

KOVINE ZLITINE TEHNOLOGIJE

METALS ALLOYS TECHNOLOGIES

LETO 1996 / 5

Glavni urednik / Editor: F. Vodopivec, IMT Ljubljana, Slovenija
Gostujoči urednik / Guest Editor: M. Jenko, IMT Ljubljana, Slovenija



Izdajatelji / Publishers: Inštitut za kovinske materiale in tehnologije Ljubljana, ACRONI Jesenice, IMPOL Slovenska Bistrica,
Kemijski inštitut Ljubljana, Koncern Slovenske železarne, Metal Ravne, Talum Kidričevo

KOVINE
ZLITINE
TEHNOLOGIJE

LETNIK
VOLUME 30

ŠTEV.
NO. 5

STR.
P. 425-475

LJUBLJANA
SLOVENIJA

SEP.-OKT.
1996

ISSN 1318-0010

Navodilo avtorjem

Prosimo avtorje, da pri pripravi rokopisa za objavo članka dosledno upoštevajo naslednja navodila:

- Članek mora biti izvorno delo, ki ni bilo v dani obliki še nikjer objavljeno. Deli članka so lahko že bili podani kot referat.
- Avtor naj odda članek oz. besedilo napisano na računalnik z urejevalniki besedil:
- WORDSTAR, verzija 4, 5, 6, 7 za DOS
- WORD za DOS ali WINDOWS.

Če avtor besedila ne more dostaviti v prej naštetih oblikah, naj pošlje besedilo urejeno v ASCII formatu.

Prosimo avtorje, da pošljejo disketo z oznako datoteke in računalniškim izpisom te datoteke na papirju. Formule so lahko v datoteki samo naznačene, na izpisu pa ročno izpisane.

Celoten rokopis članka obsega:

- naslov članka (v slovenskem in angleškem jeziku),
- podatke o avtorju,
- povzetek (v slovenskem in angleškem jeziku),
- ključne besede (v slovenskem in angleškem jeziku),
- besedilo članka,
- preglednice, tabele,
- slike (risbe ali fotografije),
- podpise k slikam (v slovenskem in angleškem jeziku),
- pregled literature.

Članek naj bi bil čim krajši in naj ne bi presegal 5–7 tiskanih strani, pregledni članek 12 strani, prispevek s posvetovanj pa 3–5 tiskanih strani.

Obvezna je raba merskih enot, ki jih določa zakon o merskih enotah in merilih, tj. enot mednarodnega sistema SI.

Enačbe se označujejo ob desni strani besedila s tekočo številko v okroglih oklepajih.

Preglednice (tabele) je treba napisati na posebnih listih in ne med besedilom.

V preglednicah naj se – kjer je le mogoče – ne uporabljajo izpisana imena veličin, ampak ustrezni simboli.

Slike (risbe ali fotografije) morajo biti priložene posebej in ne vstavljene (ali nalepljene) med besedilom. Risbe naj bodo izdelane praviloma povečane v merilu 2:1.

Za vse slike po fotografskih posnetkih je potrebno priložiti izvirne fotografije, ki so ostre, kontrastne in primerno velike.

Vsi podpisi k slikam (v slovenskem in angleškem jeziku) naj bodo zbrani na posebnem listu in ne med besedilom.

V pregledu literature naj bo vsak vir oštevilčen s tekočo številko v oglatih oklepajih (ki jih uporabljamo tudi med besedilom, kadar se želimo sklicevati na določeni literarni vir).

Vsak vir mora biti opremljen s podatki, ki omogočajo bralcu, da ga lahko poišče:

knjige: – avtor, naslov knjige, ime založbe in kraj ter leto izdaje (po potrebi tudi določene strani):

H. Ibach and H. Luth, Solid State Physics, Springer, Berlin 1991, p. 245

članki: – avtor, naslov članka, ime revije in kraj izhajanja, letnik, leto, številka ter strani:

H. J. Grabke, Kovine zlitine tehnologije, 27, 1993, 1–2, 9

Avtorji naj rokopisu članka priložijo povzetek v omejenem obsegu do 10 vrstic v slovenskem in angleškem jeziku.

Rokopisu morajo biti dodani tudi podatki o avtorju:

- ime in priimek, akademski naslov in poklic, ime delovne organizacije v kateri dela, naslov stanovanja, telefonska številka, E-mail in številka fax-a.

Uredništvo KZT

- odloča o sprejemu članka za objavo,
- poskrbi za strokovne ocene in morebitne predloge za krajšanje ali izpopolnitev,
- poskrbi za jezikovne korekture.

Rokopisi člankov ostanejo v arhivu uredništva Kovine zlitine tehnologije.

Instructions to Authors

Authors are kindly requested to prepare the manuscripts according to the following instructions:

- The paper must be original, unpublished and properly prepared for printing.
- Manuscripts should be typed with double spacing and wide margins on numbered pages and should be submitted on floppy disk in form of:
- WORDSTAR, version 4, 5, 6, 7 for DOS,
- WORD for DOS or WINDOWS,
- ASCII text without formulae, in which case formulae should be clearly written by hand in the printed copy.

Preparation of Manuscript:

- the paper title (in English and Slovenian Language)*
- author(s) name(s) and affiliation(s)
- the text of the Abstract (in English and Slovenian Language)*
- key words (in English and Slovenian Language)*
- the text of the paper (in English and Slovenian Language)*
- tables (in English Language)
- figures (drawings or photographs)
- captions to figures (in English and Slovenian Language)*
- captions to tables (in English)
- acknowledgement
- references

* The Editorial Board will provide for the translation in Slovenian Language for foreign authors.

The length of published papers should not exceed 5–7 journal pages, of review papers 12 journal pages and of contributed papers 3–5 journal pages.

The international system units (SI) should be used.

Equations should be numbered sequentially on the right-hand side in round brackets.

Tables should be typed on separate sheets at the end of manuscript. They should have a descriptive caption explaining displayed data.

Figures (drawings or photographs) should be numbered and their captions listed together at the end of the manuscript. The drawings for the line figures should be twice the size than in the print. Figures have to be original, sharp and well contrasted, enclosed separately to the text.

References must be typed in a separate reference section at the end of the manuscript, with items referred to in the text by numerals in square brackets.

References must be presented as follows:

- books: author(s), title, the publisher, location, year, page numbers

H. Ibach and H. Luth, Solid State Physics, Springer, Berlin 1991, p. 245

- articles: author(s), a journal name, volume, a year, issue number, page

H. J. Grabke, Kovine zlitine tehnologije, 27, 1993, 1–2, 9

The abstract (both in English and in Slovenian Language) should not exceed 200 words.

The title page should contain each author(s) full names, affiliation with full address, E-mail number, telephone and fax number if available.

The Editor

- will decide if the paper is accepted for publication,
- will take care of the refereeing process,
- language corrections.

The manuscripts of papers accepted for publication are not returned.



KOVINE ZLITINE TEHNOLOGIJE

METALS ALLOYS TECHNOLOGIES

KOVINE ZLITINE TEHNOLOGIJE

Izdajatelj (Published for):

Inštitut za kovinske materiale in tehnologije Ljubljana

Soizdajatelji (Associated Publishers):

SŽ ŽJ ACRONI Jesenica, IMPOL Slovenska Bistrica, Kemijski inštitut Ljubljana, Koncern Slovenske Železarne, Metal Ravne, Talum Kidričevo

Izdavanje **KOVINE ZLITINE TEHNOLOGIJE** sofinancira: Ministrstvo za znanost in tehnologijo Republike Slovenije
(Journal **METALS ALLOYS TECHNOLOGIES** is financially supported by Ministrstvo za znanost in tehnologijo, Republika Slovenija)

Glavni in odgovorni urednik (Editor-in-chief):

prof. Franc Vodopivec, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije Ljubljana, 1000 Ljubljana, Lepi pot 11, Slovenija

Urednik (Editor):

mag. Aleš Lagoja

Tehnični urednik (Technical Editor):

Jana Jamar

Lektorji (Linguistic Advisers):

dr. Jože Gasperič in Jana Jamar (slovenski jezik), prof. dr. Andrej Paulin (angleški jezik)

Uredniški odbor (Editorial Board):

doc. dr. Monika Jenko, prof. Jakob Lamut, prof. Vasilij Prešeren, prof. Jože Vižintin, prof. Stane Pejovnik, dipl. ing. Sudradjat Dai, Jana Jamar

Mednarodni pridruženi člani uredniškega odbora (International Advisory Board):

prof. Hans Jürgen Grabke, Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Düsseldorf, Deutschland
prof. Thomas Bell, Faculty of Engineering School of Metallurgy and Materials, The University of Birmingham, Birmingham, UK
prof. Jozef Zrník, Technická Univerzita, Hutnícka fakulteta, Košice, Slovakia
prof. Ilija Mamuzić, Sveučilište u Zagrebu, Hrvatska
prof. V. Lupinc, Istituto per la Tecnologia dei Materiali Metallici non Tradizionali, Milano, Italia
prof. Günther Petzov, Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart, Deutschland
prof. Hans-Eckart Oechsner, Universität Darmstadt, Deutschland

Izdajateljski svet (Editorial Advisory Board):

prof. Marin Gabrovšek, prof. Blaženko Koroušič, prof. Ladislav Kosec, prof. Alojz Križman, prof. Tatjana Malavašič, dr. Tomaž Kosmač,
prof. Leopold Vehovar, prof. Anton Smolej, dr. Boris Ule, doc. dr. Tomaž Kolenko, dr. Jelena Vojvodič-Gvardjančič

Članki objavljeni v periodični publikaciji **KOVINE ZLITINE TEHNOLOGIJE** so indeksirani v mednarodnih sekundarnih virih:
(Articles published in journal are indexed in international secondary periodicals and databases):

- METALS ABSTRACTS
- ENGINEERED MATERIALS ABSTRACTS
- BUSINESS ALERT ABSTRACTS (STEELS, NONFERROUS, POLYMERS, CERAMICS, COMPOSITES)
- CHEMICAL ABSTRACTS
- ALUMINIUM INDUSTRY ABSTRACTS
- REFERATIVNYJ ŽURNAL: METALLURGIJA

Naslov uredništva (Editorial Address):

KOVINE ZLITINE TEHNOLOGIJE

IMT Ljubljana

Lepi pot 11

1000 Ljubljana, Slovenija

Telefon: +386 61 125 11 61

Telefax: +386 61 213 780

Žiro račun: 50101-603-50316 IMT pri Agenciji Ljubljana

Na INTERNET-u je revija **KOVINE ZLITINE TEHNOLOGIJE** dosegljiva na naslovu: [http : // www. ctk. si /kovine/](http://www.ctk.si/kovine/)

(INTERNET LINK: <http://www.ctk.si/kovine/>)

Elektronska pošta (E-mail):

cobissimtlj @ ctkj.ctk.si

Oblikovanje ovitka: Ignac Kofol

Tisk: Tiskarna PLANPRINT, Ljubljana

Po mnenju Ministrstva za znanost in tehnologijo Republike Slovenije št. 23-335-92 z dne 09. 06. 1992 šteje **KOVINE ZLITINE TEHNOLOGIJE** med proizvoda, za katere se plačuje 5-odstotni davek od prometa proizvodov.



UREDNIKOVA BESEDA

Slovenija je v času od konca leta 1988 do konca leta 1995 izgubila nad 250.000, ali nad 36 % delovnih mest v gospodarstvu. Mogoče je še bolj zaskrbljujoč podatek, da je izgubljenih 40 % delovnih mest v industrijskih panogah, ki ustvarjajo nad 80 % izvoza. Tragika nerazumnega rušenja industrije je dejstvo, da tudi preostala delovna mesta niso varna, saj se je dodana vrednost v tem obdobju celo zmanjšala. Pa so res vzroki za vse, kar se je zgodilo na gospodarskem in industrijskem področju, politični pretresi v Jugoslaviji, na Balkanu ter v Srednji in Vzhodni Evropi. Ne, temeljni vzrok je pomanjkanje smotrne in realne industrijske politike in prepričanje, da bosta liberalizem in privatizacija s čudežno palico na mah ustvarila v Sloveniji ekonomsko socialni preporod. Kaj poleg neznanja in neodgovornosti lahko pojasni dejstvo, da je šla politika mimo rušenja podjetij z blagovno znamko svetovnega ugleda. Podatki za sedem mesecev leta 1996 kažejo, da se je obnovil ciklus gospodarskega nazadovanja, število zaposlenih v gospodarstvu se je zmanjšalo za 3 %, industrijska proizvodnja za 1,7 %, izvoz pa za 5,5 % v primerjavi z enakim obdobjem v letu 1995.

Tudi raziskovalna sfera, ki se napaja iz proračuna, nosi del krivde za današnje gospodarske razmere. Pridno je prikimavala zmedeni razvojni politiki, na primer tisti, ki je nosilec projekta "Slovenija 2000". Na piedestal je postavila znanje kot absolutno vrednoto in odrivala inženirsko raziskovanje, ki edino ustvarja uporabno znanje za gospodarsko rast, je temelj vseh drugih rasti in zagotovilo dolgoročne socialne varnosti državljanov. Bomo tudi po volitvah, ko bo državo vodila neka danes še neznana koalicija, čas porabljali za razprave o tem, ali je raziskovanje, (v javnosti se zanj nepravilno uporablja poimenovanje znanost) namenjeno samo sebi, ali je soodgovorni soustvarjalec gospodarske rasti države? Preveč je ljudi, ki mislijo, da gospodarske tranzicije ni bilo mogoče bolje izpeljati. To je klasičen izgovor tistih, ki šolsko nalogo pišejo za oceno nezadostno, ko jo njihovi sošolci pišejo za oceno odlično. Oboji so imeli istega učitelja in isti učni program, vendar so se očitno samo nekateri tudi naučili.

Bodočnost raziskovanja, cilj in usmeritev te revije narekujeta, da v Sloveniji uveljavimo raziskovalno politiko majhnih razvitih evropskih držav. Raziskovalna sfera je dolžna ustvarjati ali prenašati iz bolj razvitih okolij znanje, ki ga potrebujemo za industrijsko rast. Svetovna znanost bo napredovala tudi če se naš delež v njeni rasti nekoliko zmanjša.

prof. dr. Franc Vodopivec

Vsebina - Contents

ZNANSTVENI PRISPEVKI - SCIENTIFIC PAPERS

Kovinski materiali - Metallic Materials

Površinsko aktivirana rast zrn v neorientiranih elektro pločevinah

Surface Activated Recrystallization of Non Oriented Electrical Sheets

M. Jenko, F. Vodopivec, F. Marinšek 431

Razvoj biokompatibilnih implantatov

Development of Biocompatible Implants

M. Torkar, M. Leban, B. Rjazancev 439

Vpliv kemijske sestave jekel na lasersko toplotno obdelavo

Influence of Steel Chemical Composition on the Laser Heat Treatment

S. Spruk, A. Rodič 443

Novi koncepti opisovanja lezenja in preostala življenjska doba kovinskih materialov

The θ Projection Concept and Remanent Creep Life of Metals

T. Šuštar, B. Ule, T. Rodič 449

Preostala uporabnost kovičenega železniškega mostu

The Residual Service Life of the Riveted Railway Bridge

B. Ule, J. Vojvodič-Gvardjančič, M. Lovrečič-Saražin, J. Banovec, F. Kržič, D. Beg, Č. Primec ... 455

Perspektive navarjanja v orodjarstvu

The Future of Surfacing in Tool Making

R. Kežzar, L. Kosec, A. Lagoja 463

Vakuumska tehnika - Vacuum Technique

Vakuumska impregnacija

Vacuum Impregnation

J. Gasperič 467

Porazdelitev atomarnega vodika vzdolž ravne cevi

Distribution of Atomic Hydrogen Along a Tube

M. Mozetič, M. Drobnič, S. Spruk, A. Pregelj 471

Opravičilo

Pri razvrščanju člankov revije Kovine Zlitine Tehnologije, 1996, 3-4, je prišlo do napake. Članek z naslovom: Lomna varnost jeklenih konstrukcij po različnih merilih (Fracture Safety of Steel Structures by Different Criteria) avtorja J. Vojvodič Gvardjančič, IMT Ljubljana, je bil uvrščen med strokovne prispevke, ne pa med znanstvene prispevke (scientific papers), med katere spada po izvirnosti, obsegu, kakovosti in pomembnosti tematike, ki jo obravnava. Urednik se avtorju opravičuje in še enkrat zagotavlja, da je nepravilna razvrstitev samo posledica spregleda.

Površinsko aktivirana rast zrn v neorientiranih elektro pločevinah

Surface Activated Recrystallization of Non Oriented Electrical Sheets

M. Jenko¹, F. Vodopivec, IMT Ljubljana
F. Marinšek, ACRONI, Jesenice

Prejem rokopisa - received: 1996-07-15; sprejem za objavo - accepted for publication: 1996-10-15

Neorientirana elektro pločevina je eden najpomembnejših mehko magnetnih materialov pri pridobivanju in pretvorbi električne energije. Kvalitetne elektro pločevine morajo imeti visoko permeabilnost in nizke vatne izgube. Le-te dosežemo z uravnoteženjem kemijske sestave, predvsem silicija in aluminija ter optimalnimi postopki termomehanskega procesiranja. Opisan je vpliv površinsko aktivnih elementov in njihov selektiven vpliv na rekristalizacijo in rast zrn s prostorsko orientacijo, ki zagotavlja minimalne vatne izgube.

Ključne besede: neorientirana elektro pločevina, površinsko aktivni elementi, površinska segregacija, segregacija po mejah zrn, rekristalizacija, rast zrn, vatne izgube, permeabilnost

Non oriented electrical steel sheet is one of the most important soft magnetic materials for generation and transformation of electrical energy. Magnetic properties of high quality electrical silicon steel sheets are high permeability and low core loss. They depend on chemical composition of steels, alloying elements, especially silicon and aluminium and the optimal processes of thermo-mechanical processing. A review of surface active elements and their selective influence on recrystallization and grain growth with crystallographic orientation which assure minimal core losses is given in the present paper.

Key words: non oriented electrical sheet, surface active elements, surface segregation, grain boundary segregation, core loss, permeability

1 Uvod

Elektro pločevina je kjučni mehkomagnetni material za proizvodnjo in pretvorbo električne energije. Uporablja se v obliki lamel za jedra električnih, vrtečih se strojev, transformatorjev in naprav. V teh se spreminja smer magnetnega polja v odvisnosti od frekvence izmeničnega toka. Za spremembo smeri magnetenja je potrebna energija, ki se izraža v obliki vatnih izgub na kilogram teže pločevine (W/kg) pri določeni indukciji. Vatne izgube so torej energija, ki je potrebna za preusmerjanje elementarnih magnetnih domen z zasukom mej med njimi (Blochove stene) in za pokrivanje izgubnih tokov. Na vatne izgube vplivajo kemijska sestava elektro pločevine, legirni elementi in elementi nečistoč v sledih, orientacija kristalnih zrn, velikost zrn, napetosti, debelina pločevine in stanje površine.

Silicijeva jekla za elektro pločevine delimo v dve veliki skupini in sicer v neorientirana oziroma neteksturirana in orientirana oziroma teksturirana. Pri prvih mora biti pločevina izotropna, da so vatne izgube neodvisne od smeri, pod katero se glede na smer valjanja iz nje izrežejo lamele za magnetna jedra. Orientirane pločevine imajo Gossovo teksturo (110)[001], ki se razvije pri sekundarni rekristalizaciji. Te vrste pločevin imajo nižje vatne izgube in iz njih izdelujejo posebno oblikovana magnetna jedra za transformatorje.

V svetu proizvedejo letno okoli 10 milijonov ton neorientirane elektro pločevine, od tega 66 tisoč ton v slovenskem prostoru. Zahteve po energijsko zmogljivejših motorjih in transformatorjih vzpodbujajo vedno nove raziskave in razvoj neorientiranih elektro pločevin z visoko permeabilnostjo ter nizkimi vatnimi izgubami ob čim nižjih proizvodnih stroških.

Na magnetne lastnosti neorientiranih elektro pločevin vplivajo kemijska sestava, orientacija kristalnih zrn, velikost zrn, debelina pločevine in napetosti^{1,2}. Okvirna kemijska sestava neorientiranih pločevin je 0.5 do 3.0% Si, do 0.35% Mn, od 0.3% do 1.0% Al do 0.03% C, 0.001% S in 0.001% P ob čim manjših vsebnostih Cr, Ni in Cu in Fe do 100%. Silicij, aluminij in mangan zvišujejo upornost materiala in s tem vplivajo na znižanje izgubnih tokov. Istočasno pa ti elementi vplivajo še na velikost zrn in teksturo. Mangan stabilizira žveplo, ki se veže v MnS, zviša permeabilnost in zmanjša vatne izgube. Aluminij, podobno kot silicij, zviša električno upornost; v višjih koncentracijah aluminij povečuje magnetno permeabilnost².

Majhni dodatki antimona, kositra, selena in telurja v silicijevo jeklo za neorientirano elektro pločevino, ugodno vplivajo na znižanje vatnih izgub²⁻¹⁰. Vsi naštetni elementi so površinsko aktivni in pri povišani temperaturi segregirajo na površino, meje kristalnih zrn, precipitativ in vključkov¹¹⁻¹⁵.

Večina elementov IVA-VIA skupine periodnega sistema elementov, raztopljenih v železu, pri višjih temperaturah segregira na površino ter na kristalne in fazne meje. Ravnotežje elementa A v trdni raztopini in segre-

¹ Doc. dr. Monika JENKO
Inštitut za kovinske materiale in tehnologije
1000 Ljubljana, Lepi pot 11

ranega elementa A na površini preiskovane zlitine: A (raztopljen) ↔ A(segregiran) je doseženo pri dovolj visokih temperaturah, pri katerih poteka difuzija^{19,20}.

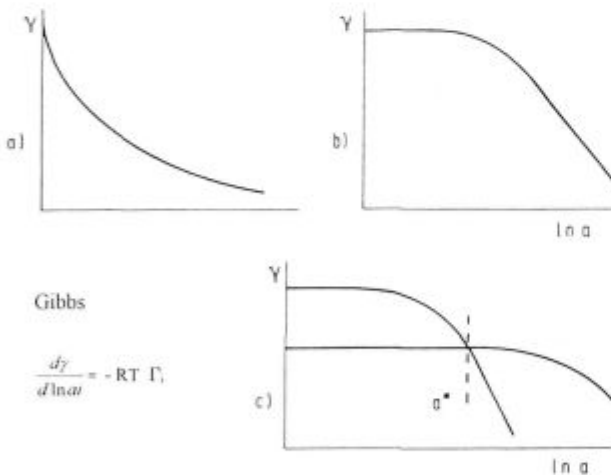
Za nastanek take ravnotežne segregacije so možne tri razlage: a) proste vezi na površini ali mejnih ploskvah zasedejo atomi A, b) površina železa je prekrita s plastjo atomov A z nižjo površinsko energijo od površinske energije železa, c) odhod atomov A iz osnovnega materiala sprosti elastično energijo, posebno v primerih, ko so ti atomi intersticijski ali pa substitucijski, ki so večji od železa^{7,20-23}.

Razlaga c) velja za antimon, ki ima večji atomski radij od železa, zato povzroča napetosti v kristalni rešetki železa in povečanje parametra kristalne rešetke. Dejansko vodijo vsi procesi ravnotežne segregacije k znižanju površinske energije ali energije mejnih ploskev po Gibbsovem zakonu (1):

$$\frac{d\gamma}{d \ln \alpha_A} = -RT \cdot \Gamma_A \quad (1)$$

kjer je γ površinska energija, α_A aktivnost segreganta A in Γ_A /atomcm⁻² njegova površinska koncentracija, R/kJkmol⁻¹K⁻¹ plinska konstanta, T/K absolutna temperatura, **slika 1**.

V mnogih primerih lahko segregacije opišemo z enostavno enačbo, z Langmuir McLeanovo izotermo, ki opisuje segregacijo z določenim številom prostih mest na površini, ki vodijo do maksimalne površinske koncentracije Γ_A^{sat} , ko so vsa prosta mesta na površini zasedena



Slika 1: Shematski diagrami za Gibbsove izoterme: a) površinska energija γ v odvisnosti od aktivnosti adsorbiranega ali segregiranega elementa A, b) γ v odvisnosti od $\ln a$ in c) grafikon za dve orientaciji z različnimi površinskimi energijami in različno adsorpcijo oziroma segregacijo - po zvišanju aktivnosti in pokritja θ je sprva nestabilna površina postala stabilna, vzrok za sekundarno rekristalizacijo ali facetiranje¹⁹⁻²²

Figure 1: Gibbs isotherms: a) surface energy γ in dependence of the activity of the adsorbed or segregated element A, b) γ in dependence of $\ln a$, c) schematic diagram for two orientations with different surface energies and different adsorption or segregation behaviour; upon increasing the activity and the coverage θ , the surface at the beginning unstable becomes stable, a reason for secondary recrystallization or faceting¹⁹⁻²²

in s prosto energijo ΔG_A , ki je neodvisna od pokritja θ . Stopnja pokritja θ je tako določena z Langmuir McLeanovim izrazom²:

$$\theta = \Gamma_A / \Gamma_A^{sat} \quad (2)$$

$$\theta_A / (1-\theta_A) = X_A \exp(-\Delta G_A/RT) \quad (3)$$

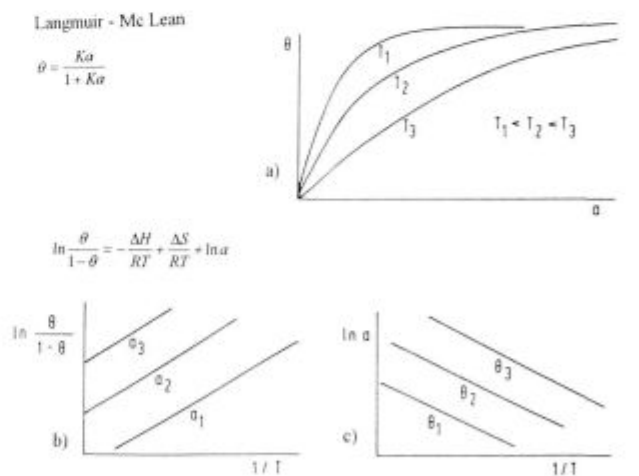
Pri tem je $\Delta G_A = \Delta H_A - T\Delta S$ (4)

izraz ΔG_A vstavimo v Langmuir Mc Leanovo enačbo in dobimo enačbo (5):

$$\ln [\theta_A/(1-\theta_A)] = (-\Delta H_A/RT) + (\Delta S_A/RT) + \ln X_A \quad (5)$$

Enačbo (5) uporabljamo za izračun entalpije in entropije segregacije in sicer iz meritev θ_A pri konstantni koncentraciji segreganta X_A v osnovnem materialu (bulk) v odvisnosti od temperature. Takne meritve so bile izvedene za površinsko segregacijo C, Si, P, S, Sb, Sn in za segregacije po mejah zrn Sn, Sb, C in P. Z metodo AES zasledujemo koncentracijo segreganta "in situ" na monokristalih ali na polikristaliničnih materialih v odvisnosti od temperature in sicer obe, površinsko segregacijo in segregacijo po mejah zrn, **slika 2**.

Temeljni procesi industrijske izdelave neorientirane elektro pločevine so vroče in hladno valjanje, razogljčenje, rekristalizacija in rast zrn, ki so kontrolirani s kemijsko sestavo jekla in procesnimi parametri: plinska mešanica med žarjenjem, temperatura in čas žarjenja. Vpliv površinsko aktivnih elementov na kinetiko rekristalizacije, rast in orientacijo zrn ter na oblikovanje teksture je podrobno opisan v članku²⁴. Rezultati naših raziskav kažejo, da površinska segregacija vpliva na selektivno rast zrn, ki segajo na površino pločevine in



Slika 2: Shematski diagrami Langmuir-McLeanove izoterme¹⁹⁻²² a) stopnja pokritja θ v odvisnosti od adsorbiranega ali segregiranega elementa A, b) grafični prikaz za ovrednotenje študij pri konstantni aktivnosti ali koncentraciji elementa A, c) izostere za določitev termodinamičnih podatkov pri konstantnem številu atomov A

Figure 2: Langmuir-McLean izoterme: a) degree of coverage in dependence of coverage θ of the adsorbed or segregated element A, b) plot of the evaluation of the studies at constant activity or concentration of the element A, c) isosteres for the determination of the thermodynamic data by constant atoms A

sproži pojav, ki smo ga poimenovali površinsko aktivirana rast zrn. Aktivnost površine lahko dosežemo tako s površinsko segregacijo kot z adsorbcijo površinsko aktivnih elementov.

