem cikličnem obremenjevanju nizkoogljičnega jekla v območju deformacij naravnega tečenja.



Slika 2:

Statična in ciklična  $\sigma$ - $\epsilon$  krivulja (pri utrjanju materiala)

Fig. 2:  
Static and cyclic  $\sigma$ - $\epsilon$  curve (cyclic hardening)

Since during alternating loading (tension—compression—tension—compression etc) the material experiences elastic and also plastic strains, it is necessary to consider the possibility of the Bauschinger effect in each reversal, however, in general cyclic loading with alternating stress can be expressed by a typical hysteresis curve<sup>4,5</sup>

The first cycles of alternating loading are characterised also by the occurrence of some other phenomena. Thus some materials experience softening, some hardening, and others can behave in quite a neutral way. Softening and hardening can be noted on the hysteresis loops. Therefore a particular point of stress corresponding to a given amplitude on the cyclic  $\sigma$ - $\epsilon_a$  curve can be determined only when a stable hysteresis loop is achieved. This usually happens after 100 cycles or at 50 % of the number of cycles to failure.

The author's special interest was focussed on the phenomena occurring in the first cycles of alternating load.

The results of an investigation on hardening and softening phenomena in a 9 % Ni-steel with a varying content of residual austenite have already been published<sup>6,7</sup>. In this paper, the author pays attention to the phenomena which occur in the initial cycles of loading a low-carbon steel in the region of yielding elongation.

#### PHENOMENA IN LOW-CARBON STEEL WITH EXCESSIVE YIELDING

Plastic deformation of a low-carbon steel begins following the mechanism of yielding. The first Lüders bands occur at the higher yield point  $R_{yH}$ . Subsequent non-homogeneous deformation occurs at the lower yield point  $R_{yL}$  without any hardening before the steel

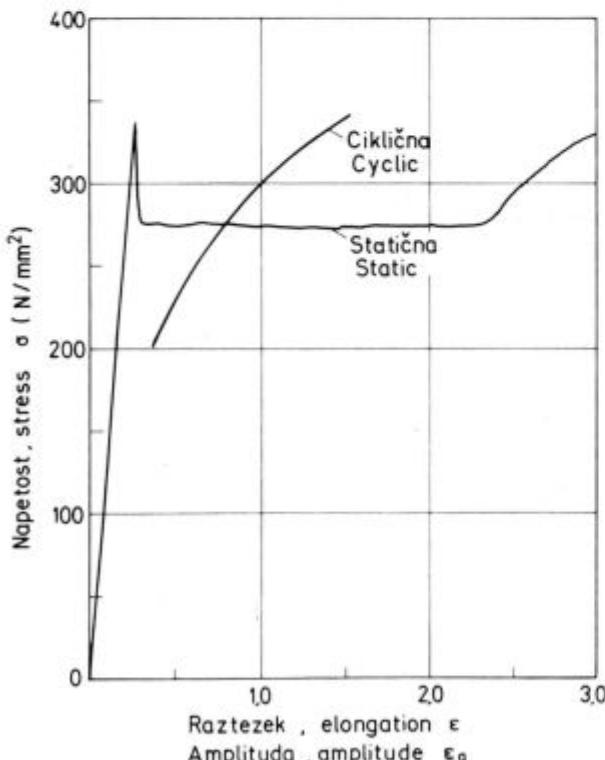
## POJAVI PRI NIZKOOGLJIČNEM JEKLU Z IZRAZITIM NARAVNIM TEČENJEM

Nizkoogljično jeklo se začne plastično deformirati po mehanizmu naravnega tečenja. Pri zgornji meji tečenja  $R_{eH}$  (naravni meji plastičnosti) se sprožijo prve Lüdersove črte, nadaljnja nehomogena deformacija pa poteka pri spodnji napetosti tečenja ( $R_{eL}$ ) brez utrjanja, preden se jeklo začne pri nadaljnji deformaciji spet utrjevati. Naravno tečenje lahko doseže tudi več kot 2 % raztezka. Večina starejših raziskav ponašanja nizkoogljičnega jekla pri cikličnem obremenjevanju sloni na rezultatih, ki so bili izvedeni s krmiljenjem amplitude napetosti. Posebej zanimive so ugotovitve, da se lahko sproži nehomogena deformacija (Lüdersove črte) že pri amplitudah napetosti tik pod zgornjo napetostjo tečenja.<sup>8,9</sup> Pri preizkusih, krmiljenih z amplitudo napetosti, pa se pri jeklih z naravnim tečenjem enostavno preskoči področje naravnega tečenja, ker le-ta poteka pri nižji napetosti, kot je zgornja napetost tečenja, pri kateri se ta deformacija sproži.

Pri naših preizkusih, ki smo jih izvedli s krmiljenjem reztezkov, pa smo lahko opazovali pojave v tem zanimivem področju nehomogene deformacije.

Za preizkuse smo izbrali jeklo z izredno nizkim ogljikom z izrazito naravno napetostjo tečenja (naravno mejo plastičnosti). Pri statičnem nateznem poskusu je imelo veliko razliko med zgornjo in spodnjo napetostjo tečenja ( $R_{eH} = 335 \text{ N/mm}^2$  in  $R_{eL} = 260 \text{ N/mm}^2$ ) teri široko območje raztezka naravnega tečenja brez utrditve ( $\epsilon_{nt} = 2,4\%$ ).

Izvedeni so bili preizkusi z izmeničnim obremenjevanjem s krmiljenjem amplitude raztezkov v stopnjah od  $\epsilon_a = \pm 0,2\%$  do  $\epsilon_a = \pm 1,2\%$ . Pri vsakem preizkusu smo registrirali histerezne zanke začetnih nihajev. Frekvence



Slika 3:

Statična in ciklična  $\sigma$ - $\epsilon$  krivulja nizkoogljičnega jekla

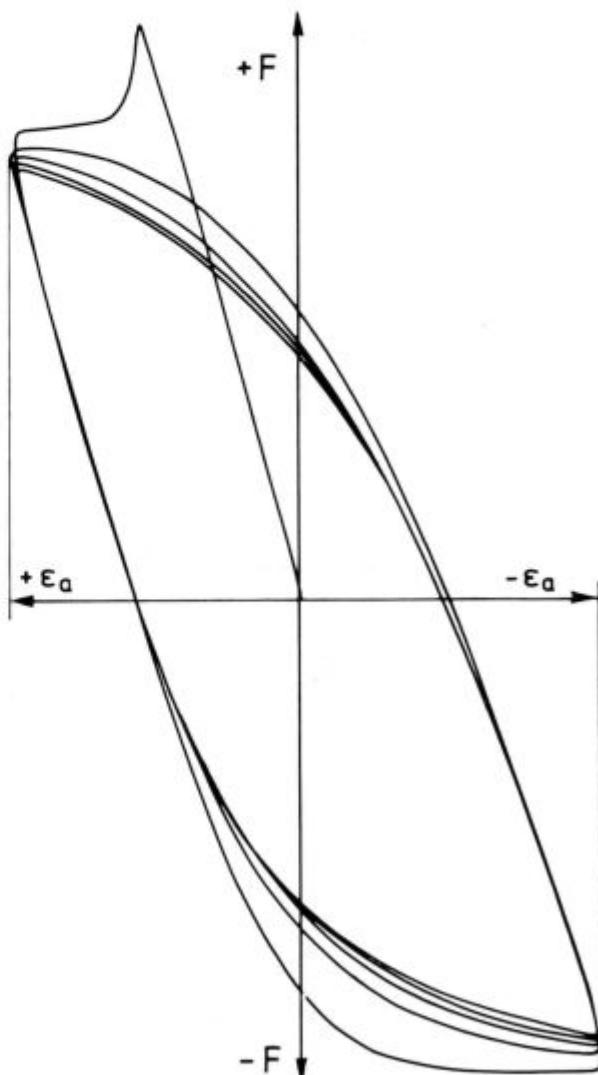
Fig. 3:

Static and cyclic  $\sigma$ - $\epsilon$  curve for a low carbon steel.

starts hardening again as a result of further deformation. Yielding can reach an elongation of 2 %. The majority of older investigations dealing with the behaviour of low-carbon steel under cyclic loading had been based on stress-controlled testing. Some of the particularly interesting findings have been that non-homogeneous deformation (Lüders bands) can occur already at the stress amplitude immediately below the higher yield point.<sup>8,9</sup> In the strong steels with yielding as their characteristic feature in stress-controlled conditions the yield region is simply left out since yielding occurs at a lower stress point than that of the higher yield stress at which this deformation starts.

The tests reported in this paper were carried out in strain-controlled conditions. In this way, it was possible to examine the phenomena in this interesting region of non-homogeneous deformation.

In the tests a steel with an extremely low content of carbon with excessive yielding was used. Subjected to static tension, the steel displayed a big difference



Slika 4:

Zapis začetnih nihajev cikličnega utrujanja nizkoogljičnega jekla: amplituda raztezka  $\epsilon_a = \pm 0,4\%$

Fig. 4:

Initial cycles of cyclic fatigue of low carbon steel: strain amplitude  $\epsilon_a = \pm 0,4\%$ .

nihanja je bila  $0.1 \text{ Hz}$  pri preizkusih, ki smo jih izvedli do loma, pri preizkusih, ki smo jih prekinili po 100 nihajih, pa  $0.01 \text{ Hz}$ .