2 Eksperimentalno delo

Preiskovana silicijeva jekla so bila izdelana iz enakega osnovnega materiala, razlikovala so se le po vsebnosti antimona. Kemijska sestava v utežnih procentih je podana v tabeli 1.

Tabela 1: Kemijska sestava preiskovanih jekel (ut.%)

| Jeklo | Si | Al | Mn | C | S | P | Sb |
|-------|------|------|------|-------|-------|-------|------|
| 1 | 1.85 | 0.19 | 0.18 | 0.005 | 0.001 | 0.001 | 0.05 |
| 2 | 1.94 | 0.19 | 0.20 | 0.004 | 0.001 | 0.001 | 0.1 |
| 3 | 2.00 | 0.19 | 0.20 | 0.004 | 0.001 | 0.001 | 0.0 |

Osnovni material za silicijeva jekla smo pretalili v vakuumu, ulili v ingote ter vroče izvaljali v trakove končnih debelin 4 mm in 2.5 mm. Vroče valjane trakove debeline 2.5 mm smo nato hladno izvaljali do končne debeline 0.5 mm in 0.15 mm.

Za "in situ" študij površinskih segregacij in segregacij po mejah zrn smo uporabili spektroskopijo Augerjevih elektronov - AES. Vsebnost antimona v eksperimentalnih jeklih je pod mejo detekcije AES metode. Šele pri povišanih temperaturah, ko pride do obogatitve prostih površin lahko z AES metodo zasledujemo segregacijo Sb. Obogatitev površine z Sb smo določili z zasledovanjem PHR (peak height ratio- razmerje višine vrhov) amplitude $Sb(M_5N_{4,5}N_{4,5})$ in $Fe(L_{3,2,3}M_{2,3})$ Augerjevih prehodov pri kinetičnih energijah 454 eV oziroma 651 eV¹⁸. Pri naših prejšnjih raziskavah⁸⁻¹⁰ smo merili temperaturo v analizni komori Augerjevega spektrometra direktno s termočlenom, ki smo ga točkovno privarili na zadnjo stran vzorca v neposredno bližino analiznega mesta. Pri sedanjih raziskavah smo merili temperaturo indirektno.

Z AES metodo smo študirali tudi "in situ" segregacije na mejah zrn. Vzorci cilindrične oblike s prelomno zarezo so bili izdelani iz vroče valjanega traku debeline 4 mm. Vložili smo jih v epruvete iz kremenčevega stekla, evakuirali do 10^{-6} mbar in zatalili. Tako pripravljene vzorce smo žarili 24 ur na temperaturi 1000°C, ohladili v vodi in nato starali 200 in 500 ur na temperaturi 550°C. Vzorce smo nato vgradili v spektrometer Augerjevih elektronov in ohladili do -120°C ter prelomili "in situ". Vzorci so se prelomili v glavnem transkristalno, AES meritve smo izvedli na vseh sicer redkih interkristalnih ploskvah.

Rekristalizacijo silicijevega jekla, legiranega z 0.05% Sb in primerjalnega jekla iz enakega osnovnega materiala brez Sb smo študirali v temperaturnem področju od 550 do 850°C. Kinetiko rekristalizacije smo določili na razogljčenih vzorcih.

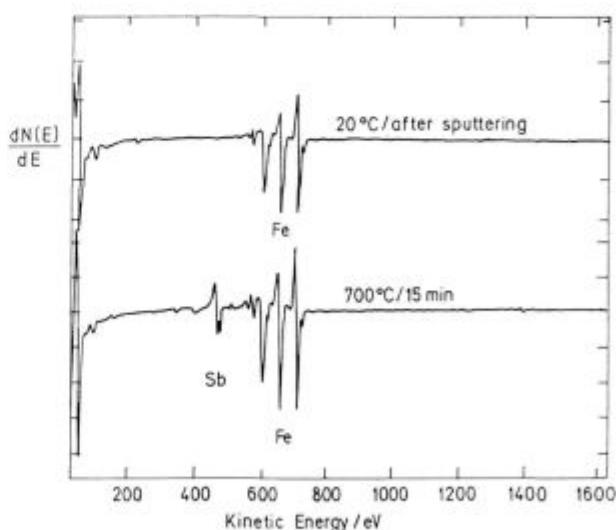
3 Rezultati

Maksimalno ravnotežno segregacijo Sb pri vzorcu legiranim z 0.05% Sb smo določili po 15 minutnem žarjenju na konstantni temperaturi 700°C, slika 3.

Naše prejšnje raziskave so pokazale, da je stopnja površinske segregacije antimona na neorientirani elektro pločevini odvisna od kristalografske orientacije zrn¹⁰⁻¹⁴. Enak pojav so opazili tudi na monokristalih zlitine Fe-Sb¹⁶. Zato smo na neorientirani elektro pločevini z metodo jedkalnih figur določili zrna z orientacijo (100) in (111) ter raziskali odvisnost površinske segregacije antimona od kristalografske orientacije zrn.

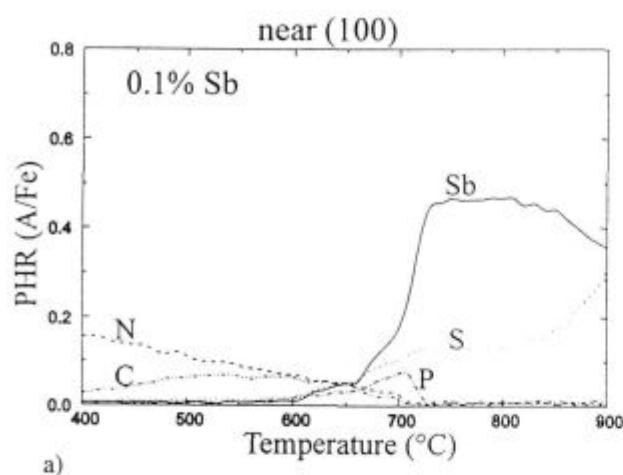
Na sliki 4 je prikazana temperaturna odvisnost površinske segregacije antimona a) na zrnju z orientacijo (100) in b) na zrnju z orientacijo (111). Površino vzorca, ki je bil legiran z 0.1% Sb, smo pred segrevanjem očistili z jedkanjem z Ar^+ ioni in nato "in situ" žarili v analizni komori Augerjevega spektrometra. Temperaturo smo zviševali po 50°C v 20 minutnih presledkih. Antimon je pričel segregirati z zaznavno hitrostjo pri temperaturi 600°C in je z naraščajočo temperaturo naraščal; pri temperaturah $T > 800^\circ C$, segregacija antimona pojema. Iz slike 4 je razvidno, da je stopnja površinske segregacije antimona (PHR) na zrnju s kristalografsko orientacijo (111) enaka 0.65, na zrnju z orientacijo (100) pa le 0.45.

Vzrok za nižjo stopnjo površinske segregacije antimona pri temperaturah $T > 800^\circ C$ smo podrobno opisali že v naših prejšnjih objavah^{10-12,14}. Z metodo TDS smo ugotovili, da pri $T > 800^\circ C$ prične Sb desegregirati oziroma odparevati zaradi visokega parnega tlaka, poleg tega pa se pri teh temperaturah prične pojav "borbe za prosta mesta na površini" in izpraznjena mesta, ki jih je prej zasedal antimon, zasede žveplo^{7,16,17,21-23}.

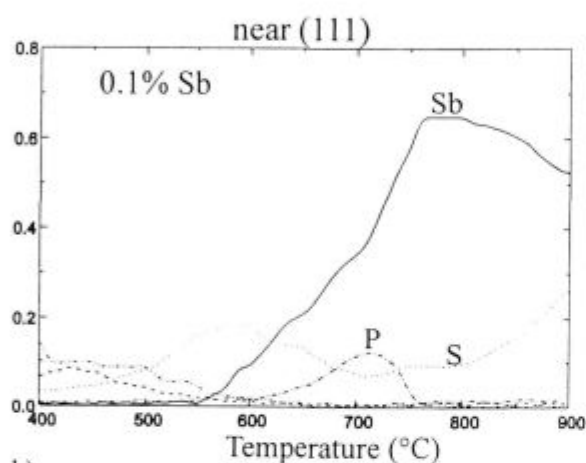


Slika 3: AES spekter neorientirane elektro pločevine, legirane z 0.05% Sb pred žarjenjem in AES spekter maksimalne ravnotežne površinske segregacije Sb po 15 minutah žarjenja na temperaturi 700°C

Figure 3: AES spectrum of maximum equilibrium antimony surface segregation on the steel with 0.05% Sb, obtained after 15 minutes of annealing at 700°C



a)



b)

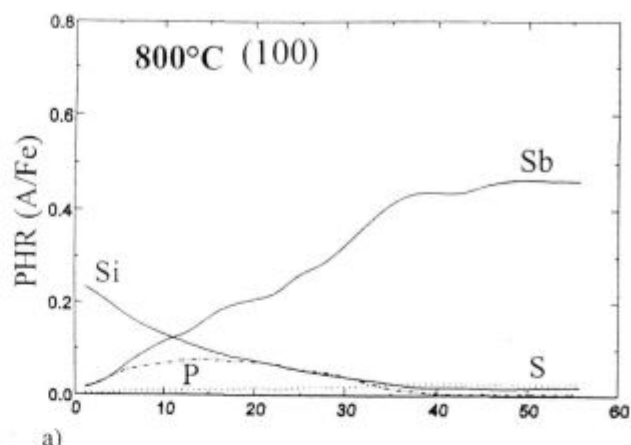
Slika 4: Temperaturna odvisnost površinske segregacije antimona za jeklo z 0.1% Sb a) na zrnju z orientacijo (100), b) na zrnju z orientacijo (111)

Figure 4: Temperature dependence of surface segregation on steel alloyed with 0.1% Sb, on a) (100) oriented grain and b) (111) oriented grain

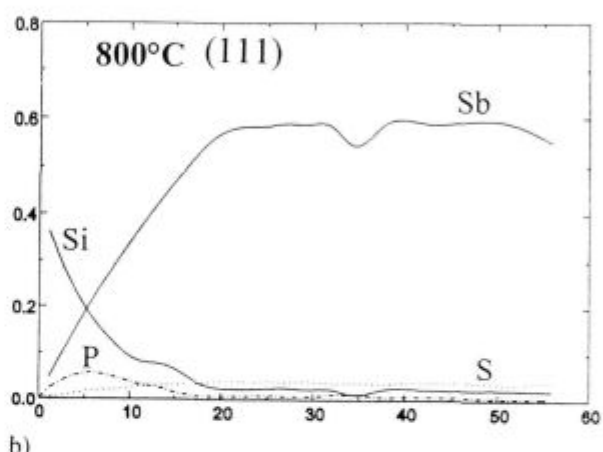
Kinetiko segregacije smo določili na zrnih z orientacijo (100) in (111) pri konstantnih temperaturah 800°C, prikazana na **sliki 5** ter pri 850°C na **sliki 6**.

Na **sliki 5** je prikazana kinetika površinske segregacije antimona pri temperaturi 800°C v odvisnosti od časa žarjenja a) za zrnjo z orientacijo (100) in b) za zrnjo z orientacijo (111). Stopnja segregacije, ki jo ocenjujemo z razmerjem višine vrhov (PHR) na zrnju z orientacijo (111) je 0.6, na zrnju (100) pa je PHR enak 0.45. Podobne rezultate dobimo tudi pri temperaturi žarjenja 850°C, prikazanih na **sliki 6**.

Dobljeni rezultati se skladajo z literaturnimi podatki raziskav kinetike površinske segregacije Sb na monokristalu Fe-4ut.% Sb¹⁷ in lahko zaključimo, da je maksimalna segregacija antimona na zrnih z gostozloženo atomsko ravnino (111). Rezultati LEED raziskav so pokazali, da je struktura segregiranega Sb na površini zrn



a)



b)

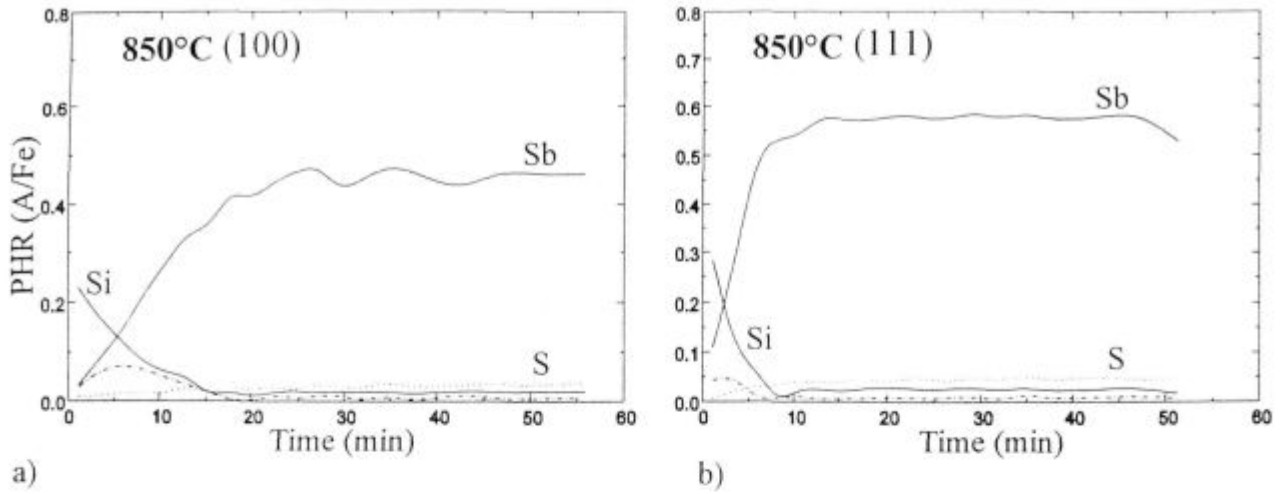
Slika 5: Kinetika segregacije Sb na površini neorientirane elektro pločevine, legirane z 0.1% Sb izmerjena pri 800°C a) na zrnju z orientacijo (100) in b) na zrnju z orientacijo (111)

Figure 5: Antimony surface segregation kinetics of steel with 0.1% Sb, measured at 800°C, a) on a grain with (100) crystallographic orientation; b) on a grain with (111) crystallographic orientation

z orientacijo (100) c) (2x2) debeline 0.5 monoplasti, ter p) (1x1) na zrnih orientacije (111) debeline 1 monoplasti¹⁶.

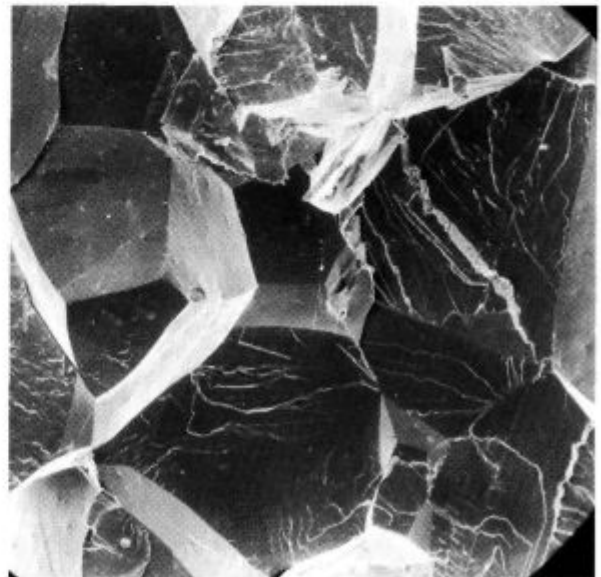
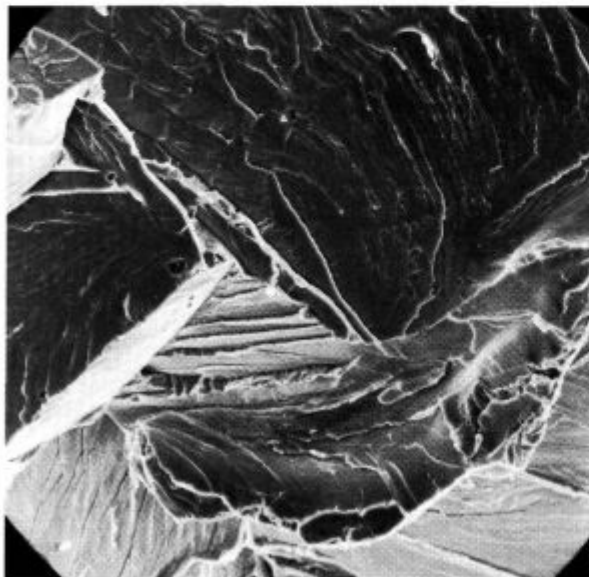
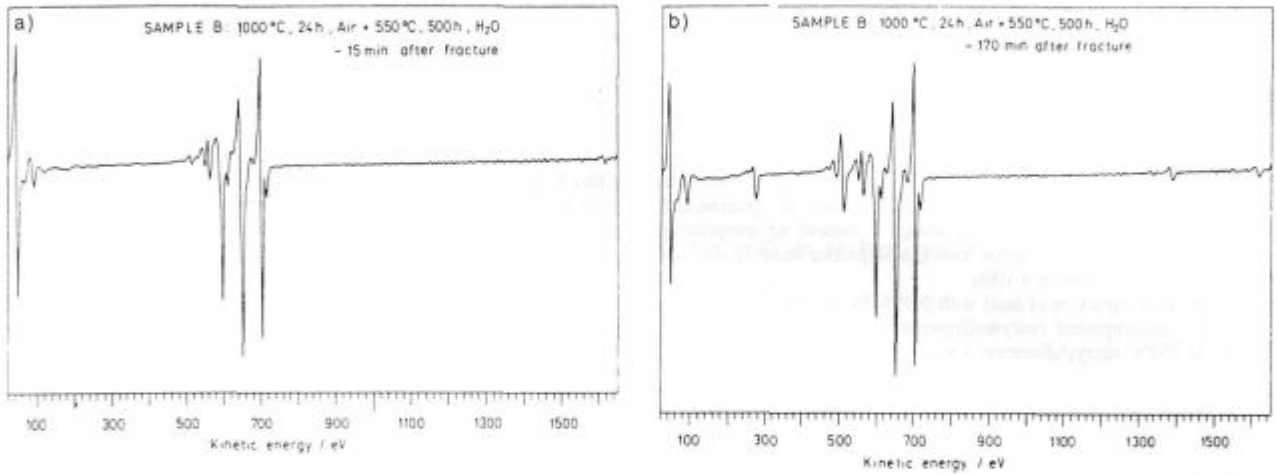
Segregacijo antimona po mejah zrn smo raziskali z metodo AES v obeh jeklih, legiranih z antimonom, ki so bila starana 200 in 500 ur v vakuumu pri tlaku 10⁻⁶ mbar na temperaturi 550°C. Prelomne ploskve so bile večinoma transkristalnega tipa, le nekaj je bilo interkristalnih. V obeh preiskovanih jeklih antimona na mejah zrn nismo izmerili, pač pa v zanemarljivo majhnih količinah ogljik, aluminij in silicij. Antimon, ki segregira na kristalne meje izpodrine ogljik, ki preprečuje krhkost materiala, kar je tudi vzrok za pretežno transkristalen prelom^{22,23}. Na **sliki 7** je prikazan AES spekter posnet na a) transkristalni ploskvi in b) na interkristalni ploskvi preloma.

Rekristalizacijo neorientirane elektro pločevine legirane z 0.05% Sb in primerjalne pločevine, enake kemijske sestave le brez Sb, smo raziskali v temperaturnem



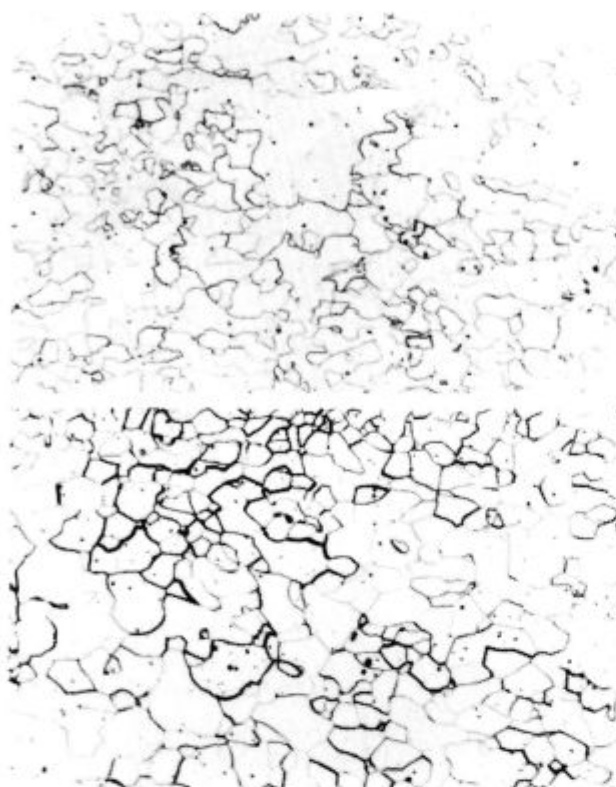
Slika 6: Kinetika segregacije Sb na površini neorientirane elektro pločvine, legirane z 0.1% Sb izmerjena pri 850°C a) na zrnju z orientacijo (100) in b) na zrnju z orientacijo (111)

Figure 6: Antimony surface segregation kinetics of steel with 0.1% Sb, measured at 850°C, a) on a grain with (100) crystallographic orientation; b) on a grain with (111) crystallographic orientation



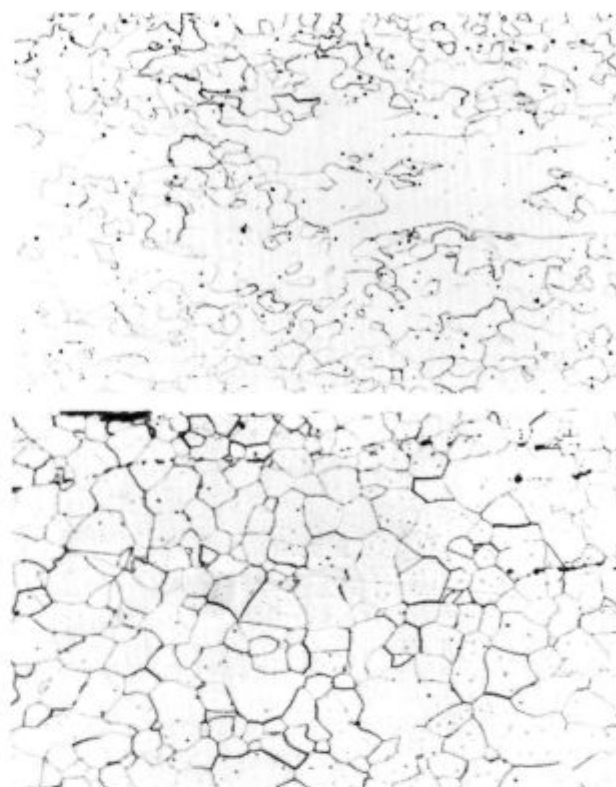
Slika 7: a) AES spekter posnet na transkristalni ploskvi preloma silicijevega jekla legiranega z 0.1% Sb in SEM posnetek preloma; b) AES spekter posnet na interkristalni ploskvi preloma silicijevega jekla legiranega z 0.1% Sb in SEM posnetek preloma

Figure 7: AES spectra taken on a) a transgranular facet and SEM image of fractured sample and b) an intergranular facet of non oriented silicon steel with 0.1% Sb and SEM image of fractured sample



Slika 8: Mikrostruktura jekla z 0.05% Sb: a) žarjenega 1 minuto na temperaturi 700°C, je iz rekristaliziranih zrn in posameznih nerekrystaliziranih področij, b) žarjenega 1 minuto na temperaturi 750°C, rekristalizacija je v celoti končana in poteka samo še rast zrn, jedkano z nitalom, povečava 100x

Figure 8: Microstructure of steel with 0.05% Sb: a) annealed 1 minute at 700°C, uncompleted recrystallization was found, a) annealed 1 minute at 750°C recrystallization was complete



Slika 9: Mikrostruktura jekla brez Sb a) po 1 minuti žarjenja na 700°C je iz rekristaliziranih zrn in posameznih nerekrystaliziranih področij, b) po 10 minutah žarjenja na 750°C je rekristalizacija končana, jedkano z nitalom, povečava 100x

Figure 9: Microstructure of comparative steel: a) annealed 1 minute at 700°C, uncompleted recrystallization was found, a) only at 10 minutes of the annealing at 750°C recrystallization was complete

področju od 550 do 900°C, časi žarjenja pa so bili od 1 do 60 minut, kar podrobneje opisujemo v članku²⁴. Vzorci so bili predhodno razogljiveni, vsebnost ogljika je bila 20 ppm. Določili smo velikost rekristaliziranih zrn v odvisnosti od temperature in časa žarjenja. Pri jeklu, ki je bilo legirano z antimonom, je mikrostruktura po kratkih časih žarjenja 1-5 minut pri temperaturah 700 in 750°C iz rekristaliziranih zrn in nerekrystaliziranih področij (slika 8a), medtem, ko je pri temperaturah $T > 750^{\circ}\text{C}$ tudi po kratkih časih v celoti končana (slika 8b) in poteka le še rast zrn. Pri primerjalnem jeklu poteka proces rekristalizacije počasneje, saj je mikrostruktura pri vseh temperaturah žarjenja od 700 do 800°C in časih 1 in 2 minuti iz rekristaliziranih zrn in posameznih nerekrystaliziranih področij. Rekristalizacija je končana pri vseh temperaturah od 700 do 800°C šele po 10 minutah, slika 9.

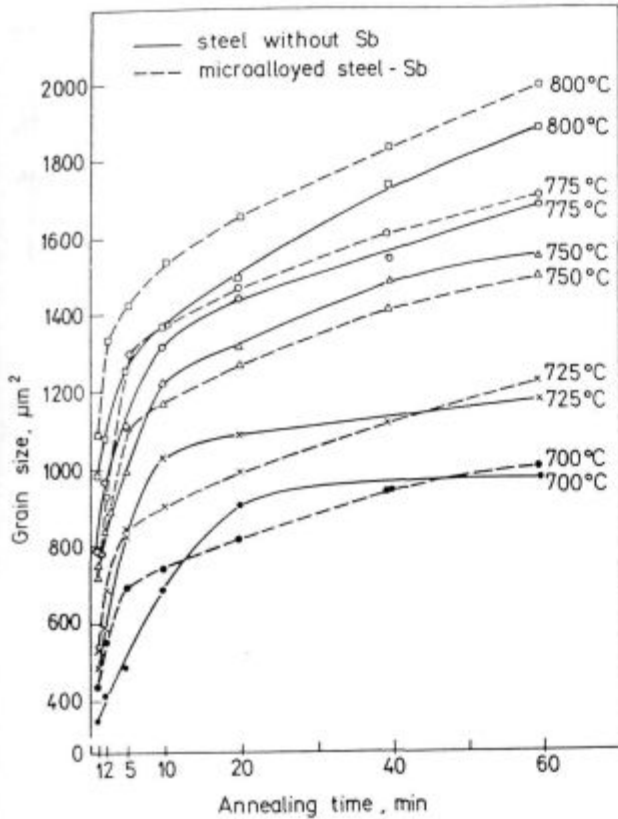
Na sliki 10 je prikazana velikost zrn v odvisnosti od temperature pri različnih časih žarjenja od 1 do 60 minut za obe preiskovani jekli. Iz slike je razvidno, da antimon vpliva na rast rekristaliziranih zrn. Pri temperaturah, ko je bila rekristalizacija končana $T > 750^{\circ}\text{C}$, so bila zrna v

jeklu legiranem z antimonom večja kot v primerjalnem jeklu.

Površinska segregacija antimona v jeklu legiranim z 0.05% Sb selektivno vpliva na rast zrn s kristalografsko orientacijo (100) tako, da le-ta rastejo na račun ostalih drugače orientiranih (111) in (110) zrn. Pojav selektivne površinske segregacije antimona vodi do zmanjšanja števila zrn z magnetno trdo (111) in srednjo (110) smerjo. Število zrn z orientacijo (100) v ravnini pločevine se ne spremeni, pač pa se poveča njihova velikost na račun ostalih drugače orientiranih zrn.

Pri jeklu legiranem z 0.1% Sb se površinska energija vseh zrn z različnimi kristalografskimi orientacijami v ravnini pločevine zniža, zato nismo opazili preferenčne rasti zrn.

Kristalografska orientacija zrn v jeklih legiranih z 0.05% Sb in 0.1% Sb ter v primerjalnem jeklu je bila določena z rentgenskim difraktometrom. Polove figure kažejo, da je bilo v jeklu z 0.05% Sb število zrn z orientacijo (100) v ravnini pločevine povečano. Na sliki 11 so prikazane polove figure (200) za jeklo legirano z 0.05% Sb.



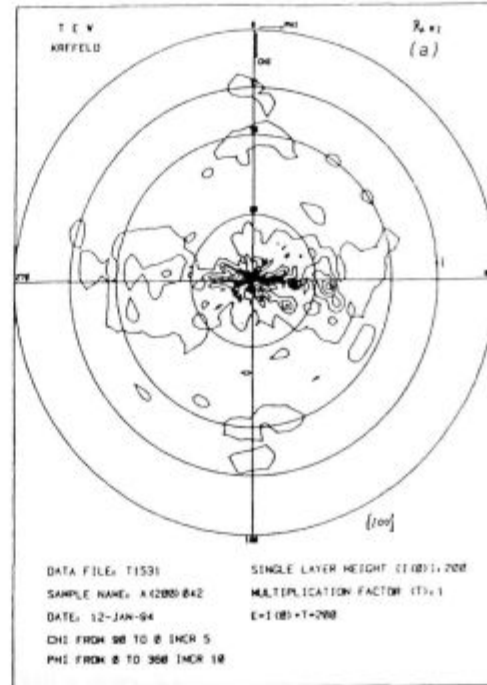
Slika 10: Velikost zrn v odvisnosti od temperature in časa žarjenja za jeklo legirano z antimonom in primerjalnim jeklom
Figure 10: The dependence of grain size on the annealing time for steel with 0.05% Sb and comparative steel

4 Zaključki

Z raziskavami površinske segregacije antimona na zrnih z orientacijo (100)[001] in (111)[001] in študijem kinetike ravnovesne segregacije smo dokazali, da je stopnja površinske segregacije antimona odvisna od kristalografske orientacije zrn v ravnini neorientirane elektro pločevine. Maksimalno segregacijo antimona, 0.6 monoplasi^{12,14}, smo izmerili na zrnih s kristalografsko orientacijo (111).

Dokazali smo selektivnost površinske segregacije antimona na površini neorientirane elektro pločevine, legirane z 0.05 ut.% Sb. Antimon segregira na površino neorientirane elektro pločevine in zniža površinsko energijo zrn s kristalografsko orientacijo (100), ki rastejo na račun zrn z drugačno (110) in (111) kristalografsko orientacijo. Pri prebitku površinske segregacije Sb se površinska energija vseh zrn zniža, vsa zrna rastejo, vendar preferenčne rasti zrn z orientacijo (100) v jeklu legiranem z 0.1ut.% Sb ni.

Dokazali smo, da je v preiskovanih jeklih segregacija antimona po mejah zrn zanemarljivo majhna. Na rekristalizacijo in oblikovanje teksture, pri tem mislimo na povečanje števila zrn s kubično teksturo (100)[001] selektivno vpliva površinska segregacija antimona, kar v



Slika 11: Polove figure (200) za jeklo z 0.05% Sb
Figure 11: Pole figures of 0.05% Sb steel. Small share of grains with texture (100)[001] was obtained

praksi vodi do znižanja vatnih izgub neorientirane elektro pločevine.

Zahvala

Delo je finančno podprlo Ministrstvo za znanost in tehnologijo v okviru temeljnega projekta J2-7228.

5 Literatura

- F. E. Luborsky, J. D. Livingston, G. Y. Chin, Magnetic properties of Metals and Alloys, v knjigi: R. W. Chan in P. Haasen, Eds., *Physical Metallurgy*, North Holland, Amsterdam 1996, 2501-2565
- G. Lyudkovski, P. K. Rastogi, *Metall. Trans. A*, 15A, 1984, 257
- H. Shimanaka, T. Irie, K. Matsumura and K. Nakamura, *J. Magn. Magn. Mat.*, 19, 1980, 63
- P. Marko, A. Šolyom, V. Frič, *J. Magn. Magn. Mat.*, 41, 1984
- F. Vodopivec, F. Marinšek, D. Gnidovec, B. Praček, M. Jenko, *J. Magn. Magn. Mat.*, 97, 1991, 281
- F. Kovač, Š. Nižnik, *Metallography* 95, Proceedings, Slovakia, April 1995, Paper 14, p. 84-87
- H. J. Grabke, *Iron and Steels*, ISIJ int. 35, 1995, 2, 95-113
- M. Jenko, F. Vodopivec, B. Praček, *App. Surf. Sci.*, 70/71, 1993, 118
- M. Jenko, F. Vodopivec, B. Praček, M. Godec and D. Steiner, *J. Mag. Mag. Mat.*, 133, 1994, 229
- M. Jenko, F. Vodopivec, H. J. Grabke, H. Viehhaus, B. Praček, M. Lucas, M. Godec, *Steel research*, 65, 1994, 11, 500
- M. Jenko, H. Viehhaus, M. Lucas, F. Vodopivec, M. Godec, D. Steiner Petrovič, *Metals, Alloys, Technologies*, 28, 1994, 4, 561-565
- M. Jenko, F. Vodopivec, H. Viehhaus, M. Godec, D. Steiner Petrovič, *Journal de Physique IV, Colloque C7*, 5, novembre 1995, C7-225-231
- D. Steiner Petrovič, F. Vodopivec, M. Jenko, *Journal de Physique IV, Colloque C7*, 5, novembre 1995, C7-255-258
- M. Jenko, F. Vodopivec, H. Viehhaus, M. Milun, T. Valla, M. Godec, D. Steiner Petrovič, *Fizika A4*, 1995, 3, 91-98

- ¹⁵ P. Ševc, J. Janovec, M. Lucas, H. J. Grabke, *Steel research*, 66, 1995, 12, 537-542
- ¹⁶ V. Rusenberg, H. Viehhaus, *Surf. Sci.*, 172, 1986, 615
- ¹⁷ H. Viehhaus, *Analytica Chimica Acta*, 297, 1994, 43-53
- ¹⁸ C. Lea, M. P. Seah, *Phil. Mag.*, 35, 1977, 213
- ¹⁹ M. Wutz, H. Adam, W. Wachler, *Theory and Practice of Vacuum technology*, Friedr. Vieweg & Sohn, Braunschweig 1989
- ²⁰ E. D. Hondros, M. P. Seah, S. Hofman, P. Lejček, Interfacial and surface microchemistry, v knjigi: R. W. Chan in P. Haasen, Eds., *Physical Metallurgy*, North Holland, Amsterdam 1996; 1201-1289
- ²¹ H. J. Grabke, *Kovine, zlitine, tehnologije*, 1/2, 1993, 9
- ²² H. J. Grabke, *Kovine, zlitine, tehnologije*, 1996, 6 (v tisku)
- ²³ R. Mast, H. Viehhaus, H. J. Grabke, *Kovine, zlitine, tehnologije*, 1996, 6 (v tisku)
- ²⁴ F. Vodopivec, M. Jenko, D. Steiner Petrovič, B. Breskvar, F. Marinšek, *Steel research*, 67, 1996, 3 (v tisku)

Razvoj biokompatibilnih implantatov

Development of Biocompatible Implants

M. Torkar¹, L. Vehovar, IMT Ljubljana
M. Leban, ZRMK, Ljubljana
B. Rjazancev, Bolnišnica Jesenice

Prejem rokopisa - received: 1996-10-04; sprejem za objavo - accepted for publication: 1996-10-15

Podana so izhodišča, katerim mora ustrezati nerjavno jeklo, da je zagotovljena biokompatibilnost. Z različnimi korozijskimi metodami je bila izvršena primerjava korozijske odpornosti jekla AISI 316L, dveh nerjavnih jekel s sestavo blizu AISI 316L in zlitine Ti6Al4V. Z utopnim kovanjem so bila izdelana stebila za nadaljnje preizkušanje.

Ključne besede: nerjavno jeklo, biokompatibilnost, korozijski preizkusi, implantat

The demands for the biocompatibility of stainless steel are shown. Corrosion resistance of AISI 316L stainless steels was compared with two stainless steels with composition near AISI 316L as well as Ti6Al4V alloy. The test samples of joint prostheses were die forged for further tests.

Key words: stainless steel, biocompatibility, corrosion test, implant

1 Uvod

Biokompatibilni materiali pridobivajo na svojem pomenu, saj je z razvojem ortopedije vse več implantatov, ki jih vgrajujejo v človeško telo¹.

Telesna tekočina predstavlja agresiven korodirni medij. Kovinski ioni, ki migrirajo po tkivu, lahko povzročijo vnetja, zato je potrebno njihovo koncentracijo v telesu močno zmanjšati. To je mogoče z izboljšanjem korozijske odpornosti nerjavnih jekel ali z uporabo drugih zlitin ter keramike.

Za implantate se največ uporablja avstenitno nerjavno jeklo AISI 316 L, ki je legirano z 2 do 3% Mo, kar poveča odpornost proti kloridnim ionom, za izboljšanje mehanskih lastnosti pa se uveljavlja tudi legiranje z dušikom^{2,3}. Pomembni postajajo tudi različni postopki za utrjevanje površine implantatov, eden od takih je na primer ionsko nitriranje^{4,5}.

Namen raziskave je bil korozijski preizkus nerjavnih jekel in titanove zlitine. S preizkusi naj bi ugotovili, kako razlike v mikrostrukturi vplivajo na njihove korozijske lastnosti v mediju, ki je blizu razmeram v človeškem telesu.

Iz preiskovanega materiala so bili izdelani z utopnim kovanjem izkovki (slika 1) za nadaljnje preiskave.

Jeklo je bilo nato prekovan v palice, iz njih pa so bili v utopu kovani izkovki stebel in krogel za femoralne glave.

Nekatere vzorce smo tudi ionsko nitrirali v pulzirajoči plazmi.

Izvršene so bile metalografske preiskave in opravljeni različni korozijski preizkusi, s katerimi smo preve-



Slika 1: Neobdelan in delno obdelan izkovek
Figure 1: Wrought and rough-machined forging

2 Eksperimentalni del

Industrijsko jeklo AISI 316L smo primerjali z jekli podobne sestave, izdelanimi v 20 kg indukcijski peči in s tako sestavo, da je bila vrednost pitting corrosion indeksa $PI \geq 26$. To naj bi zagotavljalo odpornost proti točkasti koroziji v kloridnem mediju.

¹ Dr. Matjaž TORKAR
Inštitut za kovinske materiale in tehnologije
1000 Ljubljana, Lepi pot 11

Tabela 1: Kemična sestava preiskovanih jekel**Table 1:** Chemical composition of steel

| Material | Kemična sestava (%) | | | | | | | | | |
|-----------|---------------------|------|------|-------|-------|------|------|------|-------|-------|
| | C | Si | Mn | P | S | Cr | Ni | Mo | N | Nb |
| AISI 316L | 0,034 | 0,39 | 1,24 | 0,036 | 0,021 | 17,1 | 10,4 | 2,27 | - | - |
| BIO-2 | 0,008 | 0,34 | 1,74 | 0,024 | 0,006 | 18,5 | 15,6 | 3,24 | 0,168 | 0,043 |
| BIO-4 | 0,028 | 0,42 | 1,81 | 0,032 | 0,004 | 17,5 | 14,3 | 3,07 | - | 0,047 |

rili občutljivost jekla na jamičasto in špranjsko korozijo, skladno z zahtevami standarda ASTM F746-87.

Korozijske preiskave so bile izvršene na pasiviranih in nepasiviranih vzorcih. Pasivacijo v 30% HNO₃, segreti na 50°C, priporočajo proizvajalci implantatov. Preiskave so bile narejene pri temperaturi 37°C v Hanksovi raztopini, ki je po svojih lastnostih še najbližja tekočini v človeškem telesu.

Za primerjavo so bile izvršene preiskave tudi na titanovi zlitini Ti6Al4V.

3 Rezultati

V raziskavi smo uporabili jekla s sestavo, ki je prikazana v **Tabeli 1**.

Optična mikroskopija je pokazala, da je osnovna mikrostruktura nerjavnega jekla AISI 316L avstenitna z 3-4% δ ferita, v gašenem stanju pa je delež δ ferita okrog 1%.

Nerjavno jeklo BIO-2 ima avstenitno mikrostrukturo, podobno je tudi pri jeklu BIO-4, ki ima v avstenitni osnovi še okoli 3% ferita δ.

Rezultati korozijskih preiskav nepasiviranih, pasiviranih in nitriranih vzorcev so podani v **Tabeli 2 in 3**.

Vse zlitine, z izjemo nitriranih, se v Hanksovem mediju pasivirajo. Predhodno pasivirano stanje dviguje potencial zlitin v pasivno - žlahtnejše področje, zato so porušitveni (E_p) ali korozijski (E_{kor}) potenciali višji in so zato korozijske hitrosti, ki so prikazane v **Tabeli 3** izjemno nizke. Gašenje materiala ugodno vpliva na korozijsko odpornost.

BIO-2 in BIO-4 imata boljšo korozijsko odpornost kot AISI 316L, kar je razumljivo, saj ima AISI 316L nižji delež kroma in niklja, ki sta odločujoča pri tvorbi pasivnosti.

Nitrirana površina ne omogoča pasivacije, vendar pa so korozijski tokovi razmeroma majhni, tako da lahko presodimo, da so korozijske hitrosti reda velikosti nekaj stotink milimetra na leto. Izkazalo se je, da prisotnost ferita δ v jeklu pomeni inicialna mesta za korozijo.

Špranjsko in jamičasto korozijo materialov smo izvajali v 0,9% raztopini NaCl pri temperaturi 37°C in po iniciaciji jamic pri potencialu 800 mV.

Popolno odpornost proti jamičasti in špranjski koroziji ima zlitina Ti6Al4V. Primerjava BIO-2 in BIO-4 pokaže, da je pri BIO-2 manj napadenih mest, vendar so ta izrazitejša. Podobno je z jamicami. Nekoliko slabše se pri obeh testih vede jeklo AISI 316L.

Tabela 2: Porušitveni potencial (E_p) in korozijski potencial (E_{kor}) za nepasivirane vzorce, izpostavljene v Hanksovem mediju, pH 7,0, pri temperaturi 37°C

Table 2: Pitting potential (E_p) and corrosion potential (E_{kor}) of nonpassivated samples in Hank's medium, pH 7.0 at 37°C

| Material | E_p (mV) nepasivirano | E_{kor} (mV) nepasivirano |
|------------------|----------------------------|--------------------------------|
| AISI 316L | 137 | -271 |
| AISI 316L gašeno | 176 | -262 |
| BIO-2 | 283 | -244 |
| BIO-4 | 330 | -238 |
| BIO-4 nit.(36h) | - | -254 |
| BIO-4 nit.(3h) | - | -267 |
| Ti6Al4V | 1170 | -515 |

Kritični potencial jamičenja je tisti, pod katerim je repasivacija jamic še možna, nad njim pa jamičasta korozija napreduje.

Pri raziskavah ciklične polarizacije se je pokazala velika selektivnost te metode. Med pasiviranimi materiali kaže največjo sposobnost repasivacije BIO-2, ki tvori stabilne pasivne plasti. To pomeni, da obstaja majhna možnost za nastajanje jamičaste korozije na mestih, kjer je pasivna plast poškodovana. Slabše vedenje BIO-4 je predvsem posledica prisotnosti ferita δ. V njegovi okolici je delno osiromašena matrica s kromom, ki je glavni nosilec pasivnosti.

Tabela 3: Porušitveni potencial (E_p) in korozijski potencial (E_{kor}) za pasivirane vzorce, izpostavljene v Hanksovem mediju, s pH 7,0, pri temperaturi 37°C

Table 3: Pitting potential (E_p) and corrosion potential (E_{kor}) of passivated samples in Hank's medium, pH 7.0 at 37°C

| Material | E_p (mV) pasivirano | E_{kor} (mV) pasivirano |
|------------------|--------------------------|------------------------------|
| AISI 316L | 423 | -177 |
| AISI 316L gašeno | 895 | -166 |
| BIO-2 | 966 | -212 |
| BIO-4 | 1007 | -136 |
| BIO-4 nit.(36h) | - | - |
| BIO-4 nit.(3h) | - | - |
| Ti6Al4V | 1110 | -212 |

Tabela 4: Korozijske hitrosti predhodno pasiviranih vzorcev

Table 4: Corrosion rate of passivated samples

| Material | Medij | Korozijska hitrost (mm/leto) |
|-----------------|--------|---------------------------------|
| AISI 316L | Hank's | 0,000888 |
| AISI 316L gašen | Hank's | 0,000569 |
| BIO-2 | Hank's | 0,000591 |
| BIO-4 | Hank's | 0,000406 |
| Ti6Al4V | Hank's | 0,000523 |

Preiskava odpornosti materialov proti interkristalni koroziji z metodo anodne reaktivacijske polarizacije je pokazala, da so vsi preiskovani materiali odporni proti interkristalni koroziji.

Tabela 5: Kritični potencial jamičenja (E_{krit}) za preiskovane materiale
Table 5: Critical pitting potential (E_{crit}) of test materials

| Material | E_{krit} (mV) |
|------------------|-----------------|
| AISI 316L | -25 |
| AISI 316L gašeno | -50 |
| BIO-2 | 100 |
| BIO-4 | 100 |
| Ti6Al4V | odporen |

4 Sklepi

Raziskava je pokazala, da imata jekli BIO-2 in BIO-4 boljšo korozijsko odpornost kot AISI 316L, kar je posledica višje vsebnosti kroma in niklja, ki sta odločujoča pri tvorbi pasivnosti.

Korozijski preizkusi na ionsko nitriranih vzorcih so pokazali, da nitrirana površina ne omogoča pasivacije. Prisotnost ferita δ v jeklu pomeni inicialna mesta za jamičasto korozijo.

Preizkus špranjske in jamičaste korozije materialov je pokazal popolno odpornost zlitine Ti6Al4V. Pri BIO-2 je

manj napadenih mest kot pri BIO-4, vendar so ta izrazitejša. Podobno je z jamicami. Nekoliko slabše se vede jeklo AISI 316L.

Pri ciklični polarizaciji se slabše vede BIO-4, kar je posledica prisotnosti ferita δ in osiromašenja njegove okolice s kromom, ki je nosilec pasivnosti.

Anodna polarizacija je potrdila, da so vsi preiskovani materiali odporni proti interkristalni koroziji.

Zahvala

Zahvaljujem se Ministrstvu za znanost in tehnologijo Republike Slovenije za sofinanciranje te raziskave.

5 Literatura

- ¹ D. F. Williams: *Advanced applications for materials implanted within the human body*, *Material Science and Technology*, 3, 1987, 797-806
- ² P. Müller, C. Rodig: Aushärtungsverhalten von kalt umgeformtem Implantatstahl X2CrNiMoN18.12, *Neue Hütte*, 34, 1989, 378-381
- ³ P. Pant, P. Dahlman, W. Schlump, G. Stein: A new nitrogen alloying technique - a way to distinctly improve the properties of austenitic steel, *Steel research*, 58, 1987, 18-25
- ⁴ M. Torkar, V. Leskovšek, B. Rjazancev: Pulsed plasma nitriding of stainless steel, *Kovine, zlitine, tehnologije*, 29, 1995, 3-4, 413-416
- ⁵ M. Torkar, V. Leskovšek: Nitriding of steel for medical implants in pulsed plasma, *11th European Conference on Biomaterials*, 10.-14. sept. 1994, Pisa, Italija, Abstracts Last minute posters, LM 17, 38



IZDELUJE:

- nerjavna jekla
- jeklo za elektro pločevino
- nelegirana in legirana jekla
 - za poboljšanje
 - za cementacijo
- nelegirana, mikro in malolegirana konstrukcijska jekla

- toplo valjane pločevine, trakove in lamele
- hladno valjane pločevine, široke in vzdolžno razrezane trakove
- hladno oblikovane profile
- kovinske podboje za vrata
- izsekance
- varnostne ograje

**ELEKTRO PLOČEVINE
IN TRAKOVI**

**NERJAVNA
JEKLA**

**MIKROLEGIRANA
JEKLA**

**VISOKO OGLJIČNA
JEKLA za poboljšanje**

NUDIMO TUDI STORITVE:

- prevaljanje
- izsekovanje (štancanje)
- krojenje
- ravnanje
- toplotne obdelave pločevin



Vpliv kemijske sestave jekel na lasersko toplotno obdelavo

Influence of Steel Chemical Composition on the Laser Heat Treatment

S. Spruk¹, ITPO Ljubljana
A. Rodič, IMT, Ljubljana

Prejem rokopisa - received: 1996-10-04; sprejem za objavo - accepted for publication: 1996-10-22

Pri laserski toplotni obdelavi dosežemo visoke temperature v izredno kratkem času. Karakteristične temperature premen pri jeklih so odvisne od kemijske sestave, hitrosti ogrevanja ter hitrosti ohlajanja. Študirali smo vpliv parametrov toplotne obdelave in kemijske sestave jekel na mikrostrukturo in trdoto jekel po laserski toplotni obdelavi. Za preiskave smo uporabili tri različna jekla: nizkoogljikovo ogljikovo jeklo CK 15, srednjeogljikovo ogljikovo jeklo CK 45 in orodno visokoogljikovo kromovo jeklo OCR 12. Ta jekla imajo različna temperaturna območja premen α v γ ter različna območja raztaljevanja. Za poskuse smo uporabili laserski varilnik Nd-steklo z močjo 150 W.

Ključne besede: laser, toplotna obdelava, kemijska sestava, mikrostruktura, jeklo

At the laser heat treatment high temperatures are attained in a very short time. Characteristic temperatures of steel transformation are dependent on chemical composition, heating and cooling processes. The influence of heat treatment parameters and chemical composition of steels on microstructure and steel hardness, after laser heat treatment was studied. Three different steels were applied for the investigation: low carbon steel CK 15, medium carbon steel CK 45, and high carbon tool steel OCR 12. The steels have different transformation temperatures of α to γ and different melting range. The Nd-glass laser was applied for the investigation.

Key words: laser, heat treatment, chemical composition, microstructure, steel

1 Uvod

V zadnjih desetletjih se pri izdelavi orodnih jekel posveča posebno pozornost izotropnosti materiala, zato so se v svetu uveljavili postopki, ki zagotavljajo večjo homogenost oz. izotropnost jekel. To so postopki prašnate metalurgije, postopek EPŽ (električno pretaljevanje pod žlindro) in postopki termične obdelave, ki z difuzijo povečajo izotropnost materiala. Ena takih metod je toplotna obdelava z laserskim žarkom. Laserska tehnologija ima pred dosedaj poznanimi konvencionalnimi tehnologijami številne prednosti, zato je vedno bolj zastopana v praksi¹⁻⁵. Predvsem je zanimiva laserska toplotna obdelava jekel zaradi dobre kombinacije žilavega jedra in trde finostrukturne površinske plasti, ki poveča obrabno odpornost materiala. Pri laserski toplotni obdelavi namreč nastane sprememba mikrostrukture na površini vzorca, ki ga obdelujemo. Pri ledeburitnem tipu jekel s to vrsto toplotne obdelave lahko spremenimo velikost in razporeditev karbidov. Trenutno laserski varilniki še niso posebno uporabni v primerih, ko želimo doseči večje globine površinsko obdelane plasti. Globine, ki jih lahko dosežemo z lasersko toplotno obdelavo, so reda velikosti od nekaj μm do približno 1 mm.

Mikrostruktura utrjene plasti je odvisna od temperaturnega gradienta, določenega z gostoto moči na enoto površine in toplotnimi lastnostmi materiala, ki ga obdelujemo. Prav tako je odvisna tudi od hitrosti segrevanja

in ohlajanja, kontroliranega z interakcijskim časom t , ki je funkcija hitrosti pomikanja laserskega žarka ali obdelovanca⁶. Mikrostrukturo lahko spreminjamo od strjevalne kaljene do kaljene iz vmesnega področja med A_{c1} in A_{c3} . V nekaterih primerih ima površinska raztaljena in ponovno strjena plast višjo trdoto kot plast, ležeča pod njo, ki je mehkejša, toplotno vplivano področje⁷. Zadovoljivo toplotno obdelavo površine celega vzorca dobimo s prekrivanjem laserskih sledi.

Cilj našega dela je bil raziskati vpliv različnih parametrov toplotne obdelave ter različne kemijske sestave jekel na mikrostrukturo, trdoto in velikost cone, povzročene z lasersko toplotno obdelavo.

2 Eksperimentalno delo

Za preiskave smo uporabili vzorce nizkoogljikovega ogljikovega jekla CK 15, srednjeogljikovega ogljikovega jekla CK 45 ter orodnega visokoogljikovega kromovega jekla OCR 12. Proizvajalec jekel je Metal Ravne. Kemijska sestava je podana v tabeli 1.