Na diagramu na sliki 3 sta prikazana skupno statična in ciklična  $\sigma$ - $\epsilon_a$  krivulja. Za ciklično krivuljo smo vzeli soodvisno napetost vsakokratni amplitudi pri polovicičnem številu nihajev do zloma.

Pri amplitudah do raztezka do približno  $\epsilon_a = \pm 0.6 \%$  poteka ciklična  $\sigma$ - $\epsilon_a$  krivulja pod statično krivuljo, pri večjih amplitudah raztezka pa se dvigne nad plato spodnje napetosti tečenja.

To pomeni, da se pri nizkih amplitudah jeklo mehča, pri višjih pa utrjuje.

Detajnejše nam prikazujejo pojave zapisi začetnih nihajev za vsako amplitudo raztezka. Primer za amplitudo  $\epsilon_a = \pm 0.4 \%$  je na sliki 4. Na zapisu histerezne zanke imamo na ordinati silo v nategu in tlaku, na abscisi pa amplitudo raztezka. V nadaljevanju na sliki histerezne zanke niso bile registrirane, ampak le sprememba maksimalne sile v nategu v odvisnosti od števila nihajev.

Pri prvi obremenitvi v nategu se lepo vidi padec sile od zgornje sile tečenja do vrednosti, ki je približno enaka vrednosti spodnje sile tečenja pri statičnem nateznem preizkušu. V danem primeru, t. j. pri nizkih amplitudah raztezka, pa se z vsakim izmeničnim nihajem pojavlja mehčanje, ki preide celo pod vrednost sile spodnje napetosti tečenja.

Prikaz utrjanja in mehčanja v odvisnosti od amplitude raztezka med obremenjevanjem do 100 nihajev je na sliki 5. Pri vrednosti amplitude raztezka  $\epsilon_a \geq \pm 0.7 \%$  dobimo najprej utrjanje, nakar mehčanje in ponovno utrjanje, pri vrednosti amplitude nihanja nad  $\epsilon_a = \pm 1 \%$  pa nastopi utrjanje že od drugega nihaja dalje.

Pojav mehčanja utrjanja pri manjših amplitudah in utrjanja pri večjih amplitudah raztezka si razlagamo s tem, da se pri majhnim amplitudah raztezka sproži majhno število Lüdersovih zdrsov in je preostali del, na katerem merimo amplitudo raztezka, nedeformiran. Po nekaterih mnenjih<sup>8,9</sup> naj bi imeli pri takšnem stanju dislo-

between the higher and the lower yield point ( $R_{sh} = 335 \text{ N/mm}^2$  and  $R_{sl} = 260 \text{ N/mm}^2$ ) and a broad region of yielding elongation without hardening ( $\epsilon_m = 2.4 \%$ ).

The tests were carried out under the alternating load in strain controlled conditions in steps from  $\epsilon_a = \pm 0.2 \%$  to  $\epsilon_a = \pm 1.2 \%$ . In each test, hysteresis loops of initial cycles were registered. The cycle frequency was  $0.1 \text{ Hz}$  in tests to failure and  $0.01$  in tests interrupted after 100 cycles.

In the graph in Figure 3 the static and cyclic  $\sigma$ - $\epsilon_a$  curves are presented together. For the cyclic curve, the stress corresponding to each particular amplitude was taken at 50 % of the number of cycles to failure.

At the strain amplitude of up to approximately  $\epsilon_a = \pm 0.6 \%$ , the cyclic curve runs below the static curve while at higher amplitudes it increases over the level of the low yield stress. This shows that at lower amplitudes the steel undergoes softening and at higher amplitudes hardening.

These phenomena are illustrated in detail by the registrations of initial cycles for each strain amplitude. The amplitude of  $\epsilon_a = +0.4 \%$  is shown as an example in Figure 4. On the ordinate force in tension and compression is indicated and on the abscissa the strain amplitude. In the figure hysteresis loops were not registered only the change of maximum force in tension against the number of cycles.

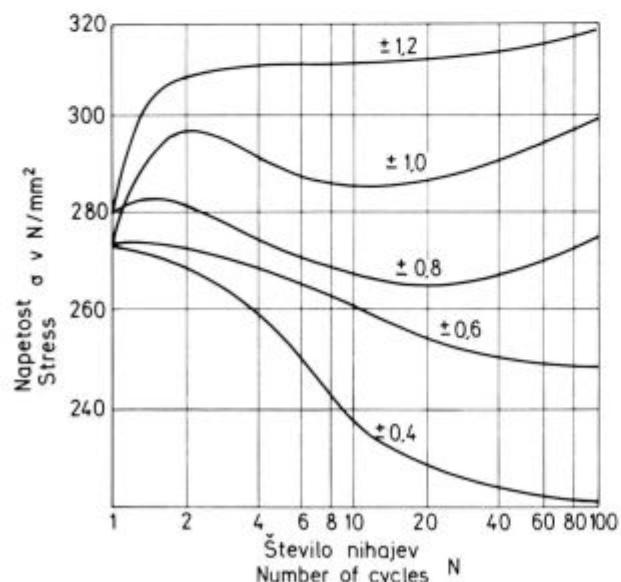
At the first load in tension one can easily see the drop in force from the high yield down to the value which is approx. equal to that of the lower yield force in static tensile tests. In a given example, i. e. at low strain amplitudes, at each alternating cycle the material experiences softening which continues even below the value of the force of the low yield stress.

An example of hardening and softening in dependence upon strain amplitude for the steel under cyclic loading is given in Figure 5. At a strain amplitude of  $\epsilon \geq \pm 0.7 \%$  the material first experiences hardening, then softening and again hardening, while at an amplitude of more than  $\epsilon_a = \pm 1 \%$  it experiences hardening as early as from the second cycle onwards.

The occurrence of softening-hardening at smaller amplitudes and hardening at larger strain amplitudes can be explained by the fact that at the former a small number of Lüders bands are induced and the remaining part on which the strain amplitude is measured does not experience deformation. According to some researchers<sup>8,9</sup> in this case dislocation should be uniformly distributed in volume while at larger amplitudes Lüders bands would probably be induced on several locations hindering each other. As a result dislocations pile up in groups and for this reason each new cyclic strain occurs at an increase in stress.

The specimens from a series which was interrupted after 100 cycles were then subjected to a static tensile test. The purpose of this test was to find out the amount of the yielding elongation remaining after cyclic loading with a different strain amplitude. The results have shown that the remaining amount of yielding elongation is reduced by a value which is approx. equal to the double value of the strain amplitude. Therefore, in a specimen subjected to a load with a strain amplitude  $\epsilon_a = \pm 1.0 \%$  a subsequent static test did not reveal any amount of yielding.

This leads to the assumption that the region of non-homogeneous deformation is practically equal to the total width of the amplitude and that the deformation started in tension by Lüders bands and during the rever-



Slika 5:  
Prikaz utrjanja in mehčanja v 100 nihajih pri različnih amplitudah raztezka

Fig. 5:  
Hardening and softening in 100 cycles at different strain amplitudes.

kacije volumsko enakomerno porazdeljene, pri večjih amplitudah pa naj bi verjetno prišlo do sprožitve Lüdersovih zdrsov na več mestih in se zato med seboj ovirajo, dislokacije pa se grupirajo in kopijočijo, zato vsaka nova ciklična deformacija nastane ob povečanju napetosti.

S preizkušanci iz serije, ki smo jo po 100 nihajih prekinili, smo napravili nato statični natezni preizkus. S tem smo želeli ugotoviti, kolikšen je preostanek raztezka naravnega tečenja po nihajnih obremenitvah z različno amplitudo raztezka. Rezultati so pokazali, da se je preostali delež raztezka naravnega tečenja zmanjšal za približno dvojno vrednost amplitude raztezka. Pri preizkušancu, ki je bil obremenjevan z amplitudo raztezka  $\epsilon_a = \pm 1,0\%$ , pa pri naknadnem statičnem preizkusu nismo več opazili deleža naravnega tečenja.

To pomeni, da je bilo področje nehomogene deformacije praktično enako celotni širini amplitude in se je deformacija s sproščanjem Lüdersovih zdrsov začela v nategu, pri obremenitvi z nasprotnim predznakom v tlaku pa so se sprostile nove Lüdersove črte na drugih mestih. S preizkusom, ki smo ga izvedli z enim nihajem v nategu in tlaku, nato pa izvedli natezni preizkus, smo to domnevo potrdili, saj se je tudi pri tem preizkušanju pokazalo, da se je delež raztezka naravnega tečenja zmanjšal za približno dvojno vrednost amplitude raztezka.

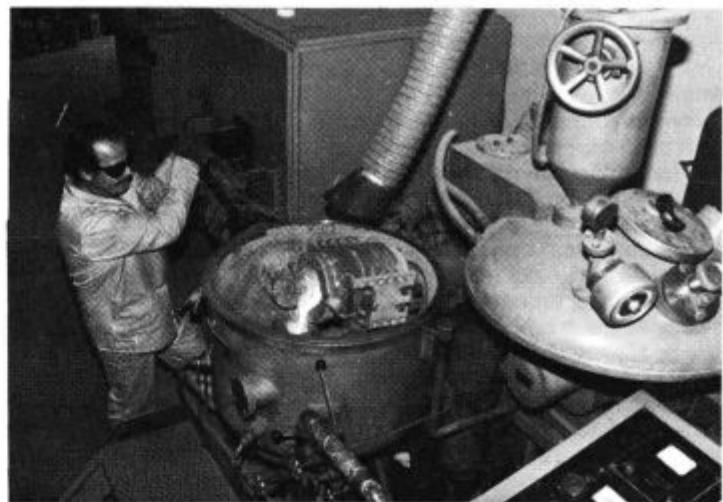
*sal in compression new Lüders bands were induced on other location. This assumption was confirmed by a test which was carried out with one cycle in tension and compression followed by a subsequent tensile test since it has shown that the size of yielding elongation was reduced by a value approx. equal to the double value of the strain amplitude.*

#### LITERATURA/REFERENCES

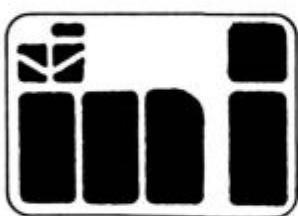
1. J. Žvokelj: Utruanje s končnim številom nihajnih obremenitev do loma, Železarski zbornik 14 (1980), 1–2
2. J. Žvokelj: Ponašanje jekla pri utrujanju v območju časovne dinamične trdnosti, Zbornik Moderne metode istraživanja specjalnih čelika, Metalbiro Zagreb, 1980
3. G. E. Dieter: Mechanical Metallurgy, McGraw – Hill Book Company, 1986 (tretja izdaja)
4. R. Sowerby, D. K. Uko: A review of certain aspects of the Bauschinger effect in metals, Materials Science and Engineering, 41 (1979)
5. H.-D. Tietz, M. Dietz: Untersuchung zum Bauschinger-Effekt Neue Hütte, 22 (1977), 12
6. J. Žvokelj, F. Vodopivec: Influence of Austenite on Low Cycle Fatigue of a 9 % Ni Steel, FATIGUE 84 — 2nd International Conference on Fatigue and Fatigue Threshold Birmingham — Conference Proceedings, Vol III., S 1315-1322
7. J. Žvokelj: Malociklično zamaranje čelika, 3. Jugoslavenski simpozijum o metalurgiji, Beograd 1984. Zbornik, 697–700
8. P. Mayr: Grundlagen zum Verhalten bei Schwingender Beanspruchung: Anrißfreie Phase, Verhalten von Stahl bei schwingender Beanspruchung, Verlag Stahleisen M. B. H. Düsseldorf, 1978
9. D. Pilo, W. Reik, P. Mayr, E. Macherauch: Inhomogene Deformationsvorgänge in der einrißfreien Ermüdungsphase unlegierter Stähle, Archiv für das Eisenhüttenwesen 48, (1977) 11



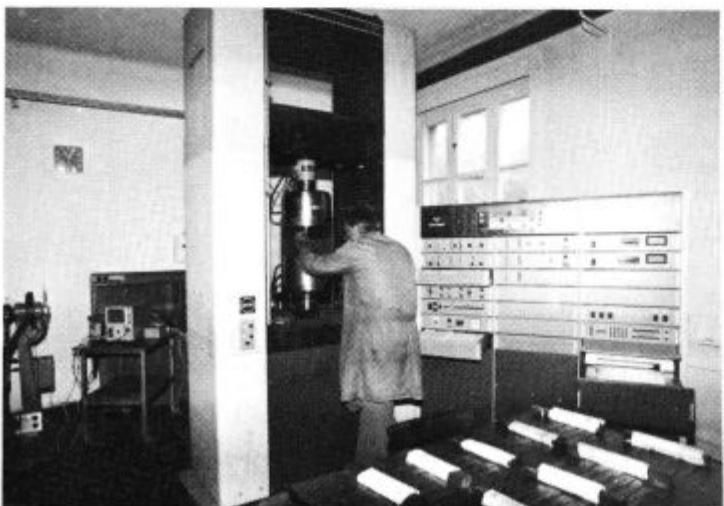
Električno preljevanje pod žlindro



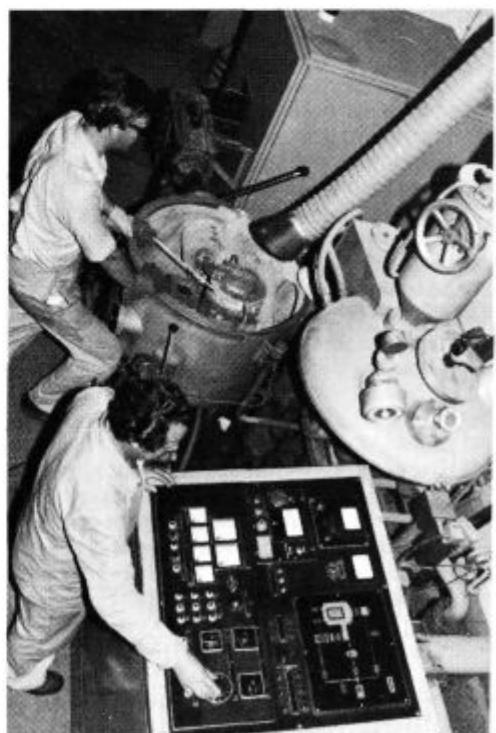
Vakuumnska talilna peč



SLOVENSKE ŽELEZARNE  
**METALURŠKI INŠTITUT**  
LJUBLJANA, LEPI POT 6



Stroj Instron za mehansko preizkušanje kovin



Vakuumnska talilna peč

## Osebne vesti

### **Novi individualni poslovodni organi na VTOZD Montanistika in Fakulteti za naravoslovje in tehnologijo**

V začetku šolskega leta 1989/90 so se zamenjali individualni poslovodni organi in tudi nekateri predstojniki kateder na Odseku za metalurgijo. Od začetka septembra 1989 je:

#### **Fakulteta za naravoslovje in tehnologijo**

dekan: red. prof. dr. Franc Kozjek, dipl. farm.

#### **VTOZD Montanistika**

predstojnik: red. prof. dr. Ivan Kosovinc, dipl. inž. met.

#### **Odsek za metalurgijo**

predstojnik: izred. prof. dr. Milan Trbižan

1. Katedra za metalografijo:

predstojnik: prof. dr. Velibor Marinkovič

2. Katedra za ekstraktivno metalurgijo:

predstojnik: prof. dr. Andrej Rosina

3. Katedra za metalurško energetiko:

predstojnik: doc. dr. Franc Pavlin

4. Katedra za tehnologijo in livarstvo:

predstojnik: prof. dr. Ladislav Kosec

5. Katedra za preoblikovanje in metalurško strojništvo:

predstojnik: doc. dr. Radomir Turk



## IN MEMORIAM

Dne 5. 12. 1989 je v Ljubljani umrl v 89. letu starosti upokojeni univerzitetni profesor dr. h. c. Cyril Rekar, dipl. ing. Njegovo ime in delo je najtesneje povezano s slovensko in jugoslovansko metalurgijo. Poznali smo ga kot človeka, ki je idealno združil teorijo in prakso tako na področju proizvodnje ferozlitin, grodla in jekla, kot pri pedagoškem, znanstvenem in organizacijskem delu.

Rodil se je 14. septembra 1901 v Radovljici. Po maturi v Kranju in po študiju kemije na tehnični fakulteti Univerze v Ljubljani, je leta 1927 diplomiral za inženirja kemije z diplomsko nalogo s področja proizvodnje jekla. Služboval je v rudarskih in metalurških podjetjih. Največ metalurške prakse si je pridobil v Železarni Jesenice pri takratni Kranjski industrijski družbi, kjer je tudi dočakal drugo svetovno vojno. Od tod je odšel v Italijo, kjer se je tudi zaposlil v železarnah. Leta 1944 se je priključil narodnoosvobodilnemu gibanju in preko Barja odšel na Vis, kjer je delal pri Narodnem komitezu za osvoboditev Jugoslavije. Po osvoboditvi Beograda je delal kot pomočnik ministra za rudarstvo in kot načelnik oz. generalni direktor črne metalurgije Jugoslavije.

S pedagoškim delom je pričel kot privatni docent že pred vojno. Leta 1939 je bil med ustanovitelji Odseka za metalurgijo, na katerem je predaval predmete iz proizvodnje grodla, ferozlitin, jekla, metalurške tehnologije in projektiranja metalurških naprav. Redni profesor je postal leta 1946, ko se je vrnil iz Beograda v Ljubljano.

Iz časa njegovega dela v metalurških podjetjih omenimo samo nekaj najpomembnejših del: razvoj in uporaba krom-magnezitnih ognjevarnih gradiv, konstrukcija generatorja, s katerim so lahko proizvajali generatorski plin iz domačih rjavih premogov, izkorisčanje plavžnega plina za kurjenje apnenic in izdelava visokotrdnega konstrukcijskega jekla.