Tabela 1: Kemijska sestava jekel CK 15, CK 45 in OCR 12, vsebnost posameznih elementov je v masnih %

| Jeklo | C (%) | Si (%) | Mn (%) | Cr (%) | S (%) | P (%) |
|--------|-------|--------|--------|--------|-------|-------|
| CK 15 | 0.163 | 0.274 | 0.488 | 0.25 | 0.019 | 0.021 |
| CK 45 | 0.46 | 0.22 | 0.57 | 0.19 | 0.016 | |
| OCR 12 | 2.1 | 0.3 | 0.3 | 12.0 | | |

Proces toplotne obdelave smo izvedli z laserskim varilnikom proizvajalca J. K. Lasers, z lasersko palico Nd-

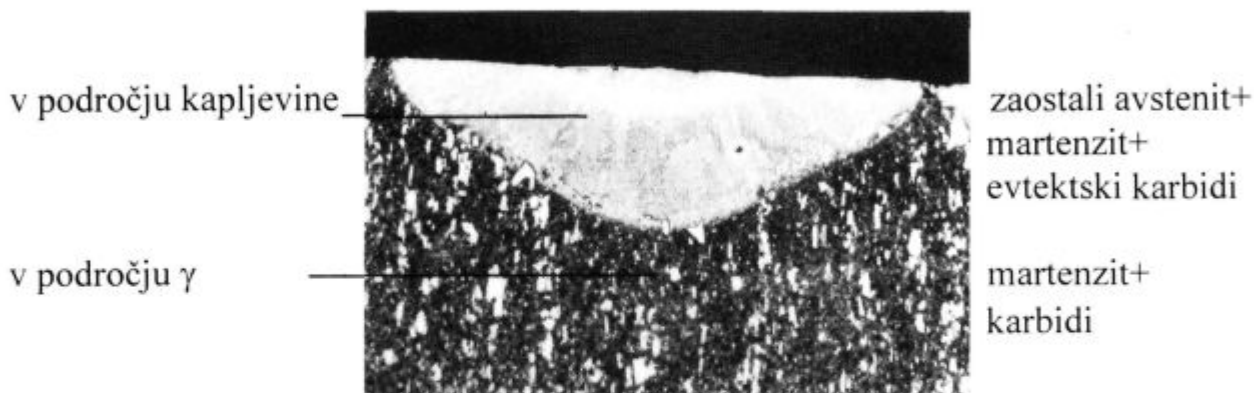
¹ Mag. Sonja SPRUK
Inštitut za tehnologijo površin in optoelektroniko
1000 Ljubljana, Teslova 30

steklo. Vzorce jekel CK 15, CK 45 in OCR 12 smo izpostavili laserskemu žarku s frekvenco 15 Hz, dolžina pulza je bila 15 ms, hitrost pomikanja vzorcev 5 mm/s. Žarišče laserskega žarka se je najprej nahajalo na površini vzorca, nato smo z mikrometrskim vijakom premaknili lečje po optični osi navzdol ter tako prestavili žarišče 5 oz. 7 mm v globino vzorca. S tem smo spremenjali gostoto moči na enoto površine. Po toplotni obde-

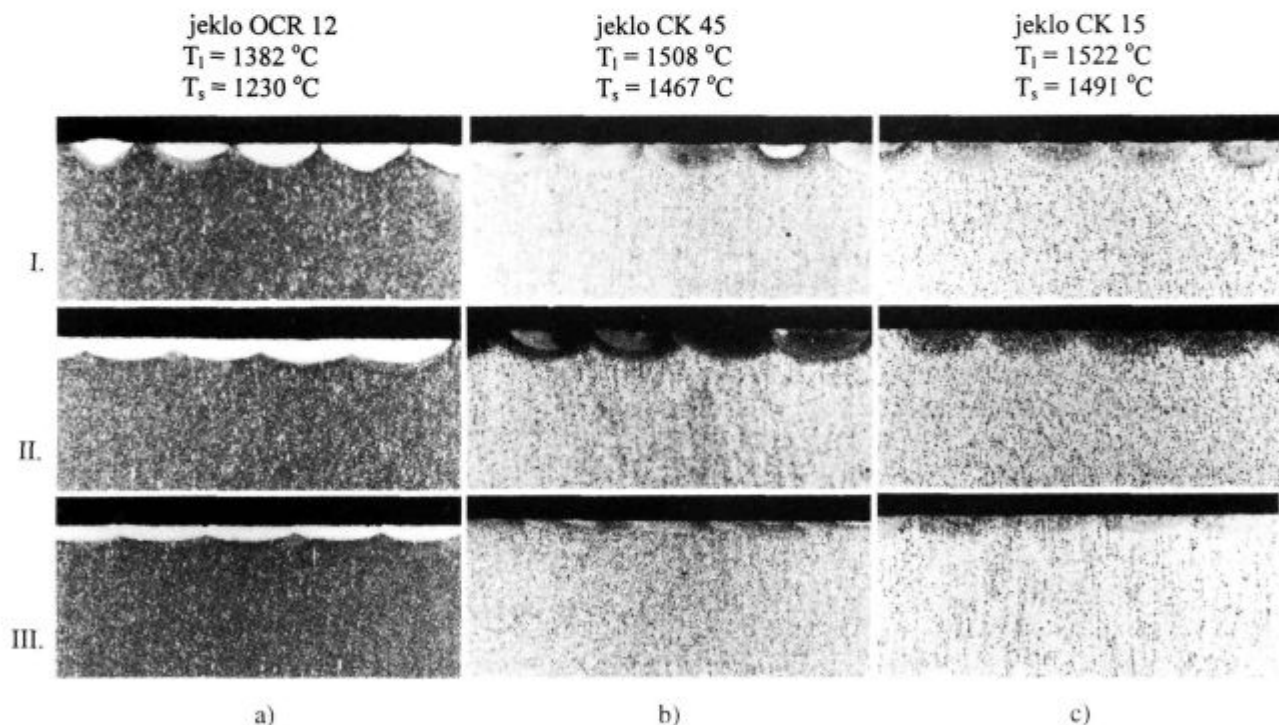
lavi smo vzorce prečno prerezali in izdelali metalografske obruse, ki smo jih jedkali z nitalom in zlatotopko. Spremembe v mikrostrukturi, povzročene z lasersko toplotno obdelavo, smo preiskovali z optično in SEM mikroskopijo. Trdoto smo merili na neizpostavljenih in laserskemu snopu izpostavljenih vzorcih s 100 g obtežbo po Vickersu.

med lasersko toplotno obdelavo

po ohlajanju



Slika 1: Mikrostruktura jekla OCR 12 po laserski toplotni obdelavi, jedkano z zlatotopko, 150x
Figure 1: Microstructure of the OCR 12 steel after laser heat treatment, etched by aqua regia, 150x



Slika 2: Vpliv parametrov toplotne obdelave in različne kemijske sestave jekel OCR 12, CK 45 in CK 15 na mikrostrukturo in velikost cone, povzročene z lasersko toplotno obdelavo.

I. žarišče laserskega žarka na površini vzorca, II. žarišče laserskega žarka 5 mm pod površino vzorca, III. žarišče laserskega žarka 7 mm pod površino vzorca

Figure 2: The influence of heat treatment parameters and different chemical composition of OCR 12, CK 45 and CK 15 steels on the microstructure and zone size, induced by heat treatment.

I. laser beam focus on the sample surface, II. laser beam focus 5 mm below the surface, III. laser beam focus 7 mm below the surface

3 Rezultati

3.1 OCR 12

Jeklo se je pod vplivom laserskega žarka raztalilo, nastala je homogena talina, ki se je ponovno strdila. Plast s strjevalno mikrostrukturo je pri sobni temperaturi sestavljena iz martenzita, eutektskih karbidov in zaostalega avstenita. Dendritna mikrostruktura je zaradi hitrega taljenja in strjevanja izredno fina, razdalje med sekundarnimi dendritnimi vejami so velikostnega reda $1 \mu\text{m}^7$. Karbidi po obliki prehajajo iz ostrorobih v zaobljene, kar je posledica raztapljanja. Pod talilno cono je cona toplotnega vpliva, katere mikrostruktura je po ohlajanju sestavljena iz karbidov in martenzita (slika 1).

Iz slike 2a je razvidno, da prihaja zaradi predgrevanja materiala do poglobljanja in širjenja predvsem talilne cone, manj pa cone toplotnega vpliva. Ta pojav je najbolj očiten v primeru, ko je žarišče laserskega žarka na površini obdelovanega vzorca. Razdalja med prvo in drugo lasersko sledjo je precej velika, potem pa se manjša, dokler se laserske sledi med seboj ne zlijejo. Če laserski žarek defokusiramo, tako da premaknemo žarišče v globino 5 oz. 7 mm, dobimo na površini snop z večjim premerom, tako da se že začetne laserske sledi v obeh primerih stikajo. Z merjenjem globine smo ugotovili večanje talilne cone. Iz rezultatov lahko ugotovimo, da se velikost talilne in toplotno vplivane cone spreminja tudi s spreminjanjem gostote moči na enoto površine. Bolj ko je snop defokusiran, manj globoka je talilna cona (od 100 do $170 \mu\text{m}$), medtem ko ostaja globina toplotno vplivane cone približno konstantna ($110 \mu\text{m}$). To smo opazili tudi pri lasersko toplotno obdelanih jeklih CK 15 in CK 45. V conah, ki so bile pod vplivom laserske toplotne obdelave, smo izmerili mikrotrdoto po Vickersu. Ta je v talilni coni približno 520 HV 0,1, v coni toplotnega vpliva pa okoli 570 HV 0,1. Mesto pre-

hoda iz talilne v toplotno vplivano cono ima najvišjo trdoto, in sicer okoli 730 HV 0,1.

3.2 CK 45

Pri izbranih parametrih laserske toplotne obdelave se je jeklo raztalilo. Talina se je ponovno strdila, nastale so tri ločene cone (slika 3). V prvi opazimo samo martenzit. V drugi, toplotno vplivani coni je v mikrostrukturi martenzit in bainit. Tretja cona je sestavljena iz netransformiranega ferita, martenzita in nekaj malega bainita. V primeru, ko je fokus laserskega žarka na površini vzorca, se prve laserske sledi med seboj ne stikajo, nadaljne sledi pa se zaradi predgrevanja pričnejo prekrivati. Vzrok za to je v poglobljanju in širjenju talilne cone. To je manj očitno v primeru, ko je fokus 5 ali 7 mm pod površino vzorca, kajti zaradi širšega žarka se prekrivanje laserskih sledi pojavi že na začetku toplotne obdelave (slika 2b). Opazimo, da se talilna cona tako po širini kot tudi po globini močno razlikuje od tiste pri toplotno obdelanem visokooljičnem kromovem jeklu OCR 12, kjer je bila le-ta precej večja. To lahko pripišemo strjevalnemu intervalu, ki je pri jeklu OCR 12 pri nižjih temperaturah kot pri CK 45 in CK 15. Po podatkih iz literature imajo ta jekla naslednje temperature⁸:

OCR 12 ima $T_1 = 1382^\circ\text{C}$ in $T_s = 1230^\circ\text{C}$

CK 45 ima $T_1 = 1508^\circ\text{C}$ in $T_s = 1467^\circ\text{C}$

CK 15 ima $T_1 = 1522^\circ\text{C}$ in $T_s = 1491^\circ\text{C}$

3.3 CK 15

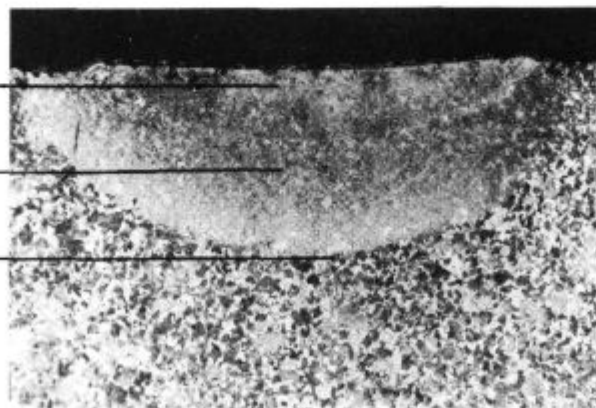
S slike 2c je razvidno, da se je pri vseh treh različnih parametrih laserske toplotne obdelave jeklo CK 15 raztalilo, nastale so tri, med seboj ločene cone. Prva, talilna, je po ohlajanju sestavljena iz martenzita in spodnjega bainita. Naslednja, ki jo opazimo, je cona toplotnega vpliva. V mikrostrukturi opazimo na mestih perlitnih zrn martenzit, v okolici pa je spodnji in zgornji bainit ter ferit. Avstenit ob času laserske toplotne obde-

med lasersko toplotno
obdelavo

v področju kapljevine

v področju γ

v vmesnem področju
med A_{c1} in A_{c3}



po ohlajanju

martenzit

martenzit+bainit

netransformirani
ferit+martenzit+
bainit

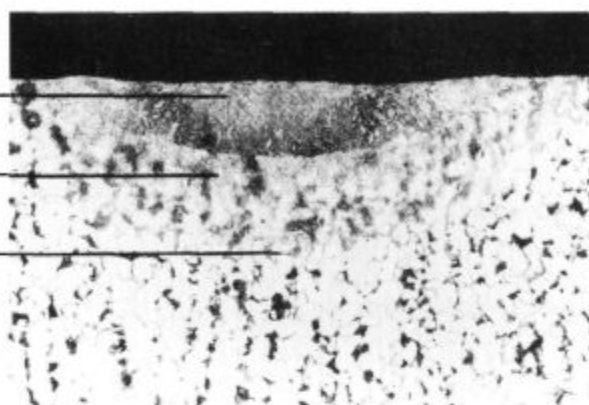
Slika 3: Mikrostruktura jekla CK 45 po laserski toplotni obdelavi, jedkano z nitalom, 150x
Figure 3: Microstructure of the CK 45 steel after laser heat treatment, etched with nital, 150x

med lasersko toplotno
obdelavo

v področju kapljavine

v področju γ

v vmesnem področju
med A_{c1} in A_{c3}



po ohlajanju

martenzit+bainit

martenzit+bainit+
ferit

bainitno martenzitna
zrna+ferit

Slika 4: Mikrostruktura jekla CK 15 po laserski toplotni obdelavi, jedkano z nitalom, 150x
Figure 4: Microstructure of the CK 15 steel after laser heat treatment, etched with nital, 150x

lave ni bil homogen, kjub temu da so bile temperature izredno visoke. Predpostavljamo, da je bil čas toplotne obdelave prekratek. Točka A_{c3} se pri kratkih časih ogrevanja pomakne k višjim temperaturam, kar je razvidno s **slike 5**⁹. Zrna so majhna (velikost zrna 9 po primerjalni tabeli ASTM), ker zaradi kratkih časov pri visokih tem-

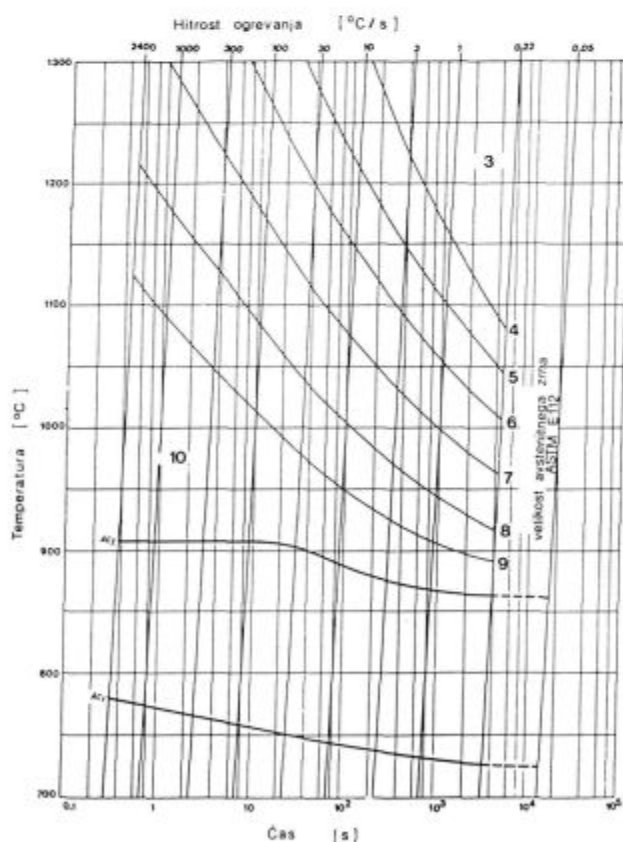
peraturah nimajo časa zrasti. Na **sliki 4** opazimo še eno cono, sestavljeno iz bainitno martenzitivnih zrn v perlitnih zrnih ter ferita. Sledi osnovna mikrostruktura, ki je sestavljena iz ferita in perlita. V primeru, ko je žarišče laserskega žarka na površini vzorca ali 5 mm pod njo, ne pride do prekrivanja laserskih sledi. Če pa je žarišče laserskega žarka 7 mm pod površino vzorca se laserske sledi dotikajo med seboj in globina talilne cone rahlo narašča. Velikost talilne cone je še manjša kot pri toplotno obdelanem jeklu CK 45, kar je razumljivo glede na kemijsko sestavo jekla CK 15.

Iz rezultatov merjenja mikrotrdote lahko ugotovimo, da se izmerjene trdote v talilni coni gibljejo od 360 do 390 HV 0,1, v toplotno vplivani coni pa so približno 360 HV 0,1. Tudi pri tem jeklu smo najvišjo trdoto izmerili na mestu prehoda iz talilne v toplotno vplivano cono.

4 Sklepi

S pomočjo pulzirajočega laserskega varilnika z lasersko palico Nd-steklo smo preiskali vpliv različnih parametrov toplotne obdelave in kemijske sestave jekel na mikrostrukturo, trdoto in velikost cone, povzročene z lasersko toplotno obdelavo jekel OCR 12, CK 45 in CK 15. Na podlagi dobljenih rezultatov lahko sklenemo naslednje:

- Kot rezultat laserske toplotne obdelave dobimo fino-zrnato površinsko plast, ki je sestavljena iz dveh con, talilne in toplotno vplivane cone.
- Z zmanjševanjem gostote moči na enoto površine se manjša globina talilne cone, medtem ko ostaja globina toplotno vplivane cone približno konstantna.
- Prekrivanje laserskih sledi povzroči predgrevanje materiala in s tem poglobljanje in širjenje cone, povzročene z lasersko toplotno obdelavo.
- Na velikost talilne in toplotno vplivane cone vpliva kemijska sestava jekla. Višji procent ogljika povzroči globljo talilno cono.



Slika 5: Velikost avstenitnega zrna v odvisnosti od časa in temperature toplotne obdelave

Figure 5: Austenite grain size in dependence of time and temperature of the heat treatment

Zahvala

Delo je finančno podprlo Ministrstvo za znanost in tehnologijo Republike Slovenije, Ljubljana, projekt J2-7641-1536.

5 Literatura


- ¹ S. Mandziej, M. C. Seegers, J. Godijk, *Materials Science and Technology*, 5, 1989, 350-355
- ² M. Hino, M. Hiramatsu, K. Akiyama, H. Kawasaki, M. Tsujikawa, M. Kawamoto, *Proceedings of the 5th World Seminar on Heat Treatment and Surface Engineering IFHT '95*, Isfahan, Iran, 1995, 529-534

- ³ L. J. Yang, S. Jana, S. C. Tam, *Journal of Materials Processing Technology*, 21, 1990, 119-130
- ⁴ P. Oakley, *Proceedings of the International Conference Laser Material Processing*, Opatija, 1995, 143-154
- ⁵ A. Shachrai, E. Secemski, *Engineering Lasers*, 1992, 6-8
- ⁶ J. M. Pelletier, P. Sallamand, S. Asika, *Proceedings of the 5th World Seminar on Heat Treatment and Surface Engineering, IFHT '95*, Isfahan, Iran, 1995, 523-528
- ⁷ S. Spruk, B. Praček, A. Rodič, *Kovine, Zlitine, Tehnologije*, 30, 1996, 1-2, 143-146
- ⁸ Interna dokumentacija Metal Ravne
- ⁹ J. Orlich, A. Rose, P. Wiest, *Atlas zur Wärmebehandlung der Stahl*, Verlag Stahleisen M.B.H. Dusseldorf, 1973, 34

slovenske železarne 

ACRONI

SŽ ACRONI d.o.o. Cesta železarjev 8, 64270 Jesenice
tel. centrala: +386 64 861-441
tel. direktor: +386 64 861-443
tel. komerciala: +386 64 861-474
Fax: +386 64 861-379
Telec: 37219 ZELJISN SI





**ELECTRICAL SHEETS
AND STRIPS**

**STAINLESS
STEELS**

**MICROALLOYED
STEELS**

**HIGH CARBON
STEELS for hardening
and tempering**

OUR PRODUCTION PROGRAM INCLUDES:

- * general structural steels
- * finegrained and HSLA structural steels
- * carbon and alloyed steels
 - for quenching and tempering
 - case hardening
- * silicon steels for electrical sheets
- * stainless steels

- * hot rolled plates, wide and slit strips and bars
- * cold rolled sheets, wide and slit strips
- * cold rolled sections
- * metal door posts
- * blanks

WE ALSO OFFER:

- * hot and cold rolling
- * blanking
- * torch cutting by drawing
- * straightening
- * heat treating of plates, strips and sheets

Novi koncepti opisovanja lezenja in preostala življenjska doba kovinskih materialov

The θ Projection Concept and Remanent Creep Life of Metals

T. Šuštar¹, B. Ule, IMT Ljubljana
T. Rodič, NTF, Ljubljana

Prejem rokopisa - received: 1996-07-15; sprejem za objavo - accepted for publication: 1996-10-15

V članku so predstavljeni novi koncepti opisovanja lezenja, ki temeljijo na konstitutivnih enačbah, in zajemajo vpliv časa, napetosti in temperature na deformacijo z lezenjem. Tak način opisovanja lezenja zahteva bistveno manjši obseg preizkusov in hkrati omogoča uporabo sodobnih numeričnih metod. Preizkusi so krajši, saj jih izvajamo pri višjih temperaturah in obremenitvah. Rezultati kratkotrajnih preizkusov lezenja so osnova za določanje materialnih konstant v konstitutivnih enačbah, s katerimi lahko napovemo vedenje pri dolgotrajni eksploataciji, pa tudi preostala življenjska doba kovinskega materiala. Nov koncept opisovanja je predstavljen s projekcijo θ , metodo, ki se je v praksi najbolj uveljavila.

Ključne besede: lezenje, projekcija θ , preostala življenjska doba

New concepts based on constitutive equations relating the influence of time, stress and temperature to creep strain are presented for the description of creep. Such description requires an essentially shorter testing time and simultaneously enables the use of modern numerical methods. The tests are shorter and are performed at higher temperatures and loads. The data obtained at such short-term test are used for determining the material parameters in the constitutive equations which enable the prediction of the remanent creep life of service exposed components. The θ - projection method is one of the most commonly used methods among such concepts.

Key words: creep, θ projection, remanent life

1 Uvod

Lezenje in porušitev zaradi njega sta glavna faktorja, ki določata življenjsko dobo materiala, ki je izpostavljen hkratnim mehanskim in toplotnim obremenitvam v energetskih objektih. Kovinskemu materialu, ki je izpostavljen povišanim temperaturam, se slabšajo mehanske lastnosti, zato je ključnega pomena za varno obratovanje napovedovanje časa, do katerega bo material še imel zahtevane lastnosti.

Novi koncepti opisovanja procesa lezenja ne temeljijo več na stacionarnosti procesov, temveč upoštevajo, da se tudi pri visokih temperaturah stacionarna stanja ne vzpostavijo, zato ne govorimo več o stacionarni hitrosti lezenja temveč o njeni minimalni hitrosti. Opisovanje sekundarne faze lezenja kot stacionarnega procesa je nekdanj nedvomno pomenilo napredek, vendar danes predstavlja oviro za nadaljnji razvoj. K razvoju novih konceptov so veliko prispevala natančna opazovanja preizkusov lezenja pri konstantni napetosti.

2 Teoretični del

Glavni parameter, ki se je v praksi uporabljal za opisovanje, je bila stacionarna hitrost lezenja¹ $\dot{\epsilon}_m$. Njeno odvisnost oz. odvisnost porušitvenega časa od napetosti in temperature podaja potenčni zakon:

$$\frac{1}{t_r} \propto \dot{\epsilon}_m = A \sigma^n e^{-\frac{Q_c}{RT}} \quad (1)$$

kjer so:

- t ... čas do porušitve
- $\dot{\epsilon}_m$... stacionarna hitrost lezenja
- σ ... napetost
- Q_c ... aktivacijska energija lezenja
- A ... konstanta materiala
- R ... splošna plinska konstanta
- T ... temperatura
- n ... eksponent utrjevanja

Vendar pa se izkaže², da so A, Q_c in n konstante le v relativno ozkih temperaturnih in napetostnih območjih. Tako na primer koeficient utrjevanja n raste z naraščanjem napetosti. Razlog nekonstantnosti navedenih členov enačbe (1) je v spreminjanju mehanizmov lezenja s časom.

Napovedovanje lastnosti materiala se je v praksi izvajalo na podlagi parametrov, ki temeljijo na sekundarnem lezenju. Po Monkman - Grantu³ je čas do porušitve obratno sorazmeren minimalni hitrosti lezenja:

$$t_r = \frac{M}{\dot{\epsilon}_m} \quad (2)$$

kjer je M konstanta za širše področje napetosti in temperature. Z združitvijo enačb (1) in (2) ter logaritmiranjem sledi:

$$\ln(t_r) = \ln(A) f(\sigma) + \frac{Q_c}{RT} \quad (3)$$

¹ Tomaz ŠUŠTAR, dipl. inž.
Inštitut za kovinske materiale in tehnologije
1000 Ljubljana, Lepi pot 11

Odvisnost $\log(\sigma)$ - $\log(t_r)$ oz. $\log(\sigma)$ - $\log(\dot{\epsilon}_m)$ pa ni linearna, zato so različni avtorji v izraz (3) vpeljali parametre, ki so omogočili linearizacijo ter napovedovanje lastnosti z ekstrapolacijo k daljšim časom. Orr, Sherby in Dorn⁴ so predložili uvedbo časovno temperaturnega parametra, ki je karakterističen za določeno napetost:

$$P(\sigma) = \ln(t_r) - \frac{Y}{T} \quad (4)$$

kjer je Y empirično določena konstanta. Z vpeljavo časovno temperaturnega parametra zajamemo vpliv časa in temperature z eno spremenljivko. Rezultate preizkusov za širše območje obremenitev in temperatur vnašamo v diagrame P - σ , iz katerih je mogoče za različne napetosti ugotoviti vrednost parametra P , ki nam ob znani temperaturi omogoča izračun porušitvenega časa. Ker zveza P - σ ni linearna omogoča le zanesljivo interpolacijo ne pa tudi ekstrapolacije. Podoben parameter sta predložila Larson in Miller⁵:

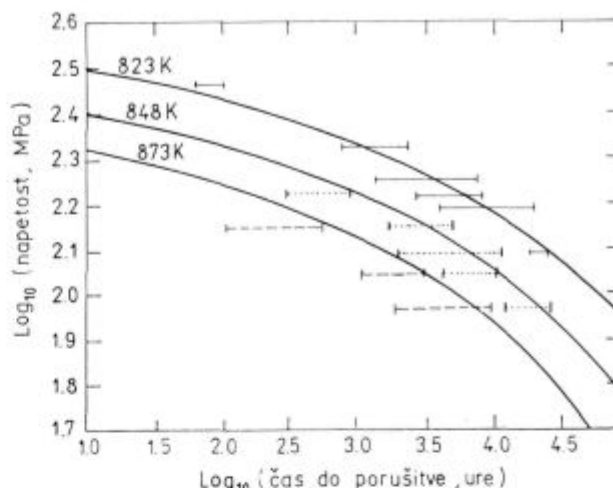
$$P = T(\ln(t_r) + C) \quad (5)$$

kjer je C Larson-Millerjeva konstanta. Tudi odvisnost Larson-Millerjevega parametra od napetosti ne omogoča zanesljive ekstrapolacije. Podobne slabosti zasledimo še pri drugih parametrih tega tipa, kot na primer pri Manson-Haferdu⁶. Za vse parametrične metode je zato ekstrapolacija rezultatov možna le do trikratnega časa trajanja najdaljšega še zanesljivega preizkusa⁷. Ravno ta omejitev je postala velika ovira predvsem za razvoj novih materialov, ki bi morali pred praktično uporabo preiti dolgotrajna preizkušanja; za oceno lastnosti: po 100000 urah bi na primer morali najdaljši preizkusi trajati vsaj 30000 ur, kar bi močno upočasnilo njihov razvoj. Parametrične metode so tudi neprimerne za uporabo v sodobnih numeričnih simulacijah lezenja. Zato je bilo potrebno poiskati nove koncepte opisovanja lezenja predvsem s konstitutivnimi enačbami, ki povezujejo vpliv temperature, napetosti in časa na deformacijo.

3 Novi koncepti opisovanja lezenja

Podatki o lezenju materialov so rezultat preizkušanja več laboratorijev. Preizkusi lezenja pri konstantni obremenitvi kažejo zelo velike razlike med posameznimi laboratoriji⁸. Odstopanja med njimi nazorno prikazuje diagram na **sliki 1**. Velik raztros rezultatov je predvsem posledica prevelikih nihanj temperature med preizkusom in ekscentričnosti obremenitve⁹.

Standardna obravnava preizkusov lezenja izkorišča le neznamen del informacij, ki jih tak preizkus nudi. Navadno ugotavljamo le čas do porušitve (t_r) in porušno deformacijo (ϵ_r). Redkeje ugotavljamo minimalno hitrost lezenja ($\dot{\epsilon}_m$) oz. čas, potreben za dosego določene deformacije. Taka obravnava popolnoma zanemara primarno in terciarno fazo lezenja, ki sta, v nasprotju z do sedaj uveljavljenim prepričanjem, pri velikem številu materialov prevladujoči. Na ta način ugotovimo le odvisnosti navedenih parametrov od temperature in napetosti, kar



Slika 1: Podatki o času do porušitve v odvisnosti od napetosti in temperature za jeklo $\frac{1}{2}\text{Cr}\frac{1}{2}\text{Mo}\frac{1}{4}\text{V}$. Krivulje prikazujejo izračunane vrednosti s projekcijo θ , horizontalne linije pa prikazujejo raztros izmerjenih vrednosti v različnih laboratorijih¹⁰

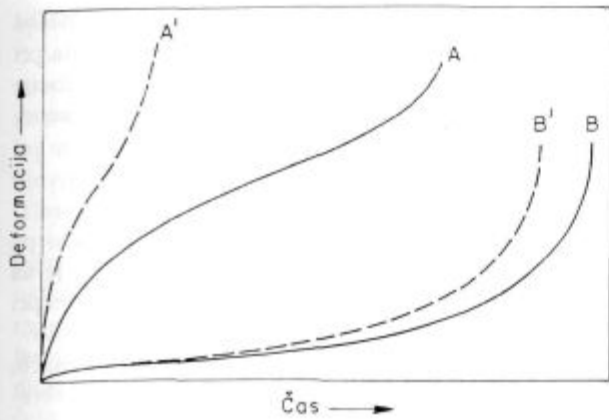
Figure 1: Creep rupture data for $\frac{1}{2}\text{Cr}\frac{1}{2}\text{Mo}\frac{1}{4}\text{V}$ steel. The lines predicted using the θ relationship to analyse short-term creep curves can be compared with the error bars associated with multi-laboratory stress-rupture data¹⁰

pa ne ustreza modernim načinom numeričnega modeliranja lezenja z metodo končnih elementov, ki zahtevajo odvisnost med deformacijo, časom, napetostjo in temperaturo za celotno krivuljo lezenja.

Novi koncepti opisovanja lezenja so pripeljali tudi do razvoja novih vrst preizkusov¹⁰. Ti temeljijo na konstantni napetosti namesto na konstantni obremenitvi. Za izvedbo takih preizkusov potrebujemo sicer dražjo merilno opremo, vendar je uporabnost dobljenih podatkov boljša, kar vodi do znatnega znižanja celotnih stroškov preizkušanja, saj se skupni čas znatno skrajša. Podatki, dobljeni s preizkusi pri konstantni napetosti, omogočajo natančen izračun materialnih konstant, ki nastopajo v konstitutivnih enačbah. Poudariti je potrebno, da lahko materialne konstante določimo tudi na podlagi preizkusov pri konstantni obremenitvi, vendar nam to močno omeji izbiro konstitutivnih enačb. Razlike med krivuljami, dobljenimi pri preizkusih s konstantno obremenitvijo in konstantno napetostjo, prikazuje **slika 2**. Razlike med krivuljami so posledica duktilnosti materiala. Za materiale z nizko duktilnostjo so razlike zelo majhne. Za tiste s srednjo in visoko duktilnostjo, kjer pride do močne lokalne zožitve v vratu preizkušanca, pa so razlike očitne. Iz **slike 2** je razvidno, da je razlika med krivuljami največja v primeru, ko ima material pri konstantni obremenitvi poudarjeno primarno fazo lezenja, najmanjša pa, ko ima poudarjeno tretjo fazo.

3.1 Konstitutivne enačbe

S pospešenim razvojem novih kovinskih materialov za visoke temperature in metod za numerično modeliranje lezenja se je v literaturi pojavilo več konstitutivnih enačb, od katerih se je najbolj uveljavila projekcija θ , ki



Slika 2: Shematski diagram prikazuje razlike med krivuljami lezenja pri konstantni napetosti (A in B) in krivuljami lezenja pri konstantni obremenitvi (A' in B').⁷

Figure 2: Schematic diagram illustrating differences in creep strain/time behaviour found using constant stress (A and B) and constant load test procedures (A' and B').⁷

sta jo predložila Evans in Wilshire¹¹. Glavni razlog za njeno uveljavitev je dejstvo, da upošteva mikromehanizme lezenja, za razliko od drugih metod, ki temeljijo predvsem na statistični analizi velike količine rezultatov preizkusov lezenja in upoštevajo le najbolj trivialno Arrheniusovo soodvisnost med temperaturo in časom.

3.1.1 Projekcija θ

Glavni razlog za razvoj projekcije θ je bil že omenjeni veliki raztros rezultatov preizkusov lezenja pri konstantni obremenitvi¹¹. Razvoj preizkusov pri konstantni napetosti je močno zmanjšal raztros rezultatov in s tem omogočil izpeljavo konstitutivnih enačb. Konstitutivna enačba projekcije θ se glasi:

$$\varepsilon = \theta_1(1 - e^{-\theta_1 t}) + \theta_3(e^{\theta_1 t} - 1) \quad (6)$$

kjer so:

θ_i ... parametri, odvisni od temperature in napetosti ($i=1...4$)

ε ... deformacija, povzročena z lezenjem

t ... čas

Odvisnost parametrov θ od temperature in napetosti podaja izraz:

$$\ln \theta_i = a_i + b_i \sigma + c_i T + d_i \sigma T \quad (7)$$

kjer so a_i , b_i , c_i , d_i koeficienti, ki jih določimo eksperimentalno. Velika prednost θ parametrov je linearna odvisnost $\ln \theta_i$ od napetosti, kar omogoča zanesljivejšo ekstrapolacijo. Ekstrapolacija k daljšim časom je omejena s temperaturnim intervalom, v katerem so bili izvedeni preizkusi, na podlagi katerih smo določili koeficiente enačbe (7). Za razliko od klasične metode opisovanja lezenja obravnava projekcija θ lezenje kot rezultat dveh nasprotujočih si procesov. Prvi določa primarno lezenje,

za katerega je značilno zmanjševanje hitrosti lezenja, drugi pa terciarno, med katerim se hitrost močno poveča. Tako lahko celotno deformacijo z lezenjem razdelimo na dva dela:

$$\varepsilon = \varepsilon_p + \varepsilon_t \quad (8)$$

V tem primeru je druga faza lezenja le ravnovesje med tema dvema vplivoma.

V enačbi (6) ponazarja prvi člen:

$$\varepsilon_p = \theta_1(1 - e^{-\theta_1 t}); \dot{\varepsilon}_p = \frac{d\varepsilon_p}{dt} = \theta_1(\theta_1 + \varepsilon_p) \quad (9)$$

primarno fazo lezenja. Zmanjšanje hitrosti lezenja je posledica deformacijskega utrjevanja materiala. Enačba (9) kaže na linearno padajočo zvezo med deformacijo z lezenjem v primarni fazi in hitrostjo lezenja, kar je v skladu z mikromodelom lezenja. Tretjo fazo predstavlja drugi člen enačbe (6):

$$\varepsilon_t = \theta_3(e^{\theta_1 t} - 1); \dot{\varepsilon}_t = \frac{d\varepsilon_t}{dt} = \theta_4(\theta_3 + \varepsilon_p) \quad (10)$$

Za tretjo fazo je značilno povečanje hitrosti lezenja vse do porušitve. Naraščanje hitrosti lezenja je posledica združevanja por, ki se tvorijo med celotnim procesom. Odvisnost med terciarno deformacijo z lezenjem in hitrostjo lezenja je v tem primeru linearna, naraščajoča, kar je prav tako v skladu z že omenjenim.

Temperaturna odvisnost parametrov θ_1 in θ_3 je primerljiva s temperaturno odvisnostjo meje plastičnosti. V primarni fazi določa hitrost lezenja difuzijsko kontrolirano generiranje dislokacij in njihovo gibanje. Zato je tudi parameter θ_2 odvisen od procesa samodifuzije v materialu. V terciarni fazi prispeva k povečanju hitrosti lezenja več procesov z različnimi aktivacijskimi energijami. Ker pa noben od teh procesov ni prevladujoč, zajamemo njihov vpliv v parametru θ_4 s povprečno aktivacijsko energijo Q_4 , ki je praviloma odvisna še od napetostnega stanja.

Povezavo parametrov θ_i in veličin mikromodela lezenja podajajo enačbe¹⁰:

$$\theta_1 = G_1 e^{H_1(\frac{\sigma}{\sigma_0})}$$

$$\theta_2 = G_2 e^{\frac{Q_2 - H_2 \sigma}{RT}}$$

$$\theta_3 = G_3 e^{H_3(\frac{\sigma}{\sigma_0})}$$

$$\theta_4 = G_4 e^{\frac{Q_4 - H_4 \sigma}{RT}} \quad (11)$$

kjer so:

G_i, H_i ... materialne konstante

Q_2 ... aktivacijska energija primarne faze lezenja

Q_4 ... aktivacijska energija terciarne faze lezenja

Do odvisnosti hitrosti lezenja od parametrov θ pri-
demo z odvajanjem enačbe (6) po času:

$$\dot{\varepsilon} = \theta_1 \theta_2 e^{-\theta_1 t} + \theta_3 \theta_4 e^{\theta_1 t} \quad (12)$$

Minimalna hitrost lezenja nastopi ob pogoju $\frac{d\epsilon}{dt} = 0$, torej po času:

$$t' = \frac{1}{\theta_2 + \theta_4} \ln \frac{\theta_1 \theta_2^2}{\theta_3 \theta_4^2} \quad (13)$$

S projekcijo θ je mogoče enostavno napovedati življenjsko dobo materiala. Življenjsko dobo, določeno s porušno deformacijo ϵ_t , je zapisal Evans v obliki:

$$\ln \epsilon_t = a + b\sigma + cT + d\sigma T \quad (14)$$

v kateri nastopajo koeficienti a , b , c , d , ki jih prav tako določimo na podlagi rezultatov preizkusov lezenja. Porušni čas je mogoče izračunati z rešitvijo enačbe:

$$\theta_1 (1 - e^{-\theta_2 t}) + \theta_3 (e^{\theta_4 t} - 1) - \epsilon_t = 0 \quad (15)$$

Iz navedenega je razvidno, da ob poznavanju 20 konstant iz enačb (7) in (14), ki jih določimo na podlagi kratkotrajnih preizkusov lezenja, opravljenih pri povišani napetosti, lahko brez težav izračunamo parametre θ in porušno deformacijo za obratovalne razmere. Določanje konstant poteka v dveh stopnjah. Najprej moramo določiti na podlagi posameznih krivulj lezenja parametre θ_i , nato pa še konstante enačbe (7), ki zajema njihovo odvisnost od temperature in napetosti. Z znanimi vrednostmi parametrov θ_i lahko z enačbo (6) napovemo lezenje materiala v željenih razmerah. Poudariti je potrebno, da so napovedi lastnosti omejene na temperaturni interval, v katerem so bili izvedeni preizkusi lezenja, na podlagi katerih smo določili konstante v enačbah (7) in (14). Zanesljivost napovedi je večja, če smo preizkuse lezenja opravili pri konstantni napetosti. Za napoved lastnosti krhkih materialov je primernejši izraz, do katerega pridemo z razvojem eksponencialnega dela drugega člena enačbe (6) v Taylorjevo vrsto:

$$\epsilon = \theta_1 (1 - e^{-\theta_2 t}) + \theta_3 \theta_4 t \quad (16)$$

saj se pri krhkih materialih terciarna faza praktično ne pojavi.

3.1.2 Drugi konstitutivni zakoni

Poleg projekcije θ je znanih še več drugih konstitutivnih enačb. Za razliko od projekcije θ , ki se je v praksi že uveljavila^{12,15,2}, pa za nove enačbe v literaturi še ni mogoče najti dovolj podatkov o njihovi širši uporabi. Poti do novih enačb sta navadno dve. Bodisi gre za enačbe, ki temelje na statističnem vrednotenju velike količine rezultatov preizkusov lezenja, bodisi so enačbe izpeljane na podlagi mikromodelov in so zato že blizu konstitutivnim zakonom.

Oba načina imata svoje slabosti. V prvem primeru se pogosto pozablja na fizikalno ozadje procesov lezenja oziroma se išče povezave med vplivnimi veličinami, ki variirajo v preozkem območju, kjer vpliv posameznih ni očitno. V drugem primeru pa se pojavi težava zaradi nezmožnosti upoštevanja vseh procesov, ki se dogajajo med lezenjem. Procesi so odvisni tudi od vrste materiala, tako da je z notnim mikromodelom zelo težko opisati vedenje večjega števila kovinskih materialov.

Pomembno je poudariti, da je konstitutivna enačba projekcije θ izpeljana na podlagi preizkusov lezenja pri konstantni napetosti, zato je razumljivo poročanje nekaterih avtorjev¹³ o relativno slabem ujemanju napovedi, dobljenih s projekcijo θ na osnovi preizkusov pri konstantni obremenitvi. Znanih je več konstitutivnih enačb, ki so bile izpeljane na osnovi rezultatov preizkusov lezenja pri konstantni obremenitvi. Za prakso pa so te enačbe kljub vsemu še posebej zanimive, saj je na razpolago bistveno več rezultatov preizkusov lezenja pri konstantni obremenitvi, kot pa pri konstantni napetosti.

Navajamo nekaj zgledov konstitutivnih enačb, izpeljanih na podlagi preizkusov pri konstantni obremenitvi^{14,15}:

$$\epsilon = A_1 t^{A_2} + A_3 \log(1 - A_4 t) \quad (17)$$

$$\epsilon = A_1 (1 - e^{-A_2 t}) + A_3 \log(1 - A_4 t) + A_5 (1 - e^{-A_6 t}) \quad (18)$$

$$\epsilon = A_1 (1 - e^{-A_2 t^{A_3}}) + A_3 \log(1 - A_4 t) \quad (19)$$

$$\epsilon = A_1 (1 - e^{-A_2 t}) + A_3 \log(1 - A_4 t) \quad (20)$$

$$\epsilon = A_1 (1 - e^{-A_2 t^{A_3}}) + A_3 t^{A_4} + A_5 (e^{A_6 t} - 1) \quad (21)$$

$$\epsilon = A_1 t^{A_2} + A_3 (e^{A_4 t} - 1) \quad (22)$$

$$\epsilon = A_1 (1 - e^{-A_2 t^{A_3}}) + A_3 (e^{A_4 t} - 1) \quad (23)$$

$$\epsilon = A_3 \log(1 - A_4 t) \quad (24)$$

kjer so koeficienti A_i odvisni od napetosti in temperature.

3.2 Določanje preostale življenjske dobe materiala

Glavno področje uporabe izsledkov lezenja je določanje preostale življenjske dobe materiala, ki je že bil izpostavljen mehanskim in toplotnim obremenitvam. Z napovedovanjem preostale življenjske dobe omogočimo pravočasno naročanje in zamenjavo komponent, ki so podvržene lezenju, in s tem zagotavljanje varnega in nemotenega obratovanja sistemov. Slednje je ključnega pomena predvsem za delovanje energetskih objektov.

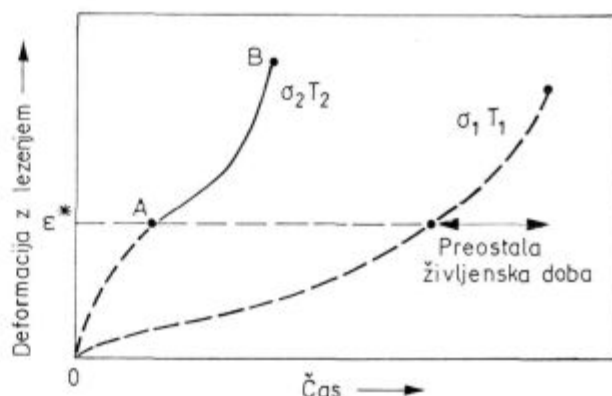
V praksi se je uveljavil način ocenjevanja preostale življenjske dobe materiala v treh stopnjah¹⁰. V prvi ocenimo preostalo življenjsko dobo le na podlagi podatkov, ki jih je upošteval in predložil projektant. V drugi ugotavljamo nakopičene poškodbe v materialu. Te preiskave zajemajo dimenzijske izmere komponent, metalografske preiskave površine z odvzetimi replikami, meritve trdote materiala in druge neporušne metode. V drugi fazi določimo, katere komponente so kritične za nemoteno delovanje sistema. V tretji izvršimo vzorčenje kritičnih komponent za preizkuse lezenja. Le te opravimo pri temperaturi, ki znatno ne presega obratovalne razmere in pri obremenitvi, ki je blizu obratovalni. Na ta način močno skrajšamo čas trajanja preizkusa in omogočimo ekstrapolacijo v področje obratovalnih temperatur. Ekstrapolacija rezultatov je mogoča ob predpostavki, da se med preizkusom lezenja konfiguracija dislokacij in mikrostruktura materiala bistveno ne

spremenita glede na obratovalne razmere, ki jim bo material v nadaljnji eksploataciji izpostavljen. Za oceno preostale življenjske dobe uporabljamo Robinsonovo pravilo¹⁶:

$$\sum_i \frac{t_i}{t_f} = 1 \quad (25)$$

kjer je t_i čas delovanja v določenih razmerah, t pa je najkrajša izmerjena življenjska doba materiala v enakih razmerah. Enačba (25) torej predpostavlja tudi za lezenje, podobno kot to velja za utrujanje materiala, kumulativno naravo porajanja poškodb v materialu, iz česar sledi aditivnost posameznih deležev, predstavljenih s kvocienti t_i/t_f . Na podlagi podatkov o obratovanju posamezne komponente in iz ugotovitev preiskav lahko ob upoštevanju Robinsonovega pravila ocenimo preostalo življenjsko dobo materiala. Praviloma delamo tako, da opravimo vrsto pospešenih preizkusov lezenja pri temperaturah, ki so višje od obratovalnih in pri predpostavljenih obratovalnih napetostih, nato pa ekstrapoliramo k obratovalnim temperaturam.

Prednosti, ki jih prinaša projekcija θ pri napovedovanju lastnosti materiala, lahko s pridom izkoristimo tudi pri napovedovanju preostale življenjske dobe materiala. Če smo načrtovanje komponent izvršili na podlagi projekcije θ , lahko z numeričnim modeliranjem določimo kritične komponente. Preizkuse lezenja vzorcev, odvzetih s kritičnih komponent v eksploataciji, lahko izvršimo pri povišani temperaturi in povišani obremenitvi, s čimer še dodatno skrajšamo čas preizkusa. Z možnostjo spreminjanja obremenitve se lahko izognemo težavam, ki nastopijo pri materialih, kjer se s povišano temperaturo močno spremeni mikrostruktura, konfiguracija dislokacij in zlasti vrsta in disperzija karbidnih precipitativ. Pri napovedovanju preostale življenjske dobe materiala, za razliko od klasične metode, ne uporabljamo Robinsonovega pravila, ki upošteva časovno utrjevanje materiala, ampak predpostavimo njegovo deformacijsko utrjevanje. Primerjava obeh metod je pokazala, da je povprečna ocena življenjske dobe po obeh metodah enaka, vendar je raztros rezultatov, dobljenih s projekcijo θ bistveno manjši¹⁰. Oceno preostale življenjske dobe materiala, ob predpostavki deformacijskega utrjevanja materiala, shematsko prikazuje **slika 3**. Ob poznavanju koeficientov enačb (7) in (14) za izvorni material lahko računsko določimo krivulje lezenja za razmere pospešenega preizkusa lezenja vzorcev iz materiala v eksploataciji (**krivulja 0-B, slika 3**). S primerjavo eksperimentalne krivulje lezenja vzorcev iz materiala v eksploataciji (**krivulja A-B**) in računske (**krivulja 0-B**) lahko določimo deformacijo, nastalo z lezenjem, do odvzema vzorca, ϵ^* , in sicer tako, da točka B s krivulje A-B sovпада z identično točko B na krivulji 0-B. Če se preselimo na krivuljo lezenja, ki jo izračunamo za obratovalne razmere (krivulja 0-C) lahko ob upoštevanju deformacijskega utrjevanja enostavno določimo preostalo življenjsko dobo materiala, ki je



Slika 3: Shematski diagram prikazuje krivuljo lezenja materiala pri obratovalnih razmerah (σ_1, T_1) ter krivuljo lezenja pospešenega preizkusa lezenja (σ_2, T_2). Izračunana krivulja za razmere pospešenega preizkusa lezenja (0-B) in eksperimentalna krivulja določata deformacijo, nastalo z lezenjem ϵ^{*10}

Figure 3: Schematic representation of creep curves under service conditions (σ_1, T_1) and accelerated test conditions (σ_2, T_2). The full creep curve (0-B) and post-exposure creep curve (A-B) at $\sigma_2 T_2$ defines the creep strain, ϵ^{*10}

enaka razliki med celotno življenjsko dobo materiala in časom, potrebnim za dosego deformacije z lezenjem ϵ^* .

Rezultate določanja preostale življenjske dobe s projekcijo θ lahko uporabimo tudi za določanje obratovalnih razmer, pri katerih bo komponenta varno delovala zahtevan čas.

4 Sklepi

Metoda projekcije θ omogoča premagovanje omejitev, ki so jih postavili klasični koncepti opisovanja lezenja, temelječi na sekundarni fazi lezenja oz. njeni stacionarni hitrosti lezenja. Glavna vsebinska novost projekcije θ je obravnava lezenja kot rezultata tekmovanja dveh nasprotujočih vplivov primarne in terciarne faze ter posledice njenega ravnotežja - sekundarne faze. Novost je tudi upoštevanje krivulje lezenja kot celote in ne le posameznih karakterističnih točk krivulje. Glavne prednosti, ki jih prinaša projekcija θ lahko strnemo takole:

- dobro ujemanje z mikromehanizmi lezenja
- napovedovanje vedenja kovinskega materiala na podlagi kratkotrajnih preizkusov lezenja
- enostavno določanje preostale življenjske dobe materiala
- zmanjšanje obsega in stroškov preizkušanja
- možnost uporabe sodobnih numeričnih metod.

5 Literatura

- ¹ R. W. Evans, B. Wilshire: *Creep of Metals and Alloys*, The Institute of Metals, London, 1985
- ² S. G. R. Brown, R. W. Evans, B. Wilshire: *Creep Strain and Creep Life Prediction for the Cast Nickel-based Superalloy IN-100*, *Materials Science and Engineering*, 1986, 147-156

- ³ F. C. Monkman, N. J. Grant, *Proc. ASTM*, 56, 1956, 593
- ⁴ R. L. Orr, O. D. Sherby, J. E. Dorn, *Trans. ASM*, 46, 1954, 113
- ⁵ F. R. Larson, J. Miller, *Trans. ASME*, 74, 1952, 765
- ⁶ S. S. Manson, A. V. Haferd, *NACA, TN2890*, 1953
- ⁷ R. Wilshire, R. W. Evans: *Acquisition and Analysis of Creep Data*, Creep of Materials and Structures, (Edited by: T. H. Hyde), Mechanical Engineering Publications, London, 1994, 1-7
- ⁸ R. W. Evans: Statistical scatter and variability of creep property estimates in θ projection method, *Materials Science and Technology*, 5, 1989, July, 699-707
- ⁹ D. R. Hayhurst: *On the Role of Creep Continuum Damage in Structural Mechanics*, Engineering Approaches to High Temperature Design, (Edited by: B. Wilshire, D. R. J. Owen), Pineridge Press, Swansea, UK, 1983, 85-177
- ¹⁰ R. W. Evans, J. D. Parker, B. Wilshire: The θ Projection concept - A Model-Based Approach to Design and Life Extension of Engineering Plant, *The International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 50, 1992, 147-160
- ¹¹ R. W. Evans, J. D. Parker, B. Wilshire: *Recent advances in creep and fracture of engineering materials and structures*, (Edited by: B. Wilshire, D. R. J. Owen), Pineridge Press, Swansea, 1982, 135
- ¹² H. Wolf, M. D. Mathew, S. L. Mannan, P. Rodriguez: *Prediction of creep parameters of type 316 stainless steel under service conditions using θ projection concept*, Materials Science
- ¹³ A. K. Koul, R. Castillo: A Critical Assessment of the θ Projection Concept for Creep Life Prediction of Nickel-Based Superalloy Components, *Materials Science and Engineering*, 1991, 213-219
- ¹⁴ H. Kastl, M. Naraghi: Material Laws for Inelastic Analyses on Elbows of 12% or 0.5% Cr-Steel up to Creep Rupture for 30 000 Hours Creep Tests At 550°C, *Nuclear Engineering and Design*, 119, 1990, 149-176
- ¹⁵ K. Maruyama, C. Tanaka, H. Oikawa: Long-Term Creep Curve Prediction Based on the Modified θ Projection Concept, *Trans. ASME*, 112, 1990, February, 92-97
- ¹⁶ E. L. Robinson, *Trans. ASME (E)*, 74, 1952, 777

Preostala uporabnost kovičenega železniškega mostu

The Residual Service Life of the Riveted Railway Bridge

B. Ule¹, J. Vojvodič-Gvardjančič, M. Lovrečič-Saražin, IMT Ljubljana
 J. Banovec, F. Kržič, D. Beg, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo, Univerza v Ljubljani
 Č. Primec, Fakulteta za strojništvo, Univerza v Mariboru

Prejem rokopisa - received: 1996-07-15; sprejem za objavo - accepted for publication: 1996-10-15

Opisano je določevanje preostale uporabnosti kovičenega jeklenega železniškega mostu čez Dravo na Ptuj. Izračun temelji na metodah mehanike loma, na integraciji Parisove funkcije. Za začetno velikost napake vzamemo hipotetično razpoko, ki je skrita pod glavo kovice, kritično velikost razpoke pa določimo z merjenjem kritične vrednosti J -integrala ter z uporabo znane Sedlacekove odvisnosti J proti a , pri čemer je a velikost razpoke. Iz odvzete jeklene lamele enega od nosilcev so bili izdelani preizkušanci za merjenje hitrosti napredovanja utrujenostne razpoke in za merjenje lomne žilavosti jekla. Vsa merjenja so bila opravljena pri sobni temperaturi, pa tudi pri -20°C . Izmerjena je bila Parisova funkcija s pragom propagacije ΔK_{Ih} , integral J_{Ic} pa smo ocenili iz znanih vrednosti K_{Ic} ; nekaj vrednosti J_{Ic} smo tudi neposredno izmerili. Rezultate navajamo v obliki števila nihajev, ki bi povzročili kritično podaljšanje razpoke. Na tem temelji pogostost defektoskopskih inšpekcijskih pregledov kritičnih vozlišč mostu.

Ključne besede: jeklene konstrukcije, kovičeni jekleni mostovi, mehanika loma, utrujanje, preostala uporabnost

The residual service life of the riveted railway bridge across the Drava river near Ptuj is described. The calculation is based on fracture mechanics concepts, on the integration of Paris function. The hypothetical crack hidden under the head of the rivet was considered as initial flaw, whereas the critical crack size was determined by measuring the critical value of J -integral and J vs. a relationship proposed by Sedlacek, where a is the crack size. Specimens were made from a steel lamella from a diagonal brace and the crack propagation rate and the fracture toughness of the steel were measured. All the measurements were performed at room temperature and at -20°C . The Paris function with threshold stress intensity range ΔK_{Ih} was measured whereas the J_{Ic} integral was estimated on the basis of the known K_{Ic} values. Some of the J_{Ic} were measured directly too. The results are given as a number of cycles which can provoke a critical crack lengthening and are a reliable base for determining the frequency of defectoscopic inspections of vital elements of the bridge.

Key words: metal structures, riveted steel bridges, fracture mechanics, fatigue, residual service life

1 Uvod

V zadnjem času se je pogosteje kot do sedaj začelo postavljati vprašanje o dejanski varnosti starih jeklenih mostov. Prvi takšni železniški mostovi so bili zgrajeni v začetku 20. stoletja, danes pa jih uporabljamo v spremenjenih razmerah. Po eni strani se je povečala prometna obtežba, po drugi pa se je povečalo tudi letno število obremenitev (cikli). Izkazalo se je, da običajne metode preverjanja nosilnosti ne zadoščajo več. Problematični so predvsem natezno obremenjeni konstrukcijski elementi, ki so bili med uporabo že tolikokrat ciklično obremenjeni, da je pojavljanje razpok v teh elementih statistično dokaj verjetno. V zadnjem desetletju so se zato začeli raziskovalci po vsem svetu intenzivno ukvarjati z omenjeno problematiko. Potrebno je bilo ugotoviti, katera razpoka je še sprejemljiva in v kolikem času po ugotovitvi prve razpoke lahko pričakujemo lom nateznega elementa. Izkazalo se je, da je potrebno poleg klasičnih, na nauku o trdnosti temelječih metodah preverjanja nosilnosti, uporabiti tudi metode mehanike loma.