Z delom v raznih metalurških obratih si je nabral bogate izkušnje, ki jih je pri svojem plodnem pedagoškem delu prenašal na študente. Vedel je, da bo hiter napredok metalurgije pri nas mogoč le, če bomo ustvarili možnosti za pedagoško in znanstvenoraziskovalno delo, tako pri temeljnih kot tudi uporabnih raziskavah. Zato je vse svoje sile posvetil organizaciji raziskovalnega dela.

Pod njegovim vodstvom je bil leta 1950 ustanovljen in zgrajen Metalurški inštitut pri Tehniški visoki šoli v Ljubljani, ki ga je uspešno vodil šestnajst let. S postavitvijo raziskovalne ustanove, ki je postala slovensko in jugoslovansko središče na področju metalurških raziskav, si je postavil trajen spomenik.

## *In Memory of Cyril Rekar*

*On December 5, 1989, Mr. Cyril Rekar, dipl. ing., Professor Emeritus died at the age of 89, in Ljubljana.*

*His work as researcher and teacher contributed to Slovene and Yugoslav metallurgy as none before; especially in the field of ferrous alloys, pig iron and steel, where he united practice and theory.*

*Cyril Rekar was born on September 14, 1901 in Radovljica. In 1927, he received a Bachelor of Science Degree in Chemistry from the University of Ljubljana. His graduation thesis was on manufacturing of steel. He took service with mining and metallurgical firms. Then he joined the Jesenice Ironworks (the then property of Kranj Industrial Company) where he gained the most valuable experience in metallurgy. When the World War II broke out he left the Jesenice Ironworks for a service in Italian ironworks. In 1944 he joined the National Defence Movement and went to the island of Vis where he worked with the National Committee for Liberation of Yugoslavia. When Belgrade was liberated, he was promoted to Assistant Minister for Mining and was appointed General Manager of Yugoslav metallurgy.*

*Before the war he engaged in teaching as private Assistant Professor. In 1939 he participated in establishing the Metallurgical Department at the University of Ljubljana, where he gave lectures on the coke, ferrous alloys and steel manufacture, metallurgical technology and on metallurgical engineering. In 1946, after his return from Belgrade, he was elected Full Professor.*

*While he worked in metallurgical firms, he developed the application of chrome-magnesite refractory materials, he constructed the generator used in manufacturing of generator gas from domestic brown coal, initiated the heating of lime-kiln by furnace gas and participated in development of high strength constructional steel.*

*The rich experience he gained from the work in several metallurgical plants, he transmitted to his students. Well aware of the fact that the Slovene metallurgy could make progress only on the basis of organized pedagogic and research work, he devoted himself to research organization.*

*In 1950 he was in charge of establishing and building the Metallurgical Institute at the Polytechnic in Ljubljana and later its manager for sixteen successful years. During the period of his management, the Metallurgical Institute was made the centre of Yugoslav research in metallurgy, monumentalizing his work.*

Menil je, da pedagoško in raziskovalno delo v metalurgiji ne sme in ne more biti odmaknjeno od metalurške prakse. Pospeševal je tesno sodelovanje Metalurškega inštituta s francoskim železarskim inštitutom IRSID, z inštitutom za železarstvo Max Planck ter na pedagoškem in znanstveno-raziskovalnem delu s Tehnično Univerzo Clausthal.

Kot vodja in nosilec znanstveno raziskovalnega dela na Metalurškem inštitutu je s svojimi sodelavci raziskoval problematiko uporabe domačih surovin za proizvodnjo metalurškega koksa, zaloge rud in uvedel na poskusnih plavžih raziskave o redukciji, mehčanju in nataljevanju domačih železovih rud. Znan je po študijah vpliva oligoelementov na tehnološke in mehanske lastnosti jekel. Delal je tudi na tehnološkem projektu za železarno v Indiji. Na njegovo pobudo se je Metalurški inštitut loteval tudi povsem pionirskih raziskovalnih področij, kot sta uporaba sončne energije za taljenje mineralov z visokim tališčem in razsoljevanje morske vode.

Njegova odlika je bila skrb za strokovni dvig raziskovalcev, saj je pri obiskih različnih inštitutov in inozemstvu vedno uredil tako, da je lahko tja pošiljal na šolanje in izpopolnjevanje mlajše strokovnjake.

Njegova stroka, življenje in ljubezen je bila metalurgija jekla. Vsako novo tehnološko spoznanje oziroma informacijo, ki jo je dobil, je skušal takoj uveljaviti tudi pri nas.

Po upokojitvi leta 1971 se je še vedno aktivno ukvarjal s pedagoškim in zlasti z razvojnim delom ekstraktivne metalurgije. Marsikatera njegova vizionarska ideja se danes uspešno uresničuje v takšni ali drugačni obliki. Do zadnjega se je zanimal in se veselil novih raziskovalnih dosežkov inštituta, prenosa znanja v proizvodnjo, novih tehnoloških rešitev v železarnah in vzgoje mladih strokovnjakov.

Za njegov prispevek k razvoju metalurgije in za pionirske delo pri razvijanju sodelovanja na raziskovalnem in pedagoškem področju med Montanistiko ljubljanske univerze in Tehnično univerzo Clausthal so mu leta 1974 podelili v Clausthalu naslov častnega doktorja. Za svoje delo je prejel več državnih odlikovanj in za življenjsko delo nagrado Sklada Borisa Kidriča.

Njegovo pedagoško in raziskovalno pot so odlikovala vsestranska razgledanost, organizacijska sposobnost, velika iznajdljivost, močna volja in doslednost pri delu. Spominjali se ga bomo kot metalurga in učitelja številnih generacij metalurgov, ki delajo doma in po svetu.

Jakob Lamut

*He believed that teaching and research in metallurgy cannot and may not be separated from practical application to industry. Under his leadership the Metallurgical Institute entertained a close cooperation in teaching and research with the French Iron Institute IRSID, with Max Planck Iron Manufacture Institute and with Technical University Clausthal.*

*He and his fellow researchers explored the domestic raw materials on use in the manufacture of metallurgical coke, and engaged in the research on reduction, softening and melting of domestic iron in experimental furnaces. His studies on how the residuals affect the technological and mechanical properties of steel a worldwide reputation as a researcher brought him. On his initiative the Metallurgical Institute began to engage in purely pioneer research such as using the energy of sun to melt high melting point materials and the sea water desalination.*

*All the time, Ciril Rekar thought of the professional education of young researchers, and when visiting foreign institutes, he never missed an opportunity to arrange for his researchers to participate in a training of the particular institute.*

*But he devoted his heart and soul to steel metallurgy, and wanted to introduce new experience in technology, or piece of information he gained, to the Slovene metallurgy, immediately.*

*In 1971 he retired officially, yet could not rest but proceeded with teaching and research in the extractive metallurgy. Many a visionary idea of his is now being realized successfully. To the last, he took interest in research and was pleased to see the Metallurgical Institute succeed in introducing the research results and knowledge to industry.*

*In 1974, he was awarded the title of Honorary Doctor by the Technic University in Clausthal for his contribution to research and teaching cooperation of the Metallurgical Department at the University of Ljubljana and the University in Clausthal. At home he was conferred several decorations by the State and Boris Kidrič award for life work.*

*His teaching and research were marked by his universal experience, excellent organization ability and inventiveness. We shall remember him as a metallurgist and teacher of distinguished abilities.*

Jakob Lamut

## **Doktorska in magistrska dela v letu 1988 na odseku za metalurgijo, VTOZD Montanistika, FNT**

### **PH. D. and M. SC. Theses in Year 1988 in Metallurgy at the Department of Geology, Mining, and Metallurgy, University of Ljubljana**

#### **DOKTORSKI DELI**

- Janez Bratina: Energijska optimizacija elektroobločne peći za proizvodnjo jekla  
(Mentor: B. Sicherl, 6/7/1988)

Izdelan je bil izračun elektroenergetskih parametrov elektroobločne peći z relativnimi vrednostmi nastopajočih veličin, ugotovljena so bila značilna obratovalna mesta peći in vpeljan faktor  $\delta$ , ki uvaja v izračun električnega tokokroga induktivno upornost loka. Izvedene enačbe opisujejo z relativnimi vrednostmi veličin elektroenergetske odnose tako modelirane nadomestne sheme obločne peći. Vpeljan odnos med faktorjem  $\delta$ , obratovalno induktivno upornostjo in  $\cos\varphi$  potrjujejo rezultati meritve sprememb induktivne upornosti različnih avtorjev. Tudi vrednosti zmanjšanja delovne moči in poslabšanja faznega faktorja, ki izhajajo iz dobljenih enačb, so v skladu z nastopajočimi vrednostmi. Matematični model realnih energoenergetskih razmer omogoča izpeljavo energijske optimizacije obločne peći, posebno v času taljenja. Prikazano je, kako vpliva na obratovanje peći njena stroškovna optimizacija, ki upošteva tudi fiksne stroške obratovanja, stroške izzidave in porabe elektrod. Dobljene vrednosti potrjujejo pravilnost obratovanja klasične UHP peći s kratkim lokom in prednosti moderne UHP peći, ki ji peneča žlindra omogoča obratovanje z dolgim lokom. Pokazano je, da je  $\cos\varphi$  vodilna obratovalna veličina peći. Avtor je pokazal tudi na tehnološke omejitve stroškovnega optimiranja.

165 strani

106 cit.

- Monika Jenko: Študij pojavov na površinah kovin pri vakuumskem spajkanju  
(Mentor: L. Kosec, 8/7/1988)

Vakuumsko mehko spajkanje z In, InBi ali InSn brez uporabe talila v ultra visokem vakuumu se uporablja za hermetično inkapsulacijo slike. Površine spojnih ploskev morajo zato biti skrajno čiste. Za študij pojavov v tekočem indiju je bila razvita nova raziskovalna metoda, ki temelji na spektroskopiji Augerjevih elektronov tekočih kovin. Z metodo AES je avtorica ugotovljala kinetiko rasti oksidne plasti  $In_2O_3$  do debeline 3,25 nm, mehanizem oksidacije ter disociacijo tankih plasti  $In_2O_3$  v ultra visokem vakuumu. Z izvajanjem poskusov je prišla do ugotovitve, da je možno s stacionarnim elektronskim curkom čistiti površino tekočega indija. Drug način pa je ustvariti po-

#### **PH. D. THESES**

- Janez Bratina: Energy optimization of steelmaking electric arc furnace  
(Supervisor: B. Sicherl, 6/7/1988)

Calculation of electrical parameters of electric arc furnace with relative values of existing quantities was made, the characteristic operational stages of the furnace were determined, and factor  $\delta$  which introduces the arc inductive reactance in the calculation of electric circuit was applied. The deduced equations describe with relative quantities the electrical relations in such a model of electric arc furnace. The applied relation between the factor  $\delta$ , the operational inductive reactance, and  $\cos\varphi$  is confirmed by measurements of inductive reactance changes in various references. Also values of effective power reductions and lowering of  $\cos\varphi$  which indicate the obtained reactions are in agreement with actual values. The mathematical model of real electrical conditions enables the energy optimization of electric arc furnace, especially during melting. The influence of the cost optimization on the operation of furnace was presented if also fixed costs and costs of furnace lining and electrode consumption are taken in account. The obtained values confirm the correctness of operation of standard UHP furnaces with short arc, and give the advantages of modern UHP furnaces where foaming slag enables the operation with long arc. It was shown that  $\cos\varphi$  is the leading operational parameter of the furnace. The author also showed the technological limitation of the cost optimization.

165 pages

106 references

- Monika Jenko: Study of phenomena on the metal surfaces in vacuum soldering  
(Supervisor: L. Kosec, 8/7/1988)

Vacuum soldering with In, InBi or InSn and without fluxes in ultrahigh vacuum is applied for hermetical sealing of amplifying electronic tubes for close transmission of pictures. The surfaces of planes to be sealed must be extremely pure. A new research method was developed to study the phenomena in molten indium which is based on the spectroscopy of Auger electrons of molten metals. By the AES method the author studied the kinetics of  $In_2O_3$  oxide layer growth up to thickness 3,25 nm, the mechanism of oxidation, and the dissociation of thin  $In_2O_3$  layers in ultrahigh vacuum. During per-

goje, da  $In_2O_3$  disociira. Posledica raziskav je bila vpeljava zanesljivega postopka vakuumskega mehkega spajkanja brez uporabe talil.

86 strani

172 cit.

*formance of experiments she has found that steady electron jet can be used for cleaning the surface of molten indium. The second way is to achieve the conditions for the  $In_2O_3$  dissociation. The investigations led to a reliable vacuum soldering process without fluxes.*

86 pages

172 references

## MAGISTRSKA DELA

- Derviš Pihura: **Vpliv mangana in silicija na dezoksidacijsko sposobnost aluminija**  
(Mentor: B. Dobovišek, 23/6/1988)

Dezoksidacija je pomembna faza izdelave jekla. Avtor je analiziral vpliv dodatka aluminija na delež kisika v jeklu ter vplive posameznih drugih dezoksidantov (Mn, Si) ter njihov skupen vpliv. Poskuse je delal v 50 kg indukcijski peči z magnesitno izzidavo pri 1600°C. Vzorce je analiziral po osemkrat v toku prvih 10 minut po dodatu dezoksidantov. Postavil je tudi matematični model na osnovi ravnotežnih konstant za reakcije dezoksidantov s kisikom. Eksperimentalni rezultati dezoksidacije z aluminijem so dali 5 do 6 velikostnih redov večje kvaziravnotežne konstante. Dodatek mangana aluminiju je znižal prejšnje odstopanje za dva velikostna reda in avtor ugotavlja, da dodatek 0,40 % Mn izboljša dezoksidacijsko sposobnost aluminija. Kombinacija Al + Si še manj odstopa od teoretičnih predvidevanj kot Al + Mn, kar pomeni še večje približanje ravnotežnim pogojem in torej tudi Si izboljša dezoksidacijsko sposobnost aluminija. Približno enake rezultate je dosegel ob dodatku Si in Mn k aluminiju.

94 strani

164 cit.

## M. SC. THESES

- Derviš Pihura: **Influence of Manganese and Silicon on the Deoxidation Ability of Aluminium**  
(Supervisor: B. Dobovišek, 23/6/1988)

*Deoxidation is an essential stage in steelmaking. Author analyzed the influence of additions of aluminium on the portion of oxygen in steel, as well as the influences of single other deoxidation agents (Mn, Si) and their mutual influence. Experiments were made in a 50 kg induction furnace lined with magnesite, at 1600°C. Samples were analyzed 8 times in the first ten minutes after deoxidation agents were added. The proposed mathematical model was based on the equilibrium constants for the reactions of deoxidation agents with oxygen. Experimental results of the deoxidation with aluminium gave for 5 to 6 orders of magnitude higher quasi-equilibrium constants. Addition of manganese to aluminium reduced the previous deviations for about two orders of magnitude, and author concludes that addition of 0,40 % Mn improves the deoxidation ability of aluminium. In applying the Al+Si combination even lower deviations from the theoretical forecasts were obtained which means better approach to equilibrium conditions, and thus also Si improves the deoxidation ability of aluminium. Approximately the same results were obtained with the mutual additions of Mn and Si to aluminium.*

94 pages

164 references

- Janez Rozman: **Platinaste stimulacijske elektrode in mikroskopska preiskava njihovih površin po odstranitvi iz tkiva**  
(Mentor: V. Marinković, A. Jeglič, 24/6/1988)

Cilj dela je bila analiza dogajanj na prehodu med platinastima stimulacijskima elektrodama za stimulacijo skupnega peronealnega živca in tkivom vsled monofaznih stimulacijskih impulzov. Površino elektrod je preiskoval z elektronskim rastrskim mikroskopom. Opažene anomalije na površini kažejo na neustrezno obliko stimulacijskih impulzov, ki so sprožali irreverzibilne elektrokemijske reakcije, t. j. sproščanje kisika na anodi in vodika na katodi. Na osnovi teh raziskav je bilo izdelano novo elektronsko vezje implantabilnega stimulatorja.

39 strani

49 cit.

- Janez Rozman: **Platinum stimulation electrodes and microscopic investigation of their surfaces after the removal from tissue**  
(Supervisor: V. Marinković, A. Jeglič, 24/6/1988)

*The intention of the research was to analyze the phenomena on the interface between the platinum stimulation electrode for stimulation of joint peroneal nerve and the tissue due to monophase stimulation impulses. The electrode surface was investigated by electron scanning microscope. The observed anomalies on the surface indicate the unsuitable shape of stimulation impulses which cause irreversible electrochemical reactions, i. e. liberation of oxygen on anode and hydrogen on cathode. Based on these investigations, a new electronic circuit of implantable stimulator was designed.*

39 pages

49 references

- Drago Žižić: **Optimiranje tehnološke izdelave jekla glede na makro in mikro strukturo kontinuirno ulitih gredic jekla Č.4721**  
(Mentor: J. Lamut, 29/6/1988)

V Železarni Nikšić kontinuirno vlivajo gredice od 1981, vendar podrobnejših raziskav kakovosti ni bilo. Jeklo tale v 60 t električni obločni peči. Velikost gredic je 120 x 120 mm. Avtor je analiziral makrostrukturo ter porazdelitev kisika, dušika, nehomogenosti in vključkov po prerezu. Ugotovil je slabo razšteplanje in razfusforenje. Makrostruktura je sestavljena iz drobnih zrn ob površini, stebričastih kristalov pravokotnih na površino pod površinsko plastjo ter globulitov v sredini. Pojavlja se razpoke na raznih mestih, kjer je več žvepla ali so nekovinski vključki. Največje kemične nehomogenosti so 20 do

- Drago Žižić: **Optimisation of the steelmaking technology based on the micro and macro structure of continuously cast billets of Č.4721 steel**  
(Supervisor: J. Lamut, 29/6/1988)

*Billets are continuously cast in Nikšić Ironworks since 1981, but a detailed quality analysis was not done yet. Steel is melted in a 60 t electric arc furnace. Billet size is 120 x 120 mm. Author analyzed macrostructure and distribution of oxygen, nitrogen, unhomogeneities, and inclusions on the billet cross section. A bad desulphurisation and deposphorisation was found. Macro-*

60 mm od manjšega krivinskega polmera gredice lite na radialnem stroju. Preprečitev reoksidacije jekla med litjem in način dezoksidacije lahko zmanjšajo količino nekovinskih vključkov. Avtor je predlagal tudi druge izboljšave ter novo tehnološko shemo.