2 Teoretični del

2.1 Pregled literature

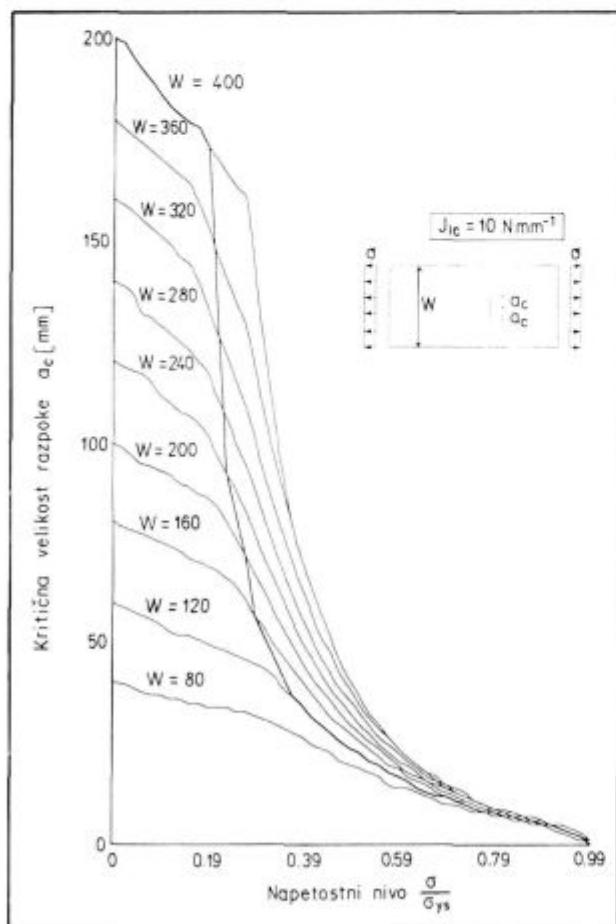
Pri pregledu strokovne literature smo ugotovili, da je ena najuspešnejših raziskovalnih ekip, ki se ukvarja s preostalo uporabnostjo starih jeklenih konstrukcij, na Inštitutu za jeklene gradnje pri Tehniški visoki šoli v Aachnu. Profesorja W. Dahl in G. Sedlacek sta v letu 1986 in kasneje naredila vrsto ekspertiz o preostali uporabnosti starih jeklenih mostov, ki so bili zaradi dinamično delujočih obremenitev podvrženi utrujanju¹⁻⁴. Metoda, ki sta jo skupaj s sodelavci vseskozi izpopolnjevala, je temeljila na integraciji Parisove enačbe, ki popisuje napredovanje utrujenostnih razpok. Leta 1990 sta metodo, zaradi velike aktualnosti tovrstne problematike, predstavila tudi na mednarodnem kolokviju "Residual fatigue life of structures" v Lausanni⁵, nekoliko kasneje pa še v strokovni periodiki⁶. Leta 1993 je G. Sedlacek s svojim doktorantom W. Hensonom objavil najnovejša spoznanja, aktualna pri določevanju preostale uporabnosti kovičenih jeklenih mostov⁷. V objavljenem delu so podani bistveni prispevki iz doktorske disertacije W. Hensena⁸; najpomembnejši je vsekakor atlas tipiziranih kovičenih spojev z grafično prikazanimi odvisnostmi med velikostjo razpoke, delujočimi napetostmi ter lomno žilavostjo jekla. Nekaj najnovejših dosežkov s področja preostale uporabnosti jeklenih konstrukcij pa je bilo predstavljenih na "Nordic Steel Construction Conference 95" v Malmo-

¹ Dr. Boris ULE
 Inštitut za kovinske materiale in tehnologije
 1000 Ljubljana, Lepi pot 11

ju na Švedskem⁹⁻¹³. V tej zvezi kaže omeniti predvsem raziskave korozijskih vplivov na preostalo uporabnost, pa tudi spoznanje, da so stari kovičeni železniški mostovi praviloma konstruirani ob dokaj konzervativno uporabljenih merilih (Fatigue design curve for riveted details, Code C=71/category D)¹².

2.2 Splošni teoretični del

Preostalo uporabnost kovičenega jeklenega mosta prično določati pri njegovih vitalnih elementih. S statično analizo preverimo vse elemente v najneugodnejših razmerah. Tlačno obremenjene elemente kontroliramo na uklonsko varnost. Če ta ni zagotovljena, jih moramo ojačiti. Vitalni natezni elementi pa so tisti, katerih porušitev povzroči tudi globalno porušitev mosta. Dokler so natezne napetosti majhne ($\sigma < 0.2 \sigma_{ys}$) ali pa je prerez dovolj velik, ni nevarnosti lokalne porušitve. Dovolj veliki so tisti prerezi, pri katerih porušitev v kritičnem posameznem delu prereza (porušitev lamele) ne povzroči tudi porušitve v celotnem prerezu. Kot rečeno, določevanje preostale uporabnosti kovičenega mosta temelji na integraciji Parisove enačbe. Z integri-



Slika 1: Kritična dolžina razpoke a_c v odvisnosti od razmerja σ/σ_{ys} pri plošči širine W s središčno razpoko in $J_{0c} = 10 \text{ N mm}^{-2}$
Figure 1: Critical crack size a_c vs. σ/σ_{ys} ratio and plate width W for the central crack and $J_{0c} = 10 \text{ N mm}^{-2}$

ranjem te enačbe od neke začetne dolžine razpoke a_0 do kritične dolžine a_c , ki povzroči naglo porušitev elementa, lahko izračunamo število nihajev N , ki še preostajajo do porušitve, od trenutka, ko smo razpoko opazili. Pri utrujanju kovičenih konstrukcij se začetne razpoke največkrat pojavljajo pod glavami kovic in nato napredujejo povprek, pri čemer se zmanjšuje neto prerez natezno obremenjenega elementa. Predpostavljamo lahko, da začetno razpoko opazimo takrat, ko pogleda vsaj za 5 mm izpod glave kovice. Težja je določitev kritične dolžine razpoke, pri kateri pride do loma posameznega elementa v obravnavanem prerezu. Kot že omenjeno, lahko to povzroči porušitev v celotnem prerezu (porušitev kovičenega elementa v celoti) oziroma celo globalno porušitev mosta. Kritično razpoko določamo z izmerjeno vrednosti integrala J_c in sicer iterativno pri znanem nivoju napetosti, tako da predpostavimo neko razpoko a_i ter nato - na primer z metodo končnih elementov - določimo napetostno in deformacijsko stanje ter ustrezno vrednost J_i . Postopek končamo, ko J_i doseže izmerjeno vrednost J_c . Omenili smo že, da je sistematiko značilnih oblik razpok za elemente kovičenih jeklenih mostov v svojem doktorskem delu⁸ izdelal W. Hensen. Razvil je analitične izraze za a_c v odvisnosti od relativnega nivoja napetosti σ/σ_{ys} , širine stenastega elementa W in vrednosti J_c . Rezultat tega dela je prikazan grafično na **sliki 1**. Debelejša krivulja v diagramu loči dve področji. V levem bo še pred pojavom kritične razpoke prišlo do plastifikacije v neto prerezu elementa, medtem ko bo v desnem obstajala nevarnost krhkega loma, ker se a_c pojavi že v elastičnem območju.

2.3 Integracija Parisove enačbe

Hitrost napredovanja utrujenostne razpoke opišemo s Parisovo enačbo:

$$da/dN = C \Delta K^m \quad (1)$$

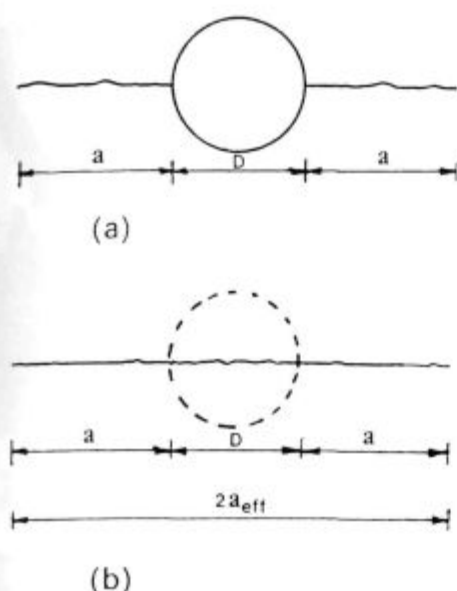
kjer je a velikost razpoke (pri nosilnem elementu s središčno razpoko je njena efektivna dolžina $2a$), N je število nihajev, ΔK je interval faktorja intenzitete napetosti, C in m pa sta konstanti Parisove enačbe, ki ju določimo eksperimentalno. Pri ploščatem nosilnem elementu širine W s središčno razpoko, ki sega za dolžino a na vsako stran odprtine za kovico premera D (**slika 2**), velja Bowiejeva rešitev¹⁴:

$$K = \beta_w \sigma \sqrt{\pi a_{eff}} \quad (2)$$

v kateri je β_w geometrijski faktor, odvisen od razmerja med dolžino razpoke in širino nosilnega elementa (za velike W je $\beta_w = 1$), σ pa je delovna napetost v bruto prerezu nosilnega elementa, torej dovolj stran od mesta razpoke. Upošteva efektivno dolžino razpoke $2a_{eff} = 2a + D$, dobimo za K po Bowieju¹⁴:

$$K = \beta_w \beta \sigma \sqrt{\pi a} \quad (3)$$

pri čemer je β geometrijski faktor, $\beta = \sqrt{1 + D/2a}$. Izraz za β daje realne vrednosti le pri velikih a -jih,



Slika 2: Velike razpoke ob izvrtini. (a) fizična razpoka; (b) efektivna razpoka

Figure 2: Large cracks at hole. (a) Physical crack; (b) Effective Crack

medtem ko je za majhne neustrezen. Bowie¹⁴ je ugotovil, da za $a = 0$ velja $\beta = 3.36^{15}$.

Vpliv lokalnega tečenja jekla ima nadalje za posledico izoblikovanje plastične cone v konici razpoke in s tem povečanje njene efektivne dolžine za radij plastične cone r_y . Pri relativno tankem nosilnem elementu, ko lahko privzamemo ravninsko napetostno stanje, velja

$$r_y = \frac{1}{2\pi} (K/\sigma_{ys})^2 \quad (4)$$

pri čemer je σ_{ys} napetost tečenja jekla.

Z uvedbo korigirane dolžine razpoke dobimo za faktor intenzitete napetosti:

$$K = \beta_w \beta \sigma \sqrt{\pi (a + r_y)} \quad (5)$$

po substituiranju enačbe (4) v enačbo (5) pa dobimo:

$$K = \beta_w \beta \sigma \sqrt{\pi a} \frac{1}{\sqrt{1 - 0.5 \beta_w^2 \beta^2 \left(\frac{\sigma}{\sigma_{ys}}\right)^2}} \quad (6)$$

Na tem mestu lahko izpeljavo brez škode nekoliko poenostavimo. Upoštevamo, da delovna napetost ne presega tretjine napetosti tečenja jekla ($\sigma/\sigma_{ys} = 0.32$) in da produkt obeh β faktorjev, zapisan v obliki:

$$\beta_w \beta = \sqrt{\frac{1 + D/2a}{\cos \frac{\pi a}{W} (1 + D/2a)}} \quad (7)$$

ne preseže vrednosti 3.36^{15} .

Enačbo (6) zato lahko dovolj konzervativno zapišemo kot:

$$K = 1.54 \beta_w \beta \sigma \sqrt{\pi a} \quad (8)$$

oziroma za ΔK

$$\Delta K = 1.54 \beta_w \beta \Delta \sigma \sqrt{\pi a} \quad (9)$$

Izraz (9) substituiramo v Parisovo enačbo (1). Dobimo:

$$da/dN = C (1.54 \beta_w \beta \Delta \sigma \sqrt{\pi a})^m \quad (10)$$

Po substituiranju (7) v (10) dobimo končno:

$$da/dN = 1.54^m C (\Delta \sigma)^m (\pi a)^{m/2} \left[\frac{1 + D/2a}{\cos \frac{\pi a}{W} (1 + D/2a)} \right]^{m/2} \quad (11)$$

oziroma:

$$dN = \frac{1}{1.54^m C (\Delta \sigma)^m} \left[\frac{\cos \pi a (1 + D/2a)/W}{\pi a (1 + D/2a)} \right]^{m/2} \quad (12)$$

Število nihajev N do loma nosilnega elementa dobimo, če izraz (12) integriramo od neke začetne dolžine razpoke a_0 na intervalu $0 \leq a \leq 0.5 (W - D)$ do kritične dolžine razpoke a_c .

$$N = \frac{1}{1.54^m C (\Delta \sigma)^m} \int_{a_0}^{a_c} \left[\frac{\cos \pi a (1 + D/2a)/W}{\pi a (1 + D/2a)} \right]^{m/2} da \quad (13)$$

Pri tem je a dolžina fizično merljive razpoke, ne pa dolžina efektivne razpoke a_{eff} .

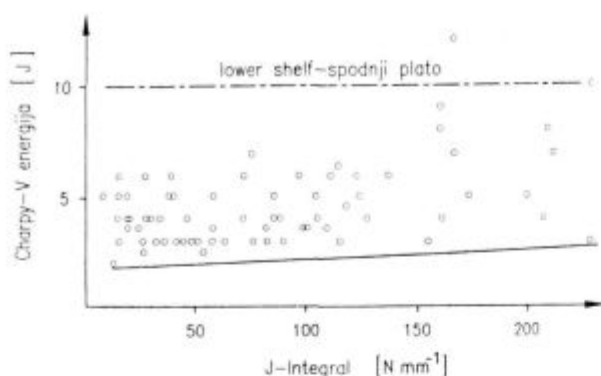
2.4 Določitev kritične dolžine razpoke

Kritično dolžino razpoke izračunamo upoštevaje lomnomehanski model kritičnega mesta z razpoko, delujoče napetosti na tem mestu ter lomno žilavost jekla. Pri enostavnih lomnomehanskih modelih (na primer plošče širine W s središčno razpoko efektivne dolžine $2a$) uporabimo kar ustrezen Hensenov diagram, kot je prikazan na **sliki 1**. Določitev kritične velikosti razpoke se v takšnem primeru reducira le še na merjenje lomne žilavosti jekla. Ker je vedenje konstrukcijskih jekel v navadnih razmerah eksploatacije izrazito elastoplastično, določamo lomno žilavost kot kritično vrednost integrala J , tj. J_{lc} . Le pri nizkih temperaturah, s katerimi moramo računati v zimskih mesecih, je vedenje jekla linearno-elastično, lomno žilavost K_{lc} pa v takšnih primerih lahko izračunamo kar s korelacijskimi formulami, ki temelje na konvencionalnih mehanskih lastnostih jekla. Korelacijska enačba, uporabna za nizke temperature, pri katerih je vedenje jekla že pretežno krhko, ima obliko¹⁶:

$$K_{lc} = 0.776 \sigma_y^{0.6} (CVN)^{0.19} \quad (14)$$

pri čemer je σ_{ys} napetost tečenja v MPa, CVN je udarna energija loma Charpy-V v džulih, K_{lc} pa lomna žilavost v MPa m^{1/2}. Iz znane lomne žilavosti K_{lc} pa seveda vedno lahko izračunamo njej ustrezno vrednost J_{lc} .

Na tem mestu velja omeniti še neko pomembno podrobnost. Gre namreč za to, da ne moremo izračunati veljavnega integrala J enostavno iz znane Charpyjeve energije loma. Da to res ni mogoče ilustrira diagram na **sliki 3**, ki prikazuje odvisnost izmerjenih Charpyjevih energij loma različnih konstrukcijskih jekel od njihove



Slika 3: Odvisnost Charpyjeve energije od integrala J pri temperaturi -30°C

Figure 3: Charpy energy vs. J-integral for a temperature of -30°C

vrednosti J_{Ic} pri temperaturi -30°C . Diagram je objavil Sedlacek s sodelavci^{6-7,9} in dokazuje, da so pri nizkih temperaturah, pri katerih so vse izmerjene Charpyjeve energije loma blizu spodnjega platoja ("lower shelf"), izmerjene vrednosti J_{Ic} zelo različne, od nekaj N mm^{-1} pa vse do 200 in več N mm^{-1} . Vzrok za to moramo pripisati deloma dejstvu, da so krivulje prehoda iz žilavega v krhko stanje za udarno izmerjene energije (na primer Charpyjeva odvisnost žilavosti od temperature) drugačne od krivulj, dobljenih pri "statičnih" preizkusih (merjenje integrala J), deloma pa dejstvu, da ni mogoče pričakovati enakega integrala J pri jeklih z enako Charpyjevo energijo loma, a povsem različno napetostjo tečenja. Naše izkušnje kažejo, da daje korelacijska enačba (14), ki poleg Charpyjeve energije loma vključuje tudi napetost tečenja jekla, dovolj konzervativne ocene za lomno žilavost K_{Ic} , pa tudi za integral J_{Ic} , izračunan iz K_{Ic} . Za praktično rabo je W. Hensen izpeljal formulo za približno oceno spodnje vrednosti J_{Ic} navadnih konstrukcijskih jekel pri nizkih temperaturah. Formula, ki daje zelo konzervativne vrednosti za J_{Ic} , je enostavna:

$$J_{Ic} = 10 + 15 \cdot \frac{t+30}{30} \quad (15)$$

pri čemer je t temperatura v $^{\circ}\text{C}$, J_{Ic} pa kritična vrednost integrala J v N mm^{-1} .

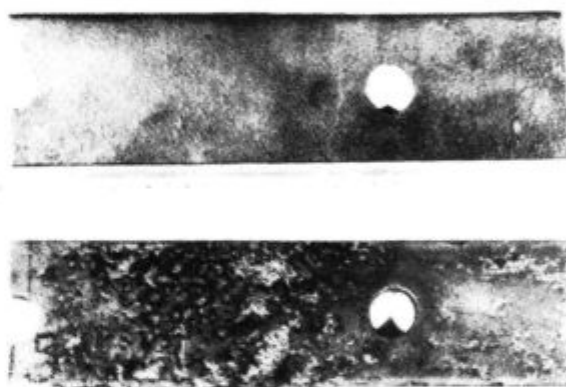
3 Eksperimentalni del z rezultati

Za analizo je bil izbran kovičen železniški most čez Dravo na Ptuj (slika 4). Iz ene od diagonal mosta, katere polovični prerez ustreza UNP 24 z zaplato, je bila odvzeta ploščata zaplata (lamela) dolžine 1200 mm debeline približno 10 mm in širine 75 mm. V sredini lamele, ki je bila izdelana iz jekla Č.0362, so bile v razdalji 200 mm luknje za kovice premera 25 mm. Na sliki 5 je prikazana odvzeta lamela, potem ko je bila očiščena s peskanjem. Na notranji strani je bila lamela nekoliko korozijsko izjedena, zaradi česar je bila njena debelina neenakomerna, lamela pa je bila tudi nekoliko tanjša od načrtovanih 10 mm. Kemijska analiza jekla, iz



Slika 4: Kovičen železniški most čez Dravo na Ptuj

Figure 4: Riveted railway bridge across Drava river near Ptuj



Slika 5: Del lamele z diagonale mosta. Notranja stran lamele je korodirana

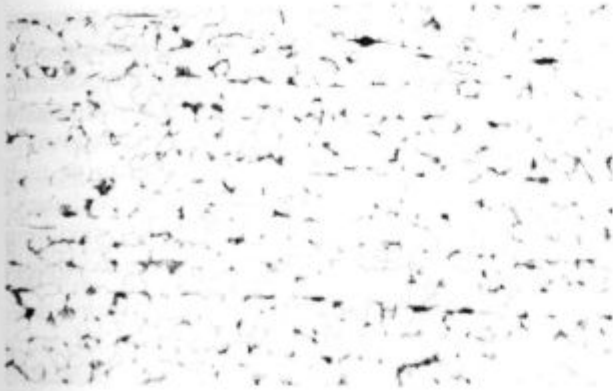
Figure 5: Part of the lamella from the diagonal brace of the bridge. The inner side of the lamella is corroded



Slika 6: Razpotegnjeni sulfidni vključki in nizi aluminosilikatov v jeklu (vzdolžno, 100 X)

Figure 6: Elongated sulphide inclusions and stringers of aluminosilicates in the steel of the lamella (longitudinal, 100 X)

katerega je bila izdelana lamela, je pokazala, da je v jeklu veliko žvepla (0.11% C, 0.24% Si, 0.48% Mn, 0.065% S in 0.014% P). Mikrostrukturalne preiskave so to



Slika 7: Feritno-perlitna mikrostruktura jekla lamele (nitral, vzdolžno, 100 X)
Figure 7: Microstructure of hypoeutectoid steel of the lamella (nitral, longitudinal, 100 X)

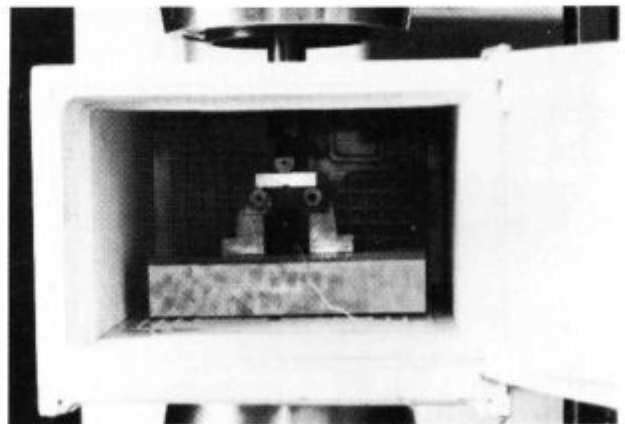
potrdile, saj smo v feritno-perlitni mikrostrukturi preiskanega jekla odkrili številne tanke in razpotegnjene sulfidne vključke in nize večjih vključkov alumosilikatnega tipa (sliki 6 in 7), kar kaže, da jeklo ni bilo pomirjeno z aluminijem.

Merjenja konvencionalnih mehanskih lastnosti pri temperaturi $+20^{\circ}\text{C}$ so pokazala, da ima jeklo v vzdolžni smeri (vzdolžna os nateznih preizkušancev sovpada s smerjo valjanja) natezno trdnost 419 MPa, napetost tečenja 299 MPa, raztezek A_5 35%, kontrakcijo 68% in Charpy-V udarno energijo loma 155 J. Charpyjeva energija loma, izmerjena v prečni smeri (vzdolžna os Charpy-V preizkušancev je pravokotna na smer valjanja), pa je bila mnogo manjša, vsega 34 J. Pri nižjih temperaturah je bila razlika v Charpyjevih žilavostih med vzdolžno in prečno smerjo še večja: pri 0°C , na primer, smo v vzdolžni smeri namerili 112 J, v prečni pa le 22 J, medtem ko je bila pri temperaturi -20°C že tudi v vzdolžni smeri Charpyjeva žilavost le še 31 J.

Merjenje integrala J je bilo opravljeno z upogibnimi preizkušanci debeline 8 mm v vzdolžni smeri (vzdolžna os preizkušanca sovpada s smerjo valjanja, propagacija razpoke pa gre v prečni smeri, to je pravokotno na smer valjanja). Problematika merjenja integrala J je povezana z debelino preizkušancev. Ker je bila preiskana lamela debela manj kot 10 mm, napetost tečenja jekla pa je dosegala 299 MPa, bi lahko merili veljavne vrednosti integrala J le do približno $J_{Ic} = 27 \text{ N mm}^{-1}$. Iz Hensenove enačbe (14) zato sledi, da bi lahko merili veljavne vrednosti integrala J le pri temperaturah pod $+4^{\circ}\text{C}$. To je bil razlog, da smo integral J merili pri temperaturi 0°C (iz praktičnih razlogov, to je, da bi se izognili zmrzovanju, smo kasneje izbrali $+1^{\circ}\text{C}$). Na preizkušancih je bila narejena strojna zareza globine 3 mm in utor za pritrditev CMOD merilnika. Maksimalna sila utrujanja je bila izračunana po priporočilih ESIS P2-92 oziroma ASTM E 813 in je bila ob koncu utrujanja - po približno 3×10^5 nihajih - 2,2 kN, razpoka pa je na obeh bočnih površinah dosegla globino približno 8,5 mm, to je polovico višine preizkušanca. Po končanem utrujanju je bila na spodnjo

vpenjalno glavo stroja INSTRON nameščena hladilna komora (slika 8), na preizkušane pa je bil pritrjen CMOD merilnik. Ohlajali smo s CO_2 . Merjenje integrala J je trajalo 25 minut, temperatura pa se je gibala v mejah od $+0,5$ do $+1,6^{\circ}\text{C}$. Obdelava rezultatov je pokazala, da je merjenje majhnih obremenitev z merilno celico stroja premalo natančno za določitev prirastka razpoke z metodo popustljivosti preizkušanca. Zato so bile izmerjene vrednosti korigirane po postopku, ki ga je predložil Loss (NUREG Report/CR 1128, 1979). Dodatno težavo je pri tako majhnem preizkušancu predstavljalo merjenje pomika prijemališča sile Lld (load line displacement). Za približek smo izbrali kar pomik, izračunan iz časa in hitrosti, ter nazadnje kljub vsemu dobili dokaj zanesljivo odpornostno krivuljo J-R. Izmerjena vrednost J_{Ic} približno 130 N mm^{-1} pa je razmeroma velika. Vsekakor je tako velika, da je s preizkušancem debeline 8 mm ne moremo veljavno izmeriti. Za zanesljivo in natančno oceno integrala J bi namreč potrebovali vsaj dvakrat večje preizkušance, kar pa spričo majhne debeline lamele ni bilo mogoče. Zato smo integral J izračunali še s korelacijsko formulo (13) za K_{Ic} . Upoštevali smo najnižjo izmerjeno Charpy-V energijo loma pri temperaturi 0°C (89 J) in za K_{Ic} dobili $107 \text{ MPa m}^{1/2}$. Iz tega izhaja, da je J_{Ic} vrednost 56 N mm^{-1} . Na podoben način smo izračunali J_{Ic} tudi za temperaturo -20°C . S korelacijsko enačbo (13) smo dobili za K_{Ic} vrednost $47 \text{ MPa m}^{1/2}$, temu ustrezen J_{Ic} pa je 11 N mm^{-1} . Vsekakor je ta ocena dovolj konzervativna, saj z empirično Hensenovo enačbo (15) dobimo celo nekaj več, namreč $J_{Ic} = 15 \text{ N mm}^{-1}$.