157 strani

33 cit.

*structure is composed of small crystals along the surface, columnar crystals perpendicular to the surface below the surface layer, and equiaxed crystal grains in the centre. Cracks appear on various spots where higher sulphur or non-metallic inclusions were found. The greatest chemical unhomogeneities were found 20 to 60 mm from the surface on the side of smaller curvature in the billets cast on radial machine. Prevention of reoxidation and improved deoxidation can reduce the amount of non-metallic inclusions. Author proposed also other improvements and a new technological scheme.*

157 pages

33 references

# VSEBINA

UDK: 669.046.517-982 669.15-194.57 669.786  
ASM/SLA: D9s, EGp, SSd, D8m

Metalurgija — VOD — superferitna jekla

N. Smajc

**Vakuumsko razdušičenje nerjavnih jekel**

Železarski zbornik 24 (1990) 1, s 11—16

Podan je opis matematičnega modela vakuumskega razdušičenja nerjavnih talin. Na osnovi modela izdelani računalniški program za IBM-PC, IBM-PC XT in IBM-PC AT računalnike omogoča izvedbo tkinj, modelnih poskusov s katerimi simuliramo vakuumsko obdelavo v industrijski 65 tonski VOD napravi. Na ta način smo opredelili vpliv vakuuma, temperature in sestave taline na potek razdušičenja. Z modelnimi poskusi ugotavljamo optimalne vrednosti teholoških parametrov za izdelavo superferitnih jekel, ki vsebujejo izredno nizke vsebnosti ogljika in dušika.

Avtorski izvleček

UDK: 669.71-412.620.192.45  
ASM/SLA: A1a, 5—59, 9—69

Metalurgija — vključki v aluminiju

B. Breškar, B. Čeh, M. Prstovšek, M. Jakupovič

**Vključki v proizvodni liniji bram kvalitete Al 99,0**

Železarski zbornik 24 (1990) 1, s 29—34

Opisani in prikazani so razultati preiskav vključkov z metalografskimi metodami v vseh značilnih proizvodnih fazah, od elektrolitiziranega aluminija do brama — polizdelkov (TGA — Kidričevo). Ocjenjeni sta količina in kvaliteta, poudarek pa je tudi na velikosti vključkov s predpostavko, da vključki nad 10 µm izrazitev vplivajo na kvaliteto. Določeni sta količina in sestava vključkov. Nekaj neprizakovano je ugotovljeno pogosto nastopanje kompleksnih vključkov, ki vsebujejo vezani kalcij v vseh preiskovalnih fazah proizvodnih postopkov.

Avtorski izvleček

UDK: 669.046.517-982 669.187.26  
ASM/SLA: D8m, U4k, D9s

Metalurgija — jeklarstvo — izdelava jekla, jeklarski postopek VAD-ponovna metalurgija, modeliranje VAD-procesa.

B. Koroušić, A. Rozman, F. Tehovnik

**Modeliranje in procesna kontrola VAD-postopka**

Železarski zbornik 24 (1990) 1, s 17—22

Opisana je izdelava jekla po tehnički liniji EOP + VAD v Železarni Ravne in izdelani algoritmi za termični in metalurški model VAD-procesa. Ogrevanje jekla z 8 MVA transformatorjem v vakuumu (po raztavljanju legur) poteka s hitrostjo cca. 3—4°C/min. Metalurški model omogoča napoved stopnje odzvevanja na osnovi pravilne izbire žlindre in vsebnosti FeO v žlindri.

Avtorski izvleček

UDK: 620.192.49 621.785.72 669.14.018.258  
ASM/SLA: Q 26s, N8a, TSk

Metalurgija — topotna obdelava — orodna jekla — popustna krhkost  
B. Ule, F. Vodopivec, M. Pustavec, F. Grešovnik

**Popustna krhkost utopnega jekla za delo v vročem s 5 % Cr**

Železarski zbornik 24 (1990) 1, s 35—40

Vpliv parametrov dodatnega popuščanja na popustno krhkost kaljenega in že popuščenega orodnega jekla s 5 % kroma in s postmartenzitno mikrostrukturo.

Pričinjujoči dejavnik, ki kontrolira razvoj krhkosti, je segregiranje fosforja na različnih međiplastih v jeklu. Kot je bilo to ugotovljeno z merjenjem aktivacijske energije in z mikrostrukturimi preiskavami ter preiskavami prelomnih površin s SEM, TEM in EDS rentgenskimi analizami.

Avtorski izvleček

UDK: 669.187.002-68  
ASM/SLA: A11c, B23, D5a

Metalurgija — Odpadne surovine

G. Todorović, J. Lamut, M. Tolar, L. Šketa, V. Rakovec, G. Manojlović, S. Kovačić, J. Apat

**Uporaba lastnih odpadnih surovin za vložek pri izdelavi jekla**

Železarski zbornik 24 (1990) 1, s 23—28

V slovenskih železarnah nastane mesečno tisoč ton železonskih sekundarnih surovin, ki se lahko uporabijo kot vložek pri proizvodnji jekla. Osnovni pogoj, da se lahko uporabi v talinih agregatih, je ta, da jih je potrebno razdeliti že na izviru nastanka po skupinah na osnovi posameznih in podobnih elementov.

Skraj se zelo uspešno uporablja kot vložek v elektroobločni peči namesto železove rude. Želo ugodno vpliva na razloščenje taline. Uporablja se tudi za desiliciranje sive litine namesto sintetičnih mešanic različnih oksidov in kot dodatek v mešanicu za smiranje železovih rud.

Ostružki se že uporabljajo kot vložek v različnih talinih agregatih, vendar se samo delno uporabljajo odbruski, in sicer groba frakcija. Drobeni oštruzki, ki sta sestavljeni iz finega železovega prahu, korunda in ostankov brusnih plošč, pa se ne uporabljata.

Avtorski izvleček

# CONTENTS

UDK: 669.71-412.620.192.45  
ASM/SLA: A1a, 5—59, 9—69

**Metallurgy — inclusions in aluminium**  
B. Breskvar, B. Čeh, M. Pristovšek, M. Jakupovič  
**Inclusions In Al 99.0 Grade Slab Ingot Production Line**  
Železarski zbornik 24 (1990) 1, P 29—34

Results of investigation of inclusions by use of metallographic methods and L-method in all significant technologic stages from electrolytic aluminium to the final semiproduct i. e. slab ingot at TGA are given and discussed. Besides the amount and quality the emphasis is given on the size of inclusions assuming that inclusions of greater than 10 µm size have stronger influence on the quality of aluminium produced. Data on quantity and quality of inclusions and somewhat unexpectedly frequent occurrence of complex inclusions containing calcium in all technological stages are given.

Author's Abstract

UDK: 669.046.517-982.669.15-194.57 669.786  
ASM/SLA: D9s, EGp, SSd, D8m

**Metallurgy — VOD — Superferritic Steel**  
N. Smajić  
**Vacuum Removal of Nitrogen from Molten Stainless Steel**  
Železarski zbornik 24 (1990) 1, P 11—16

Mathematical model of vacuum removal of nitrogen from molten stainless steel is described. Based on the model a computer program has been elaborated for IBM-PC, XT and AT which makes it possible to perform model tests i.e., to simulate vacuum treatment in 65 ton VOD unit. The model tests were used to determine the influence of vacuum, temperature and composition of molten steel. The software has been used to determine optimum technologic parameters for the production of superferritic stainless steel which contain very low carbon and nitrogen.

Author's Abstract

UDK: 620.192.49.621.785.72.669.14.018.258  
ASM/SLA: Q 26s, N8a, TSk

**Metallurgy — Heat Treatment — Tool Steels — Temper Embrittlement**  
B. Ule, F. Vodopivec, M. Pristavec, F. Grešovnik  
**Temper embrittlement of 5 wt.-% Cr hot work die steel**  
Železarski zbornik 24 (1990) 1, P 35—40

The influence of parameters of an additional tempering on temper embrittlement in quenched and already tempered 5 wt.-% Cr tool steel with post-martensitic microstructure is described.

The dominant factor controlling the evolution of brittleness is the segregation of phosphorus to different interfaces in steel as it was established by measurements of activation energy as well as by microstructure examinations and fracture surface observations carried out by SEM, TEM and EDS X-ray analyses.

Author's Abstract

UDK: 669.046.517-982.669.187.26  
ASM/SLA: D8m, U4k, D9s

**Metallurgy, steelmaking, VAD treatment, ladle metallurgy, modelling of VAD process**  
B. Koroušić, A. Rozman, F. Tehovnik  
**Modelling and Process Control of VAD Treatment**  
Železarski zbornik 24 (1990) 1, P 17—22

The production of steel by EAF-VAD technologic route at Železarna Ravne ironworks is described. The algorithms for thermal and metallurgical model of VAD process have been elaborated. VAD heating rate of 3—4°C/min is used by the help of 8 MVA transformer. Metallurgical model predicts final sulphur content in dependence on appropriate slag and FeO content of slag.

Author's Abstract

UDK: 669.187.002-68  
ASM/SLA: A11c, B23, D5a

**Metallurgy — Waste materials**  
G. Todorović, J. Lamut, M. Tolar, L. Šketa, V. Rakovec, G. Manojlović, S. Kovačić, J. Apat  
**Utilization of Waste Materials in Steelmaking**  
Železarski zbornik 24 (1990) 1, P 23—28

Each month thousands of tons of iron bearing secondary raw materials which can be utilized in steelmaking is being produced at Slovenske železarne ironworks. Basic condition for theirs usage in melting furnaces is proper classification of the waste on the site of source into corresponding groups on the basis of similar chemical composition and content of particular and similar elements.

Mill scale has been very successfully used for the charge of electric arc furnaces instead of iron ore because of a favorable influence on dephosphorization. It has been used also for desilicizing of gray cast iron instead of synthetic mixtures of various oxides as well as for addition to sintering mixtures in the sintering of iron ores.

Turnings produced in machining have been used for the charge of various melting furnaces. Grinding waste has been used only partly, i.e. the coarse fraction. Two fine fractions composed of iron powder, corundum and fine particles from worn-out grinding wheels are not utilized.

Author's Abstract

# VSEBINA

UDK: 621.7.016.2:669.15-196.58  
ASM/SLA: Q6, 3—70, N8r, TSn

Metalurgija — vroča predalava — orodno jeklo — lomna žilavost  
D. Kmetič, B. Ule, J. Gramš, F. Vodopivec, B. Arzenšek  
**Vpliv vroče predelave na drobljenje karbidov in lomno žilavost**

Železarski zbornik 24 (1990) 1, s 41—45

Povprečna velikost ledeburitnih karbidov v orodnem jeklu Č.4150 je manjša pri nižjih končnih temperaturah valjanja in večjih parcialnih redukcijah.

Lomno žilavost smo določili po korelaciji Hahn-Rosenfield. Rezultati kažejo odvisnost  $K_{1C}$  od povprečne velikosti ledeburitnih karbidov. Lomna žilavost, ki bi se približala vrednostim drugih orodnih jekel, bi dobili le z bistveno manjšo povprečno velikostjo ledeburitnih karbidov.

Avtorski izvleček

UDK: 621.7.011:669.14.018.27  
ASM/SLA: Q23q, SGAb, 2—80, Cu, Sn

Metalurgija — Silicijeva vzmetna jekla — Oligoelementi  
M. Torkar, F. Vodopivec, F. Kaucič, F. Haller  
**Vpliv bakra in kositra na lastnosti silicijevega vzmetnega jekla**

Železarski zbornik 24 (1990) 1, s 61—67

Povečana vsebnost oligoelementov, bakra do 0,33 % in kositra do 0,022 % v silicijevem vzmetnem jeklu Č. 2133 ne vpliva na poslabšanje začetne plastičnosti in ne poslabša mehanskih lastnosti, ki ostajajo v okviru normalnih.

Zaradi povečanja deleža interkristalne krvkosti, ki je tem izrazitejša, čim več je v jeklu bakra, je potrebna določena previdnost in dodatne raziskave, ki naj pojasnijo mehanizem interkristalne krvkosti.

Avtorski izvleček

UDK: 621.74.047-426.621.778.011:669.15—194.56  
ASM/SLA: Q23q, 1—67, STb, D9q, 4—61

Metalurgija — Horizontalno kontinuirno litje žice — Vlečenje — Rekristalizacija  
B. Arzenšek, A. Rodič, J. Žvokelj

**Hladno preoblikovanje konti litega jekla**  
Železarski zbornik 24 (1990) 1, s 47—51

Vlečenje konti lite žice iz jekla AISI 304. Konti lito jeklo ima precej slabše preoblikovalne sposobnosti kot klasično izdelano — valjano jeklo. Cilj raziskave je bil ugotoviti njegove vlečne sposobnosti vitem stanju in po rekristalizacijskem žarjenju, vpliv stanja površine in mikroporoznosti sredine žice na njegove vlečne sposobnosti in njegovu rekristalizacijske lastnosti.

Avtorski izvleček

UDK: 620.178.3:669.15-194.2  
ASM/SLA: Q7, CNg

Metalurgija — nizkoogljično jeklo — malociklično utrujanje  
J. Žvokelj

**Pojavi pri malocikličnem utrujanju nizkoogljičnega jekla v področju naravnega tečenja**

Železarski zbornik 24 (1990) 1, s 69—73

Pri izdelavi ciklične  $\delta$ - $\epsilon$  krivulje za nizkoogljično jeklo z velikim raztezkom naravnega tečenja smo ugotavljali nekatere značilnosti med začetnimi izmeničnimi obremenitvami. V področju naravnega tečenja opazamo pri malih amplitudah raztezkov mehčanje, pri večjih amplitudah pa utrujanje jekla od prvega nihaja dalje. Pri tem je delež nehomogene deformacije enak dvojni amplitudi raztezka.

Avtorski izvleček

UDK: 621.771.016:669.245  
ASM/SLA: F23, 4—53, Nib, SGAh

Metalurgija, superzlitine, vroča valjanje, hladno valjanje, rekristalizacija  
A. Kveder, D. Gnidovec

**Hladna predelava zlitine Nimonic 263 v trakove**  
Železarski zbornik 24 (1990) 1, s 53—59

Gredice superzlitine Nimonic 263 so bile po predhodnem vročem valjanju do debelini 4 do 5 mm hladno valjane do debeline 0,91 mm. Izvedena so bila rekristalizacijska žarjenja in žarjenja za izločevalno utrditev.

Avtorski izvleček

# CONTENTS

UDK: 621.7.011:669.14.018.27  
ASM/SLA: Q23q, SGAb, 2-80, Cu, Sn

Metallurgy — Silicon Spring Steel — Residuals

M. Torkar, F. Vodopivec, F. Kaučič, F. Haller

**On Influence of Copper and Tin on Properties of Silicon Spring Steel**

Železarski zbornik 24 (1990) 1, P 61-67

Increased content of the residuals, copper up to 0.33 Cu and tin up to 0.022% Sn in silicon spring Č 2133 steel have no deleterious effect on initial workability and mechanical properties which remain within prescribed range.

However, special care must be taken since the share of intercrystalline brittle fracture increases with copper content which requires additional investigation of the mechanism of intercrystalline embrittlement.

Author's Abstract

UDK: 621.7.012.669.15-196.58  
ASM/SLA: Q6, 3-70, N8r, TSn

Metallurgy — hot working — tool steel — fracture toughness

D. Kmetič, B. Ule, J. Gnamuš, F. Vodopivec, B. Arzenšek

**Influence of Hot Working on Carbide Crushing and Fracture Toughness**

Železarski zbornik 24 (1990) 1, P 41-45

The average size of massive carbides in tool steel Č 4150 is smaller at lower finish rolling temperatures and at larger partial deformations.

Fracture toughness was calculated using the Hahn-Rosenfield correlation. The results establish the dependence of  $K_{IC}$  upon the average size of massive carbides. Fracture toughness, closer to the values of other tool steels, could only be obtained by essentially reducing the average size of massive carbides.

Author's Abstract

UDK: 620.178.3.669.15-194.2  
ASM/SLA: Q7, CNg

Metallurgy — low carbon steel — low cycle fatigue

J. Žvokelj

**Low Cycle Fatigue Phenomena in Low Carbon Steel in the Region of Yielding Elongation**

Železarski zbornik 24 (1990) 1, P 69-73

Determining the cyclic  $\delta-\epsilon_c$  curve for a low carbon steel with a large yielding elongation, the author studied some characteristic phenomena occurring during initial alternating loading. In the yielding range softening could be observed at small strain amplitudes and hardening at larger strain amplitudes from the first cycle onwards. In this case the size of the nonhomogeneous deformation was equal to the double amplitude of elongation.

Author's Abstract

UDK: 621.74.047-426 621.778.011.669.15-194.56  
ASM/SLA: Q23q, 1-67, STb, D9q, 4-61

Metallurgy — Horizontal continuous wirecasting — Drawing — Recrystallization

B. Arzenšek, A. Rodič, J. Žvokelj

**Cold Working of Continuously Cast Steel**

Železarski zbornik 24 (1990) 1, P 47-51

The research work deals with the process of drawing continuously cast wire made from AISI 304 steel. The workability of continuously cast steel is substantially worse than that of conventionally produced e. g. rolled steel. The aim of the investigation was to establish the drawing ability of steel when cast, and also after its recrystallization annealing as well as to determine the influence of surface conditions and wire core microporosity on its drawing ability and recrystallization properties.