Hitrost napredovanja utrujenostne razpoke smo merili z računalniško upravljanim sklopom, ki ga sestavljata resonantni pulzator Cracktronic in naprava za merjenje dolžine razpok Fractomat. Merjenje je bilo opravljeno skladno s standardom ASTM E 647, merili pa smo v režimu padajočega ΔK -ja pri konstantnem razmerju R ($R = 0.7$ oziroma 0.1) in pri frekvenci približno 180 Hz (lastna frekvenca uporabljenih Charpyjevih preizkušancev). Čeprav je bila za Ptujski most računsko ugotovljena zelo nizka vrednost R, to je nizko razmerje med



Slika 8: Merjenje integrala J s preizkušancem v hladilni komori
Figure 8: J-integral measurement with the test specimen in the cooling chamber

σ_{min} in σ_{max} , smo se temu pri meritvah izogibali, da ne bi "crack closure" fenomen, to je fenomen nepopolnega zapiranja ustja razpoke pri razbremenjevanju, popačil rezultatov. Ugotovili smo namreč, da v konkretnem primeru R bistveno ne vpliva na naklon Parisove premice¹⁷. Merjenje hitrosti napredovanja utrujenostne razpoke smo opravili pri temperaturi +20°C pa tudi pri temperaturi malo nad 0°C. Pri tej temperaturi smo merili hitrost napredovanja na vzdolžno oziroma prečno orientiranih preizkušancih (torej je razpoka napredovala v prečni oziroma v vzdolžni smeri lamele, t.j. prečno na smer valjanja oziroma v smeri valjanja). Merilna oprema s hladilno komoro je prikazana na **sliki 9**. Ves čas merjenja (posamezne meritve so trajale do 11 ur) smo vzdrževali temperaturo +1°C z natančnostjo $\pm 1^\circ\text{C}$. Za vzdolžno orientiran preizkušaneec smo dobili Parisovo funkcijo oblike: $da/dN = 1.53 \times 10^{-12} \Delta K^{3.23}$, v kateri se eksponent $m = 3.23$ dobro ujema z vrednostjo, ki jo po Ritchiju in Knottu¹⁸ lahko pričakujemo pri lomni žilavosti $K_{Ic} = 107 \text{ MPa m}^{1/2}$. Rezultati merjenja na prečno orientiranem preizkušancu, kjer se smer napredovanja razpoke ujema s smerjo valjanja lamele, pa so prikazani v diagramu na **sliki 10** (ΔK v $\text{MPa m}^{1/2}$, da/dN pa v

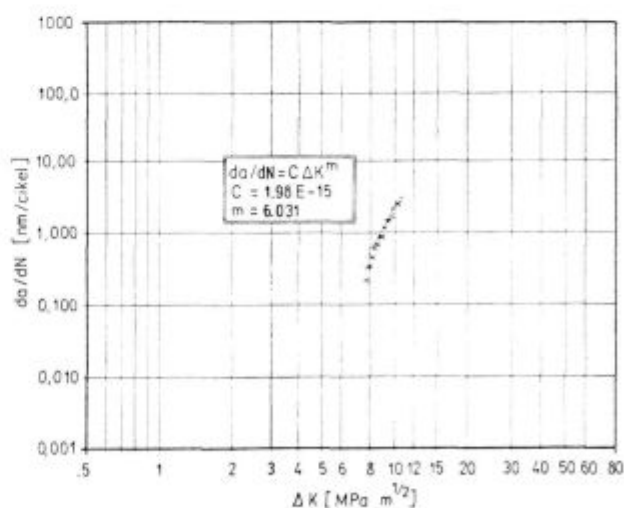


Slika 9: Merjenje hitrosti napredovanja utrujenostne razpoke s preizkušancem v hladilni komori
Figure 9: Fatigue crack propagation measurement with the test specimen in the cooling chamber

nm/cikel). Za Parisovo funkcijo dobimo v tem primeru: $da/dN = 1.98 \times 10^{-15} \Delta K^{6.03}$. Velika vrednost eksponenta m in zato velika hitrost napredovanja utrujenostne razpoke ustreza razmeroma nizki lomni žilavosti prečno orientiranih preizkušancev, kjer smer napredovanja razpoke sovпада s smerjo valjanja. Za analizo pa tega rezultata nismo uporabljali, saj ima smer napredovanja utrujenostnih razpok na mostnem nosilcu praviloma prečno orientacijo, torej pravokotno na smer valjanja lamele oziroma profila.

4 Analiza rezultatov

Eksperimenti so pokazali, da je preiskana lamela sicer izdelana iz jekla, ki je po svoji sestavi blizu Č.0362, vsebuje pa po sedanjih predpisih preveč žvepla. V jeklu je zato mnogo drobnih in razpotegnjenih sulfidnih vključkov pa tudi številni nizi vključkov alumosilikatnega tipa. Zaradi vključkov, ki so razpotegnjeni v smeri valjanja, ima preiskano jeklo izrazito anizotropijo žilavosti. Za J_{Ic} pri temperaturi 0°C smo zato izbrali dovolj konzervativno vrednost, vsega: $J_{Ic} = 15 \text{ N mm}^{-1/2}$. Hitrost napredovanja utrujenostne razpoke v smeri valjanja lamele, izmerjena pri temperaturi +1°C je zato dokaj velika (eksponent m v Parisovi enačbi presega vrednost 6). Prečno na smer valjanja - to pa je smer, ki je v obravnavanem primeru vzdolžnega nosilca oziroma lamele za analizo relevantna - je hitrost napredovanja utrujenostne razpoke bistveno manjša, saj vključki blokirajo njeno napredovanje, za reiniciiranje pa razpoka potrebuje dodatno energijo (zato so večje tudi izmerjene energije loma z vzdolžno orientiranimi Charpyjevimi preisku-



Slika 10: Hitrost napredovanja utrujenostne razpoke da/dN v odvisnosti od amplitude faktorja intenzitete napetosti ΔK . Vzdolžna smer napredovanja razpoke; temperatura +1°C
Figure 10: Crack propagation rate da/dN vs. stress intensity range factor ΔK . Longitudinal direction of crack propagation; temperature of +1°C

šanci). Pri temperaturi $+1^{\circ}\text{C}$ smo pri napredovanju utrujenostne razpoke v prečni smeri namerili eksponent m v Parisovi enačbi $m = 2.58$, kar se ujema s konzervativno Hansenovo oceno, ki za stare mostove jemlje kar $m = 3$.

V analizi smo nadalje upoštevali naslednje podatke: premer kovic $\phi 25$ mm, profil UNP 26 in lamelo dimenzij 75×9 mm (prerez diagonale = 11010 mm^2), maksimalno napetost $\sigma_{\max} = 96.92 \text{ MPa}$ ter minimalno napetost $\sigma_{\min} = 1.9 \text{ MPa}$ ($\Delta\sigma = 95 \text{ MPa}$). Maksimalne in minimalne napetosti smo določili po izvednotenju vplivnice za silo v obravnavani diagonalni, in sicer za obtežno shemo lokomotive serije 06 in za dimenzije po načrtih mostu.

Kritično razpoko smo določili po W. Hensenu⁸. Pri širini lamele $W = 75$ mm (v diagramu na **sliki 1** je najmanjša širina $W = 80$ mm), kritični vrednosti integrala J , $J_{Ic} = 15 \text{ N mm}^{-1}$ ter napetostnem nivoju $\sigma/\sigma_{ys} = 0,32$, za kritično dolžino razpoke odčitamo iz diagrama približno $a_c = 29$ mm. V tem računu je upoštevana samo lamela, ne pa tudi nosilni prerez v celoti. Kritično dolžino razpoke smo zato izračunali še za profil UNP 26 širine 220 mm in dobili $a_c = 67$ mm, kar je vsekakor bolj realno.

Število ciklov N , pri katerem razpoka zraste od začetne dolžine $a_0 = 25$ mm do kritične dolžine $a_c = 67$ mm, smo določili z integriranjem enačbe (13). Ker pa gre v tem primeru za neelementarni integral, smo se odločili za reševanje z diferenčno metodo in za numerično integracijo. Pri tem smo upoštevali tudi možnost, da so lahko v posameznih časovnih intervalih konstanti C in m v Parisovi enačbi, pa tudi amplituda $\Delta\sigma$, različne. Najrealnejšo oceno smo dobili v primeru, ko odpove lamela in nosi le osnovni prerez nosilca UNP 26. Tedaj dobimo za število propagacijskih ciklov utrujenostne razpoke $N_p = 51.618$. Pri 17.265 vlakih letno (podatek za leto 1995: 7.794 tovornih in 9.471 potniških vlakov) bi to pomenilo 2,9 let od trenutka, ko se utrujenostna razpoka pojavi. V tem času namreč utrujenostna razpoka pod glavo zakovice zraste od začetne do kritične velikosti. Zgornja ocena je na varni strani, ker upošteva, da je vsaka obremenitev maksimalna. Ker v praksi ni tako, smo razvili metodo, ki upošteva tudi različne obremenitve in njim pripadajoče število propagacijskih ciklov. Pri takem načinu se pri železniškem mostu čez Dravo na Ptuj število propagacijskih ciklov poveča za približno 30%. Na osnovi vsega navedenega lahko predpišemo periodična inšpekcijska obdobja, v katerih morajo biti pregledani vsi vitalni deli mosta. Ta čas mora biti seveda občutno krajši od izračunanega kritičnega časa. Metoda določevanja preostale uporabnosti konstrukcije, ki je bila uporabljena pri našem delu, temelji na lomnomehanski analizi hitrosti napredovanja utrujenostne razpoke. Predpostavljamo namreč, da je začetna razpoka dolžine a_0 že prisotna, računamo pa število ciklov propagacije N_p , potrebnih, da razpoka "zraste" do kritične velikosti a_c . Takšen način je utemeljen pri starih konstrukcijah, pri katerih je akumulacija poškodb (največkrat v obliki utrujenostnih inicialov na površini mate-

riala, kjer so delujoče napetosti največje) že tolikšna, da je morebitni obstoj utrujenostnih makrorazpok že dejstvo, s katerim je potrebno računati. Žal pa nam mehanika loma ne pove, po kolikšnem času eksploatacije se bo pojavila prva makrorazpoka, ki bo sposobna nadaljnega napredovanja; ne vemo torej, kolikšno bo število ciklov za porajanje utrujenostne mikrorazpoke, kar pomeni - ob predpostavki, da se osnovne mehanske lastnosti jekla v obdobju eksploatacije konstrukcije ne spremenijo - da uporabljena metoda za izračunavanje preostale uporabnosti načeloma ne ločuje med "novim" in "starem" mostom. Rešitvi navedenega problema se za silo lahko približamo z Mansonovim pravilom (Manson Double Linear Damage Rule)¹⁹⁻²⁰. S. S. Manson je namreč predložil za propagacijske cikle utrujenostne razpoke naslednji izraz:

$$N_p = P N_f^r \quad (16)$$

pri čemer je N_p število propagacijskih ciklov, potem ko je bila razpoka že iniciirana, N_f je celotno število ciklov do loma, P in r pa sta konstanti, ki ju je Manson določil eksperimentalno. Ugotovil je, da za večino konstrukcijskih jekel velja empirična ugotovitev: $N_p = 14 N_f^{0.6}$. Za iniciacijske cikle N' potem dobimo:

$$N' = N_f - 14 N_f^{0.6} \quad (17)$$

V našem primeru privzamemo število propagacijskih ciklov, na primer $N_p = 50.000$, in z enačbo (16) izračunamo celotno število ciklov do loma N_f . Dobimo $N_f = 833.000$ ciklov. Število ciklov iniciacije bo torej $833.000 - 50.000 = 783.000$, kar pri nespremenjeni gostoti prometa približno 17.000 vlakov letno pomeni 46 let. Skoraj pol stoletja je torej potrebo, da pride do statistično verjetnega pojavljanja prve makrorazpoke, ki nato lahko utrujenostno napreduje. Ker je kovičeni železniški most na Ptuj prav takšne starosti, je torej smiselno pričeti s periodičnimi inšpekcijskimi pregledi tega mosta.

5 Sklepi

S teoretične in eksperimentalne plati je opisana metoda določevanja preostale uporabnosti kovičenega jeklenega železniškega mosta čez Dravo na Ptuj. Iz natezno obremenjene diagonale tega mosta je bila odvzeta lamela, iz nje pa narejeni preizkušanci za določevanje mehanskih lastnosti, vključno lomne žilavosti jekla (integral J) in hitrosti napredovanja utrujenostne razpoke. Konstrukcijsko jeklo, iz katerega je bila izdelana preiskovana lamela, je imelo mnogo žvepla, mehanske lastnosti jekla pa so pokazale izrazito anizotropijo. Eksponent m v Parisovi enačbi, ki določa hitrost napredovanja utrujenostne razpoke, dosega pri temperaturi $+1^{\circ}\text{C}$ in pri prečnem napredovanju razpoke - ta smer je v konkretnem primeru lamele relevantna - vrednost $m > 3$, medtem ko je pri vzdolžnem napredovanju razpoke m še mnogo večji. Pri gostoti prometa približno 17.000 vlakovnih kompozicij letno, dobimo za kritični čas, to je

čas, v katerem razpoka začetne dolžine a_0 (to je dolžina, ki jo je mogoče defektoskopsko identificirati) doseže kritično velikost a_c , vrednost $t_c = 2.9$ let. Periodična inšpekcijska obdobja morajo biti zato nekoliko krajša od ugotovljenega kritičnega časa. Iz znanega števila ciklov napredovanja utrujenostne razpoke smo izračunali še približno število ciklov porajanja utrujenostne makro-razpoke. Uporabili smo metodo po Mansonu¹⁹⁻²⁰ in za obdobje iniciiranja razpoke dobili $t_i = 46$ let. Po tem času od začetka eksploatacije mosta je torej z neko statistično verjetnostjo mogoče pričakovati pojavljanje prvih utrujenostnih razpok in je zato tudi smiselno pričeti preje omenjene periodične inšpekcijske preglede vitalnih elementov mosta.

6 Literatura

- ¹ W. Dahl, G. Sedlacek: *Untersuchungen zur Ermittlung der Sicherheit und Restnutzungsdauer der Ackerfuehrbruecke in Duisburg*, Gutachten im Auftrag der Stadt Duisburg, 1986
- ² W. Dahl, G. Sedlacek: *Untersuchungen zur Ermittlung der Sicherheit und Restnutzungsdauer der Karl-Lehr-Bruecke in Duisburg*, Gutachten im Auftrag der Stadt Duisburg, 1986
- ³ W. Dahl, G. Sedlacek: *Untersuchungen zur Ermittlung der Sicherheit und Restnutzungsdauer der U-Bahnbruecken zwischen Gleisdreieck und Bahnhof Moeckerbruecke in Berlin*, Expertise for Railway Authority in Berlin, 1990
- ⁴ W. Dahl, G. Sedlacek: *Untersuchungen zur Ermittlung der Sicherheit und Restnutzungsdauer der Anhalter-Bahn-Bruecke in Berlin*, Expertise for Railway Authority in Berlin, 1989
- ⁵ G. Sedlacek, W. Dahl, W. Schumann: Method to back decisions on residual safety of bridges, *IVBH-Kolloquium "Residual fatigue life of structures"*, Lausanne, 1990
- ⁶ G. Sedlacek, W. Hensen, J. Bild, W. Dahl, P. Langenberg: Verfahren zur Ermittlung der Sicherheit von alten Stahlbruecken unter Verwendung neuester Erkenntnisse der Werkstofftechnik, *Bauingenieur*, 67, 1992, 129-136
- ⁷ G. Sedlacek, W. Hensen: New assessment methods for the residual safety of old steel bridges, *Steel Research*, 64, 1993, 478-483
- ⁸ W. Hensen: *Grundlagen fuer die Beurteilung der Weiterverwendung alter Stahlbruecken*, Aachen 1992 (Dr.-Ing.-Diss. RWTH Aachen)
- ⁹ G. Sedlacek, W. Hensen: New assesment methods for the residual safety of old steel bridges, *Nordic Steel Construction Conference 95*, Malmö, June 19-21, 1995, Proceedings, 1, 239-251
- ¹⁰ K. Eriksson: On the effect of corrosion and stress concentration upon the fatigue life of steel structures, *Nordic Steel Construction Conference 95*, Malmö, June 19-21, 1995, Proceedings, 1, 123-129
- ¹¹ P. Juhas, J. Krivaček: Determination and Verification of Fatigue Life-Time of Steel Bridges, *Nordic Steel Construction Conference 95*, Malmö, June 19-21, 1995, Proceedings, 1, 369-374
- ¹² B. Akesson, B. Edlund: Extended Service Life For Riveted Railway Bridges, *Nordic Steel Construction Conference 95*, Malmö, June 19-21, 1995, Proceedings, 1, 269-276
- ¹³ P. M. Kunz, G. L. Kulak: Remaining Fatigue Life of Steel Bridges, *Nordic Steel Construction Conference 95*, Malmö, June 19-21, 1995, Proceedings, 1, 253-260
- ¹⁴ O. L. Bowie: Analysis of an infinite plate containing radial crack originating at the boundary of an internal circular hole, *J. Math. and Phys.*, 25, 1956, 60-71
- ¹⁵ D. Broek: *The Practical Use of Fracture Mechanics*, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht/Boston/London, 1988
- ¹⁶ B. Ule, J. Vojvodič-Gvardjančič, M. Lovrečič-Saražin: The effect of strain-aging on the fracture toughness of some structural grade steels in the nil-ductility temperature range, *Canadian Metallurgical Quarterly*, 35, 1996, 2, 159-168
- ¹⁷ B. Ule: Merjenje napredovanja utrujenostnih razpok v kovinskih materialih, 2. slovenski dnevi jeklenih konstrukcij, Ljubljana, 11. in 12. maj 1995, zbornik str. 249-255
- ¹⁸ R. O. Ritchie, J. F. Knott: Mechanisms of Fatigue Crack Growth in Low Alloy Steel, *Acta Metall.*, 21, 1973, 639
- ¹⁹ S. S. Manson: Interfaces Between Fatigue, Creep and Fracture, *Proceedings of International Conference on Fracture*, Vol. 1, Japanese Society for Strength and Fracture of Metals, Sendai, Japan, Sept. 1965, and International Journal of Fracture Mechanics, March, 1966
- ²⁰ S. S. Manson, J. C. Frecke, C. R. Ensign: Application of a Double Linear Damage Rule to Cumulative Fatigue, *Fatigue Crack Propagation*, STP-415, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1967, 384

Perspektive navarjanja v orodjarstvu

The Future of Surfacing in Tool Making

R. Kežar¹, ZRMK Ljubljana

L. Kosec, NTF Oddelek za materiale in metalurgijo, Univerza v Ljubljani

A. Lagoja, SŽ-ŽJ, ACRONI Jesenice

Prejem rokopisa - received: 1996-01-10; sprejem za objavo - accepted for publication: 1996-10-15

Tehnologije varjenja, navarjanja in nabrizgavanja se v orodjarstvu vse prepočasno uveljavljajo. Spoznanje, da z navarjanjem lahko izdelamo na osnovi iz konstrukcijskega jekla samo delovne robove in obremenjene ploskve orodja v izbrani kvaliteti dragega orodnega jekla, pogosto spremlja nezaupanje osnovano na negativnih izkušnjah orodjarjev pri varjenju orodnih jekel, ki je resnično zelo zahtevno. Izdelava novega orodja je varivostno manj problematična, saj sami izberemo mehansko in varivostno najprimernejši osnovni material ter nanj navarjamo glede na pričakovane obremenitve izbrano sestavo orodnega jekla ali posebne zlitine. Izdelava preoblikovalnih valjčnic za krivljenje toplo valjanih trakov v profile željenih oblik z navarjanjem je zelo ekonomična. Ker je delež navara majhen (okoli 5%-en) je priporočljivo navarjati najkvalitetnejše obrabno odporne zlitine, ki kar najbolj ustrezajo obremenitvam v praksi. Z razvojem legiranih aglomeriranih praškov, ki omogočajo enoslojno navarjanje močno legiranih nanosov najrazličnejših sestav na konstrukcijska jekla, ter novih tehnik navarjanja z večžično elektrodo in v Cu-kokilo, je postalo navarjanje pod praškom zelo zanimiva, gospodarna in perspektivna tehnologija v orodjarstvu.

Ključne besede: orodja, navarjanje, mehanizmi obrabe, tribološko testiranje navarov, navarjanje pod legiranimi praški z večžično elektrodo, navarjanje v Cu-kokilo, mikrostruktura in obrabna odpornost navarov

Welding, surfacing and spraying technologies are getting valued in tool making too slowly. There is often a certain distrust accompanying the disclosure that working edges and tool surfaces subject to wear may be surfaced and quality equal to that of expensive tool steels achieved. This mistrust is based on negative experiences of tool makers gained in welding of tool steels, which is indeed a very exacting job. Making a new tool is less problematic as regards weldability since we select the most suitable parent metal as regards mechanical properties and weldability ourselves and then we surface a selected composition of tool steel or of a special alloy depending on the load expected. Production of forming roller tables for bending hot-rolled strips into profiles of required shapes by surfacing is very economic. The percentage of torque being low (around 5%), it is recommended to carry out surfacing with high-quality wear-resistant alloys, which are most appropriate for actual loads. Thanks to the development of alloyed agglomerated fluxes, which permit surfacing of high-alloyed agglomerated deposits of various compositions on structural steels, and of new surfacing processes with multiple-wire electrode and in the copper mould, submerged-arc surfacing has turned out a very interesting, economic and promising technology for tool manufacture.

Key words: tools, surfacing, wear mechanisms, tribologic testing of surfacings, submerged arc surfacing with multiple-wire electrode and with alloyed fluxes, Cu-mould, microstructure and wear resistance of surfacings

1 Izdelava preoblikovalnih valjčnic z navarjanjem

Toplo valjane trakove preoblikujemo (krivimo) večstopenjsko med profiliranimi preoblikovalni valjčnicami v profile željenih oblik. Med preoblikovanjem se preoblikovalne valjčnice zaradi trenja, visokih pritiskov in segrevanja zelo neenakomerno obrabljajo. Na **sliki 1** so prikazana obrabno najbolj obremenjena mesta profiliranih preoblikovalnih valjčnic pri izdelavi kotnikov in "U" - profilov¹.

Obrabljanje obremenjenih področij preoblikovalne valjčnice je odvisno od izbire materialov za njihovo izdelavo. Zelo primeren material za te namene so legirana jekla za cementiranje (n.pr.: EC 100 oz. Č.4321 - kvaliteta je odvisna od debeline cementiranega sloja) in orodna jekla (n.pr. Merilo, OCR 12 ..., preoblikovalne valjčnice so zelo kvalitetne vendar tudi zelo drage). Postopki navarjanja pa omogočajo, da izdelamo samo obremenjene površine preoblikovalne valjčnice v kvaliteti dragega obrabno odpornega jekla, ves preostali del valjčnice pa iz cenenejšega konstrukcijskega jekla (**slika 2**).

Izračun deleža navara na segmentu preoblikovalne valjčnice:

$$\% \text{ navara} = \frac{\pi \cdot r^2 \cdot d \cdot \rho - \pi (r-a)^2 \cdot d \cdot \rho}{\pi \cdot r^2 \cdot d \cdot \rho} \cdot 100 = \frac{r^2 - (r-a)^2}{r^2} \cdot 100$$

I. $2r = 170 \text{ mm}$; $d = 40 \text{ mm}$; $a = 3 \text{ do } 5 \text{ mm}$

$a_1 = 3 \text{ mm}$; % navara = 6,9

$a_2 = 5 \text{ mm}$; % navara = 11,4

II. $2r = 400 \text{ mm}$; $d = 40 \text{ mm}$; $a = 3 \text{ do } 5 \text{ mm}$

$a_1 = 3 \text{ mm}$; % navara = 3,0

$a_2 = 5 \text{ mm}$; % navara = 4,9

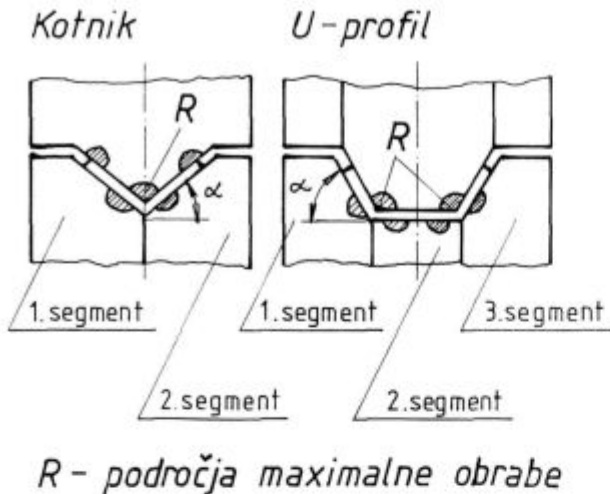
Delež navara na celotno preoblikovalno valjčnico je zelo nizek - v povprečju okoli 5%. To zagotavlja gospodarnost pri ravnanju z dragimi kovinami, ki so sestavina obrabno odpornih jekel ali izbranih zlitin. Zaradi majhnega deleža navara je ekonomično in priporočljivo navarjati najkvalitetnejše obrabno odporne zlitine, ki najbolj ustrezajo obremenitvam v praksi²⁻⁹.

2 Izbira postopka in dodatnega materiala

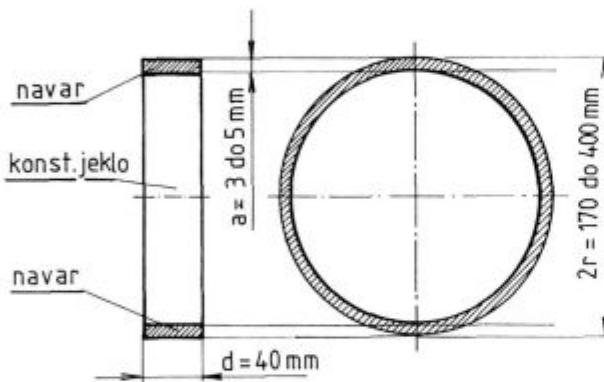
2.1 Postopki navarjanja

Pri navarjanju na konstrukcijsko jeklo je zelo pomembno, da je razredčenje navara zaradi taljenja os-

¹ Prof.dr. Rajko KEŽAR
Zavod za raziskavo materiala in konstrukcij
1000 Ljubljana, Dimičeva 12



Slika 1: Področja maksimalne obrabe preoblikovalnih valjčnic pri izdelavi kotnikov in "U" - profilov iz traku¹
Figure 1: Zones of maximum wear of forming roller tables in making angles and U-profiles from strip¹



Slika 2: Izgled navarjenega segmenta preoblikovalne valjčnice
Figure 2: Appearance of a surfaced segment of a roller table

novnega materiala čim manjše. Zaradi mešanja navara z osnovo moramo zelo pogosto navarjati večslojno¹⁰⁻¹⁶.

Majhen uvar je značilen za postopke z majhnim vnosom toplote (plamensko, TIG in ročno obločno navarjanje). Hiba omenjenih postopkov je nizka produktivnost. Pri bolj produktivnih postopkih (MIG/MAG in EPP) pa je zaradi večjega vnosa toplote tudi taljenje osnovnega materiala znatno intenzivnejše. Pri navarjanju pod praški (EPP) lahko uvarjanje v osnovo zelo učinkovito zmanjšamo z dodajanjem kovin in kovinskih zlitin preko praška v oblok in varilno kopol¹⁷⁻²².

2.2 Legirani aglomerirani praški

Navarjanje pod legiranimi aglomeriranimi praški omogoča, da tudi konstrukcijska nelegirana in malolegirana jekla lahko enoslojno visoko produktivno platiramo z močno legiranimi nanosi. Razredčenje navara, ki ga povzroči taljenje osnovnega materiala ter odgorevanje le-

girnih elementov, nadomestimo z dodatnim legiranjem navara preko legiranega aglomeriranega praška.

Za platiranje segmentov preoblikovalnih valjčnic smo razvili legirane aglomerirane praške za navarjanje izbranih sestav obrabno odpornih nanosov. Orientacijska sestava legirnih dodatkov v prašku je podana v **tabeli 1**, kemijske sestave enoslojnih navarov z eno elektrodo "EPP 2", ϕ 3 mm ($I = 450$ A, $U = 40$ V) pa v **tabeli 2**.

Tabela 1: Orientacijska sestava legirnih dodatkov v izbranih legiranih aglomeriranih praških

| Varilni prašek | Legirni dodatki v prašku | Σ v % |
|----------------|--|--------------|
| 0-7 SM | FeMn, FeCr in FeMo | 18 |
| OS-E 1 | FeSi, FeCr in FeMo | 13 |
| U-Mo 1 | FeSi, FeCr, FeMo in FeV | 36 |
| U-Mo 6 | FeSi, FeCr, FeMo, FeW, FeV in karburit | 41 |

Tabela 2: Kemijske sestave enoslojnih navarov z eno elektrodo "EPP 2", ϕ 3 mm pod izbranimi legiranimi praški ($I = 450$ A, $U = 40$ V)

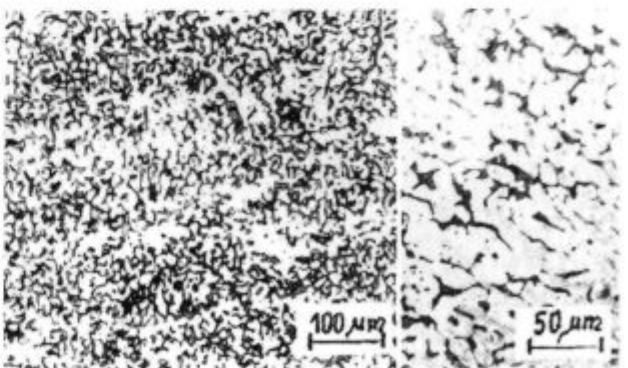
| Varilni prašek | Uvar (%) | C (%) | Si (%) | Mn (%) | Cr (%) | Mo (%) | W (%) | V (%) |
|----------------|----------|-------|--------|--------|--------|--------|-------|-------|
| 0-7 SM | 55 | 0,4 | 0,4 | 0,8 | 5,0 | 0,4 | - | - |
| OS-E 1 | 55 | 0,2 | 0,6 | 0,5 | 1,4 | - | 1,9 | - |
| U-Mo 1 | 50 | 0,4 | 0,7 | 0,4 | 7,0 | 1,7 | - | 0,6 |
| U-Mo 6 | 46 | 0,8 | 1,0 | 0,4 | 7,5 | 1,8 | 0,5 | 0,9 |

Obrabna odpornost navarov, ki smo jo določali na tribometru "Amsler" (8 in 9) je v tesni zvezi s trdoto (**tabela 3**) in strukturo (**slike 3, 4 in 5**) navarov.