Author's Abstract

UDK: 621.771.016.669.245  
ASM/SLA: F23, 4-53, Nib, SGAb

Metallurgy, superalloys, hot-rolling, cold-rolling, recrystallization

A. Kveder, D. Gnidovec

**Cold Working of Nimonic 263 Alloy into Strips**

Železarski zbornik 24 (1990) 1, P 53-59

Billets of Nimonic 263 superalloy, previously hot-rolled to a thickness of 4 to 5 mm, were cold-rolled to a thickness of 0.91 mm. Recrystallization annealings and precipitation hardening annealings were carried out.

Author's Abstract

## TEHNIČNA NAVODILA AVTORJEM

### Rokopis

Rokopis dostavite v originalu odgovornemu uredniku ali enemu od članov uredništva. Pisan mora biti z dvojnim presledkom. Na levi strani je rob širine 4 cm. Na tem robu označite mesta, kjer naj bodo slike ali tabele.

Članki naj bodo kratki in jednati in ne prenatrpani z nepotrebnimi podatki. Izogibajte se tabel z veliko številkami, ki bralcu ne zanimajo, posebno če so isti podatki prikazani kot odvisnosti v diagramih. Razlage naj bodo jasne, kratke in v neposredni zvezi z doseženimi rezultati, brez širših hipotetičnih dodatkov.

V primeru, da prvič objavljate v Železarskem zborniku, dostavite uredništvu naslednje podatke: ime in priimek z akademskim nazivom spredaj in poklicnim nazivom zadaj, katero delo opravljate, delovna organizacija, žiro račun in naslov stanovanja.

Uredništvo si pridružuje pravico jezikovne korekcije, strokovne recenzije in presoje o ustreznosti objave. Prosimo, da glede rokopisa upoštevate še naslednja navodila:

1) **Izvleček pod naslovom** naj obsega 4 do 10 tipkanih vrst. Vsebine naj pove, kateri problem obravnava članek.

2) **Povzetek za prevode** v angleški, nemški in ruski jezik pošljite v 4 izvodih. Obsega naj pol do največ dve tipkani strani. Glede vsebine naj pove tujemu bralcu, kakšen je bil problem in kateri so glavni rezultati vašega dela. Specifične strokovne izraze, ki jih prevajalci morda ne poznajo, navedite spodaj v angleškem, nemškem in ruskem jeziku. Vsebuje naj tudi naslov članka.

3) **Avtorski izvleček za kartice** (4 izvodi) naj obsega: glavno geslo in eno ali več stranskih gesel (npr. Metalurgija — Orodna jekla — Preizkušanje materiala), avtorja in soavtorje, naslov članka in kratko vsebino članka (največ 15 tipkanih vrst) s poudarkom na rezultatih raziskave.

4) **Podpisi k slikam** v 2 izvodih na posebnih listih. Podpis naj bo formuliran tako, da bo v angleškem prevodu tudi tuj brlec razumel vsebino slike.

5) **Literaturo**, ki jo citirate v tekstu, označite z zaporednimi številkami, zgoraj za besedo, kjer označbo želite, npr. . . Smith<sup>3</sup> . . . Na koncu članka navedite nato vse bibliografske podatke:

- Za knjige: začetnice imen in priimki avtorjev, naslov knjige, številka izdaje, založba, leto izdaje.
- Za članke: začetnice imen in priimki avtorjev, naslov članka, neskrnjani naslov revije, letnik, številka, leto, strani (prva in zadnja).

6) **Poglavlja in razne vrste tiska:** Članek naj bo, kolikor je mogoče, razdeljen po naslednji shemi: uvod (nakazati problem, izhodišče in cilj raziskave in pregled literature), načini raziskovanja in materiali, rezultati raziskav, razлага rezultativ in sklepi.

Glavna poglavja in podpoglavlja pišite po primeru:

### REZULTATI RAZISKAV

1. **Preizkušanje jekla Ž 0147** (mastni tisk, tekst se prične v naslednji vrsti)

a) **Količina vključkov** (mastni tisk, tekst se nadaljuje v isti vrsti).

Zvezano podčrtane besede pomenijo mastni tisk, lahko pa uporabite še kurzivni tisk (prekinjeno podčrtane besede) in razprt tisk (tipkajte razproto).

7) **Tabele** pišite med tekstom ali jih priložite na koncu testa. V drugem primeru napišite na levi rob, kjer je treba tabelo vstaviti.

8) **Enote:** Uporabljajte izključno enote po SI (System International d'Unités).

9) **Enačbe in simbole** napišite jasno in čitljivo, najbolje s prosto roko. V enačbah ne uporabljajte znakov za množenje ( $\times$  ali  $\cdot$ ). Izogibajte se zamotanih indeksov. Če ne morete jasno napisati grških črk, napišite pojasnilo na levi rob, npr. mala grška črka gama. Simbole v enačbah sproti tolmačite. Uporabljajte simbole, ki so v JUS standardih, če teh ni pa najbolj uveljavljene.

### Fotografije

Metalografski in drugi posnetki morajo biti izdelani na belem papirju z visokim leskom in naj bodo jasni in kontrastni. Preslikane fotografije ali iz tiska preslikane fotografije niso dovoljene, razen v izjemnih primerih. Računajte, da bo širina fotografije v tisku največ 80 mm. Več fotografij, ki spadajo skupaj, nalepite na papir in jih označite kot eno sliko. V tem primeru je lahko širina slike tudi 165 mm. Izjemno imajo fotografije lahko tudi ne-standardno širino. V tem primeru priložite fotografiji pojasnilo, kakšno velikost želite v tisku. Mikroskopska in makroskopska povečanja in pomanjšanja označite v podpisu k sliki (povečanje 100-krat), (pomanjšanja 1,5-krat), še bolje pa z vrisanjem ustrezeno skale s črnim ali belim tušem na fotografiji.

### Diagrami in risane slike

Diagrami in risane slike morajo biti narisane s tušem na paus papirju. Ne pošiljajte prefotografiranih ali kopiranih risb. Diagrami morajo imeti popoln okvir in mrežo (raster) v notranjosti okvira. Zaporedno številko slike napišite s svinčnikom na vogalu formata.

Prosimo avtorje, da dosledno upoštevajo še naslednja navodila:

1. **Širina:** Diagrami morajo biti narisani na formatu A4. Širina diagrama naj bo 150 mm, plus ali minus 10 mm. Širina ni le okvir diagrama, temveč tudi številke in napis na ordinatni osi. V tisku so ti diagrami pomanjšani približno 2-krat, na širino enega stolpca. Odstopanja od teh širin narisanih in tiskanih diagramov bodo upoštevana le v primerih, ko morajo biti zaradi gostote podatkov, krivulj ali preglednosti tiskani v širini obeh stolpcov, to je okoli 160 mm. V teh primerih naj bo širina narisanega diagrama 300 mm, plus ali minus 20 mm.

Pri drugih risanih slikah (izdelki, presek, naprave, sheme, načrti in podobno) je lahko skupna narisana širina manjša od 150 mm. Pri tem upoštevajte estetski videz pomanjšane tiskane slike med tekstrom in tudi, da bo slika v vsakem primeru v tisku pomanjšana 2-krat; uporabljajte torej enake velikosti črk in debeline črt kot pri diagramih.

2. **Črte:** V vseh diagramih in drugih risanih slikah uporabite izključno naslednje debeline črt:

— Okviri diagramov (koordinatne osi)	0,4 mm
— Mreža v diagramih	0,2 mm
— Krivulje v diagramih	0,6 mm
— Osnovne črte v risbah	0,2 mm
— Prerezi (obrisi) v risbah	0,4 mm
— Šrafure	0,2 mm

V tisku bodo te črte polovico tanjše.

3. **Črke in številke:** Uporabljajte pokončne črke in številke velikosti 4 mm, risane s šablono in peresom, ki ustreza tej velikosti. Izjema so le indeksi, ki naj bodo veliki 3 mm. V tisku bo velikost črk in številk okoli 2 mm, indeksov pa 1,5 mm.

4. **Opis koordinat:** Na abscisi in ordinati mora biti neskrnjšan opis s simboliom in enoto, npr.: Navezna trdnost  $\sigma_m$  v  $N/mm^2$ ; Stopnja deformacije  $\varepsilon$  %; Količina mase Mn v %; ne pa le  $\sigma_m$   $N/mm^2$ ;  $\varepsilon$  %; Mn.

5. **Oznake točk in krivulj:** Legende za različne vrste točk in krivulj morajo biti v sliki. Legende za simbole in druge črkovne oznake so lahko tudi v podpisih k slikam.

### Izvleček

Za hitro orientacijo po dokončanju članka navajamo na kratko, kaj je potrebno poslati uredništvu Železarskega zbornika:

1. Rokopis v enem izvodu (drugega hranite za pregled kraćnega odtisa) z izvlečkom pod naslovom, oznakami za slike na levem robu in podatki o avtorjih.
2. Povzetek za prevode v 4 izvodih.
3. Avtorski izvleček za kartice v 4 izvodih.
4. Podpisi k slikam v 2 izvodih.
5. Oštevilčene fotografije, diagrami in druge slike.