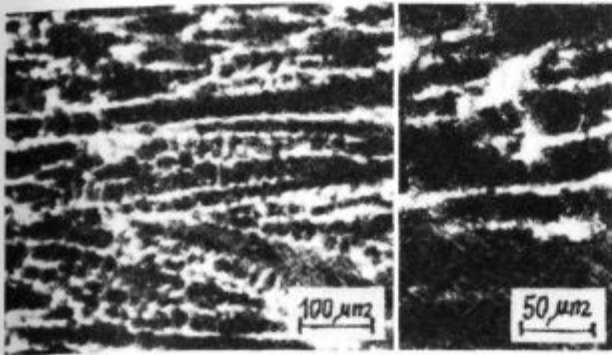
Tabela 3: Rezultati trdot ter meritev obrabe enoslojnih navarov z eno elektrodo EPP 2, ϕ 3 mm pod izbranimi legiranimi aglomeriranimi praški

| Varilni prašek | Obraba (Brus-H10; $P_N=200$ N/cm, $v=1$ m/s, $t=1$ min) (mg) | povpr. | ϵ (%) |
|----------------|--|--------|----------------|
| 0-7 SM | 111,3; 189,9 | 150,6 | 26 |
| OS-E 1 | 606,1; 360,7 | 483,4 | 84 |
| U-Mo 1 | 350,0; 265,2 | 307,6 | 54 |
| U-Mo 6 | 393,2; 218,0 | 305,6 | 53 |

Obraba primerjalnega vzorca (konstrukcijsko jeklo): 513,6; 632,8 ... povpr. 573,2 mg.



Slika 3: Mikrostruktura navara z eno elektrodo "EPP 2" pod praškom "OS-E1" - feritna z maloogljčnim martenzitom
Figure 3: Microstructure of a surfacing made by submerged arc surfacing with single electrode "EPP 2" and flux "OS-E 1" - ferrite with low-carbon martensite



Slika 4: Mikrostruktura navara z enojno elektrodo "EPP 2" pod praškom "U-Mo 1" - martenzita z zaostalim avstenitom
Figure 4: Microstructure of a surfacing made by submerged arc surfacing with single electrode "EPP 2" and flux "U-Mo 1" - martensite with residual austenite



Slika 5: Mikrostruktura navara z enojno elektrodo "EPP 2" pod praškom "U-Mo 6" - feritna z maloogljčnim martenzitom
Figure 5: Microstructure of a surfacing made by submerged arc surfacing with single electrode "EPP 2" and flux "U-Mo 6" - ferrite with low-carbon martensite

Iz kemičnih analiz (tabela 2) in struktur navarov (slike 3, 4 in 5) je razvidno, da moramo predvsem pri močnejše legiranih navarih zvišati vsebnost ogljika, če želimo dobiti bolj trde in obrabno odpornejše nanose.

Najbolj zanimiva praška za navarjanje segmentov valjčnic sta "0-7 SM" in "U-Mo 6", ki pa mu moramo zvišati vsebnost karburita (povečati legiranje navara z ogljikom). Z izbranimi praškoma smo navarjali še po postopku z večkratno elektrodo (tabela 4), ki je posebno primeren kadar želimo znižati taljenje osnovnega materiala - zmanjšati delež uvara^{14-16,23}.

Tabela 4: Kemijski sestavi enoslojnih navarov s trojno elektrodo "VAC 60", ϕ 1,6 mm pod legiranimi praškoma "0-7 SM" in "U-Mo 6" (I = 185 A/žico, U = 44 V)

| Varilni prašek | Uvar (%) | C (%) | Si (%) | Mn (%) | Cr (%) | Mo (%) | W (%) | V (%) |
|----------------|----------|-------|--------|--------|--------|--------|-------|-------|
| 0-7 SM | 15 | 0,5 | 0,6 | 1,1 | 7,0 | 0,6 | - | - |
| U-Mo 6 | 10 | 1,5 | 1,5 | 0,5 | 14,3 | 3,4 | 0,7 | 1,7 |

Iz meritev obrabne odpornosti navarov (tabela 5) in iz mikrostruktur (slike 6 in 7) vidimo, da je količina karbidotvornih elementov v navarih s trojno elektrodo (tabela 4), glede na vsebnost ogljika, previsoka. V navaru

pod praškom "U-Mo 6" je ves ogljik v karbidnem evtektiku med dendridi ferita in zaostalega avstenita, ki ne nudijo trdemu evtektiku zadostne opore za dobro abrazijsko odpornost.

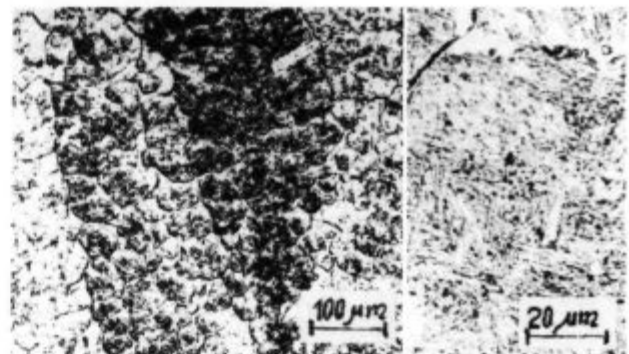
Tabela 5: Rezultati trdot in meritev obrabe enoslojnih navarov s trojno elektrodo "VAC 60", ϕ 1,6 mm pod legiranimi praškoma "0-7 SM" in "U-Mo 6"

| Varilni prašek | Trdota (HRc) | Obraba (Brus-H10; P _N =200 N/cm, v=1 m/s, t=1 min) | | |
|----------------|--------------|---|--------|-------|
| | | (mg) | povpr. | ε (%) |
| 0-7 SM | 57 | 142,6;259,9;137,1 | 179,7 | 31 |
| U-Mo 6 | 53 | 218,0;126,1;154,3 | 166,1 | 29 |

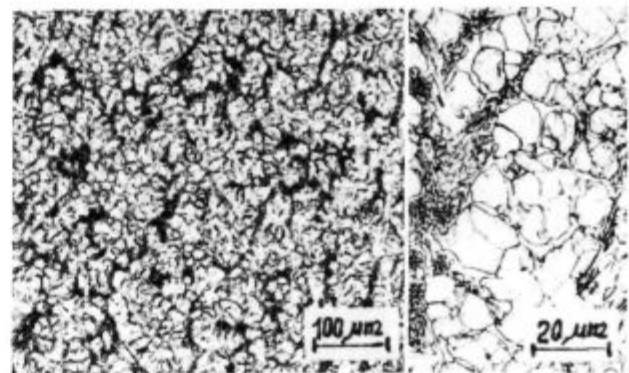
Obraba primerjalnega vzorca (konstrukcijsko jeklo): 513,6; 632,8 ... povpr. 573,2 mg.

2.3 Navarjanje preoblikovalnih valjčnic

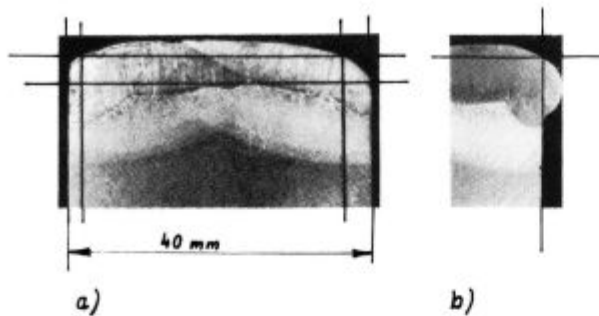
Pri produktivnih postopkih navarjanja (EPP) nastopijo poleg razredčenja navara zaradi taljenja osnove še težave zaradi velike varilne kopeli, ki so še posebej neugodne, če navarjamo na rob. Tem težavam, ki so prisotne tudi pri navarjanju segmentov preoblikovalnih valjčnic, se lahko zelo elegantno izognemo, če s Cu-kokilo ome-



Slika 6: Mikrostruktura navara s trojno elektrodo "VAC 60" pod praškom "0-7 SM" - martenzita
Figure 6: Microstructure of a surfacing made by submerged arc surfacing with triple electrode "VAC 60" and flux "0-7 SM" - martensite



Slika 7: Mikrostruktura navara s trojno elektrodo "VAC 60" pod praškom "U-Mo 6" - karbidni evtektik med dendridi ferita in zaostalega avstenita
Figure 7: Microstructure of a surfacing made by submerged arc surfacing with triple electrode "VAC 60" and flux "U-Mo 6" - carbide eutectic in the middle of ferrite and residual-austenite dendrites



Slika 8: Navarjen rob segmenta preoblikovalne valjčnice z uporabo a) ravne Cu-kokile, b) oblikovane Cu-kokile

Figure 8: Surfaced edge of a segment of a forming roller table made by using a) a straight Cu mould, b) a shaped Cu mould

jimo navar na robu segmenta ter tako preprečimo iztekanje taline iz kopeli navara (slika 8).

Navarjanje segmentov preoblikovalnih valjčnic z uporabo oblikovane Cu-kokile je zelo perspektivno. Navari so lepo oblikovani. Stroški za mehansko obdelavo so zato manjši. Ker je izkoristek navara zelo visok, je navarjanje po opisanem postopku zelo ekonomično tudi zaradi manjše porabe dragih dodatnih materialov.

3 Zaključek

Navarjanje je zelo perspektiven postopek obnavljanja in izdelave novih orodij. Pri vseh navarjanjih s taljenjem pa moramo mikrostrukturnim spremembam v toplotno vplivanem področju posvetiti posebno pozornost, še posebno kadar navarjamo na kakovostnejša jekla ali zlitine in kadar obnavljamo orodja.

Z razvojem legiranih aglomeriranih praškov, ki omogočajo enoslojno navarjanje močno legiranih nanosov najrazličnejših sestav na konstrukcijska jekla, je postalo navarjanje pod praškom zelo zanimiva in perspektivna tehnologija za orodjarstvo.

Navarjanje z večžično elektrodo pod legiranimi aglomeriranimi praški z uporabo oblikovane Cu-kokile je zelo obetaven in gospodaren postopek platiranja obrabno obremenjenih površin preoblikovalnih valjčnic.

4 Literatura

¹ Bogojawlinskij, Meubauer, Ris: *Technologie der Fertigung von Leichtbauprofilen*, Deutsche Verlag Grundstoffindustrie, Leipzig 1979

- ² R. Kejžar: Hardfacing by submerged arc welding. *Proceedings of the 2nd international conference on tooling "Neue Werkstoffe und Verfahren für Werkzeuge"*, Bochum 1989, 301/314
- ³ R. Kejžar: Refinement of working surfaces by submerged arc hardfacing. *Proceedings of the international conference on the joining of materials, JOM-5*, Helsingor 1991, 117/126
- ⁴ R. Kejžar: Izdelava orodij z navarjanjem. *Zbornik 40. posveta o metalurgiji in kovinskih gradivih*, Portorož/Ljubljana 1989, 201/224
- ⁵ R. Kejžar: Izdelava in vzdrževanje orodij z navarjanjem. *Varilna tehnika*, 32, 1983, 4, 81/83
- ⁶ R. Kejžar: Izdelava in obnavljanje orodij z navarjanjem. *Zbornik seminarja "Materiali in sodobna izdelava"*, Ljubljana 1991, 117/136
- ⁷ H. Uetz: *Abrasion und Erosion*. Carl Hanser Verlag, München, Wien 1986
- ⁸ R. Kejžar: Wear-resistance of built-up claddings. *Proceedings of the international conference on the joining of materials, JOM-7*, Helsingor 1995, 261/272
- ⁹ R. Kejžar, V. Živkovič: Kvaliteta abrazijsko odpornih navarov. *Kovine-zlitine-tehnologije*, 29, 1995, 1-2, 120/122
- ¹⁰ R. Kejžar: Navarjanje močno legiranih nanosov na konstrukcijska jekla. *Varilna tehnika*, 41, 1992, 4, 96/101
- ¹¹ Weld Surfacing and Hardfacing. *The Welding Institute*, Abington Hall Abington Cambridge CB1 GAL, 1980
- ¹² R. Kejžar: Produktivno navarjanje orodij. *Strojniški vestnik - Tribologija*, 36, 1990, 10-12, 217/220
- ¹³ R. Kejžar: Platiranje konstrukcijskih jekel z navarjanjem. *Kovine-zlitine-tehnologije*, 28, 1994, 1-2, 95/100
- ¹⁴ R. Kejžar: Razširjene perspektive navarjanja močno legiranih nanosov. *Kovine-zlitine-tehnologije*, 29, 1995, 1-2, 113/116
- ¹⁵ R. Kejžar: One-layer submerged arc surfacing of high-alloyed claddings with single and multiple electrodes and with alloyed agglomerated powders. *Proceedings of the international conference on the joining of materials, JOM-6*, Helsingor 1993, 455/463
- ¹⁶ R. Kejžar: Submerged arc surfacing with multiple-wire electrode and alloyed agglomerated fluxes. *Proceedings of the international conference on the joining of materials, JOM-7*, Helsingor 1995, 273/279
- ¹⁷ R. Kejžar: Perspektive aglomeriranih varilnih praškov. *Zbornik 38. posveta o metalurgiji in kovinskih gradivih*, Portorož/Ljubljana 1987, 87/98
- ¹⁸ R. Kejžar: Legirani praški za posebna navarjanja. *Rudarsko metalurški zbornik*, 38, 1991, 2, 275/290
- ¹⁹ R. Kejžar: Sintetični minerali - izdelane surovine aglomeriranih varilnih praškov. *Zbornik 41. posveta o metalurgiji in kovinskih gradivih*, Portorož/Ljubljana 1990, 201/224
- ²⁰ R. Kejžar: Prednosti uporabe novih sintetičnih repromaterialov. *Kovine-zlitine-tehnologije*, 27, 1993, 1-2, 258/259
- ²¹ R. Kejžar: Alloying processes in submerged arc surfacing with alloyed agglomerated fluxes. *IIV/ISS Glasgow 1993*, Doc. 212-844-93
- ²² R. Kejžar, B. Kejžar: Dodatni materiali na osnovi izbranih sintetičnih repromaterialov z dodatkom alkaljskih oksidov. *Kovine-zlitine-tehnologije*, 28, 1994, 3, 516/519
- ²³ R. Kejžar: Some results referring to alloying of submerged arc surfacings in multiple electrode welding. *IIV/ISS Madrid 1992*, Doc. 212-813-92
- ²⁴ R. Kejžar, M. Hrženjak: Izdelava orodij z navarjanjem v kokilo. *Kovine-zlitine-tehnologije*, 26, 1992, 1-2, 257/258

Vakuumska impregnacija

Vacuum Impregnation

J. Gasperič¹, IJS Ljubljana

Prejem rokopisa - received: 1996-10-04; sprejem za objavo - accepted for publication: 1996-10-15

Vakuumska impregnacija je tehnologija, ki uporablja grobi in srednji vakuum (od 1000 do 10^{-3} mbar). Navedeni so najpogostejši primeri take impregnacije v praksi in namen ter shemi in opisa dveh vakuumskih sistemov. Kot poseben zgled je opisan način impregnacije fosilnih ostankov okostja ledenodobnega mamuta iz Prirodoslovnega muzeja Slovenije s specialnim voskom pri temperaturi okoli 120°C in tlaku pod 1 mbar.

Ključne besede: vakuumska impregnacija, impregnans, vakuumski sistem

Vacuum impregnation is a technology, where rough and medium vacuum is applied (from 1000 to 10^{-3} mbar). The most frequent examples of such type of impregnation in the praxis as well as the aim and the construction of vacuum systems are described. As a special example the vacuum impregnation of fossil bones of the ice-period mammoth from the Slovene Museum of Natural History with a special wax at the temperature about 120°C and pressure below 1 mbar is also described.

Key words: vacuum impregnation, impregnation material, vacuum system

1 Uvod

Vakuumsko impregnacijo (prepojitev) uporabljamo povsod tam, kjer želimo neko porozno snov ali predmet utrditi ali pa zaščititi pred kvarnim vplivom atmosfere, predvsem pred vlago. Le-ta je v mnogih primerih povzročitelj spremembe fizikalnih in kemijskih lastnosti snovi. Za zgled vzemimo npr. navitja elektromotorjev in transformatorjev, kjer lahko vlaga povzroči električne preboje med navitji in s tem njihovo poškodovanje ali uničenje. Podobno velja tudi za druge elektrotehnične elemente (dušilke, kondenzatorje, elektronska vezja itd.). Pri lesu in drugih organskih snoveh uporabljamo impregnacijo zato, da bi preprečili njihov razpad zaradi kemijske preobrazbe ali razkrojnega delovanja mikroorganizmov. Pri poroznih kovinah želimo z impregnacijo zapolniti drobne luknjice ali pore z impregnantom in tako preprečiti oksidacijo (npr. rjavenje pri izdelkih, sintranih iz železnih prahov). Naštevanje primerov, kjer je vakuumska impregnacija potrebna, bi nas zavedlo pre-daleč, saj jo najdemo v različnih oblikah, predvsem v elektro industriji, lesnopredelovalni, papirni, usnjarski in tekstilni industriji, v konzervatorstvu itd.

Vakuumska impregnacija se od klasične oblike impregnacije (pri atmosferskem tlaku) razlikuje po tem, da omogoča temeljito prepojitev neke snovi ali predmeta z impregnantom (prepajalom). Je neločljivo povezana z vakuumskim sušenjem, ki je njena predhodna faza. Ni si mogoče zamisliti uspešne prepojitve, če prej iz por, luknjic, razpok, kapilar, ki tvorijo z masivnimi delci snovi tki. porozno strukturo, ne odstranimo zraka in vlage. Z zrakom opravimo zelo enostavno, vlaga pa nam dela mnogo preglavic. Zato si najprej nekoliko oglejmo *vakuumsko sušenje*.

Navadno ga uporabljamo, ko je snov, ki jo želimo osušiti in nato impregnirati (prepojit), občutljiva za visoke temperature, pri katerih bi lahko prišlo do fizikalnih ali kemijskih sprememb. Sušenje v vakuumu je torej odstranjevanje (odparevanje) nezaželene vlage, tj. vode ali topil oz. hlapnih substanc, in odplinjevanje ali odstranjevanje adsorbiranih in absorbiranih plinov. Vendar mislimo, kadar govorimo o sušenju, le na odstranjevanje vlage, tj. vode, ki jo moramo najprej upariti, nastalo paro odstraniti, če pa jo je veliko, pa celo kondenzirati v posebnih zgoščevalnikih (kondenzorjih). V vakuumski tehniki razlikujemo dva načina sušenja oz. odstranjevanja vlage.

Prvi način obsega področje nad zmrziščem vode, tj. nad 0°C , kjer le-ta iz tekočega agregatnega stanja prehaja v plinasto oz. parno fazo zaradi znižanega okoliškega tlaka (vakuuma), vakuumske črpalke pa jo nato odstranijo iz sušilno-impregnacijske komore. (Obvezna je uporaba dodajanja zraka, tki. "gasbalasta", pri oljnih rotacijskih črpalkah.)

Drugi način obsega področje pod zmrziščem vode, navadno od 0 do -60°C , kjer vodna para sublimira iz ledu. Ta postopek imenujemo vakuumsko sušenje v zmrznjenem stanju ali liofilizacija (angl. freeze-drying), ki pa ga pri impregnacijah (vsaj zavestno) ne uporabljamo. Zgodí pa se lahko samodejno, če prehitro izčrpavamo vlago in temperatura snovi pade pod zmrzišče. (Uporaba liofilizacije je znana v farmacevtski in prehranski industriji, v medicini itd.). Za odparevanje vode je namreč potrebna izparilna toplota, torej energija, ki se v vakuumu najprej odvzema iz snovi same, pri čemer se začne zniževati njena temperatura. Če ne želimo, da se snov pretirano ohladi, da temperatura ne zdrkne pod zmrzišče, ji moramo dovajati toplotno energijo, tako da med postopkom vzdržujemo konstantno hitrost odparevanja.

Vsaka snov ima nekatere svojske značilnosti zadrževanja vlage. Organske snovi, kot je npr. les, imajo

¹ Dr. Jože GASPERIČ,
Inštitut Jožef Stefan
1111 Ljubljana, Jamova 39

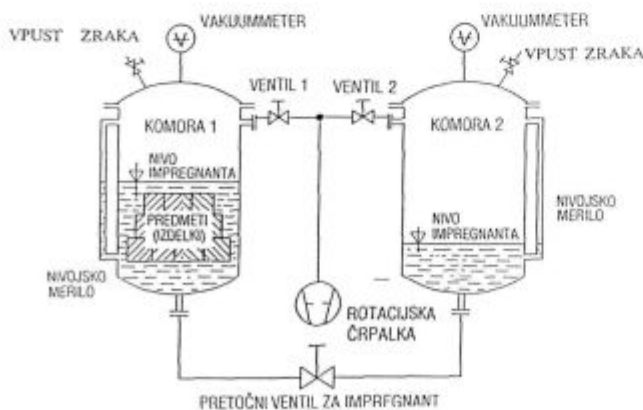
strukturo, ki je preprejena z ozkimi kanali, velikosti premera vodnih molekul. Take snovi moramo tudi pri "dobrem" vakuumu dobro pregrevali, da dobe vodne molekule, ki se zagostijo v teh kanalih, dovolj energije, da pridejo na površje in odparijo. Postopki sušenja so navadno dolgotrajni; več ur ali dni evakuiranja in pregrevanja.

Enako kot za sušenje snovi pred impregnacijo velja tudi za sušenje impregnanta, ki je navadno v tekočem stanju (olja, aralditi ali druge organske smole, laki, vinil acetati, polivinil butirali ...) ali v trdnem stanju (stearini, voski), ki jih je potrebno "spremeniti" v tekočo obliko (voske s segrevanjem do, npr., 100°C, druge snovi z raztapljanjem v topilih) posebej, torej ločeno (navadno v drugi vakuumski posodi) od snovi, ki jo hočemo impregnirati.

2 Vakuumska impregnacijska naprava za tekoče impregnante

Osnova vsake vakuumske sušilno-impregnacijske naprave je črpalka oz. črpalni sistem. Najpogosteje uporabljamo rotacijske črpalke, enostopenjske ali dvostopenjske, tudi kombinacije z Rootsovimi in difuzijskimi črpalkami, odvisno od tega, kakšen vakuum hočemo doseči, ali bolje rečeno, kako temeljito hočemo osušiti snov in impregnant pred impregnacijo (zalitjem z impregnantom). Vakuumsko sušimo v območju, ki je nekoliko mbar pod atmosferskim tlakom do 1 mbar (tki. področje grobega vakuuma), za zahtevnejše primere, kjer naj bi v snovi ostalo manj kot nekaj ppm (delcev na milijon ali deset tisočink odstotka) vlage, pa je potreben visoki vakuum (10^{-3} do 10^{-7} mbar).

Shematski prikaz preproste vakuumske impregnacijske naprave za tekoči impregnant je podan na **sliki 1**. Celoten postopek je naslednji: najprej evakuiramo komoro 1 (črpalka deluje, ventil 1 je odprt), v kateri je snov, ki jo dodobra degaziramo (odplinimo, razplinimo) in izsušimo. Nato preusmerimo črpanje na komoro 2



Slika 1: Shema vakuumske impregnacijske dvokomorne naprave za tekoče impregnante

Figure 1: Scheme of the vacuum impregnation system with two containers for liquid impregnation

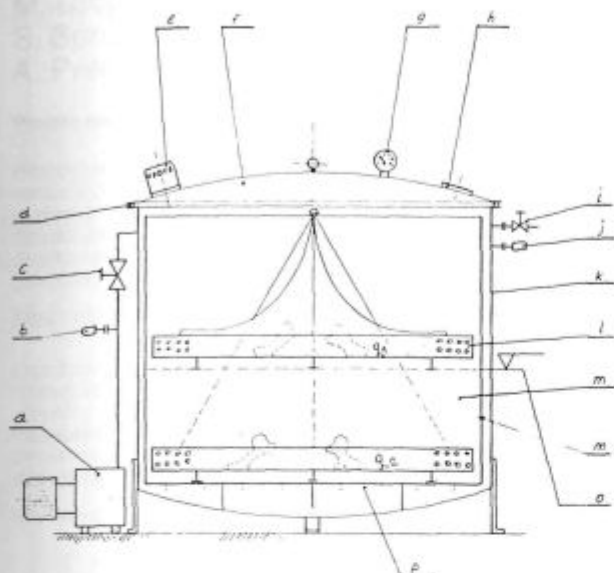
(ventil 1 zaprt, ventil 2 odprt) z impregnantom in storimo enako. Ko je oboje razplinjeno in osušeno, odpremo pretočni ventil. Iz komore 2 se začne pretakati tekoči impregnant v komoro 1 in v njej zalije postavljene predmete. Pretakanje lahko pospešimo, če v komori 2 povišamo tlak (z vpustom atm). Ko je zalitje končano, zapremo pretočni ventil in spustimo zrak v komoro 1 do atmosferskega tlaka. Ta pritisne impregnant v vse proste pore, luknje in kapilare predmetov. Tako ostanejo zapolnjene, atmosferski zrak vanje nima več pristopa. Nato evakuiramo komoro 2 in tja z vakuumom "potegnemo" preostanek tekočega impregnanta, kjer bo počakal na drugo, tretje itd. zalivanje. Delo lahko pospešimo in tudi v drugo komoro postavimo predmete za impregnacijo, jih vakuumsko osušimo in zalijemo pod vakuumom z impregnantom, ki ga "preselimo" iz prve komore v drugo, s tem da odpremo pretočni ventil.

3 Vakuumska impregnacija s trdimi impregnanti

Kot smo uvodoma že navedli, je potrebno trde impregnante pred uporabo najprej spremeniti v tekoče, da bi lahko z njimi zapolnili pore, vrzeli, kanale oz. kapilare snovi oz. predmetov, ki jih želimo impregnirati. Izbira impregnanta je odvisna od namena, ki ga želimo doseči z impregnacijo, in njegova kompatibilnost ter vakuumske zahteve, med katere spada npr. parni tlak. Različni voski imajo med trdimi impregnanti (pri sobni temperaturi) veliko prednost, saj jih s segrevanjem nad 80°C lahko stalimo, torej "utekočinimo", imajo pa tudi razmeroma nizek parni tlak pri teh temperaturah, ki je pod 1 mbar. Celotni tlak v vakuumski impregnacijski komori je zato med impregnacijo lahko enakega velikostnega reda.

Kot zgled za impregnacijo s trdim impregnantom bomo opisali postopek pri konzervaciji fosilnega okostja ledenodobnega mamuta, ki ga hranijo v Prirodoslovnem muzeju Slovenije v Ljubljani. Okostje je bilo najdeno v Nevljah pri Kamniku pri gradnji mostu l. 1938 in je v bistvu naplavina. Prvo utrjevanje je bilo opravljeno z namakanjem v raztopljenem parafinu, na zraku. Ker je bila to nevakuumska impregnacija, je bilo pričakovati, da je bila globinska prepojitev kosti majhna. To je bila torej pretežno zunanja zaščita. Kasneje so premazovali fosilne kosti še z akrilno emulzijo. Ta zaščita pa ni bila zadostna, saj so začele kosti v notranjosti prhniti in se spreminjati v prah. Grozilo je uničenje te slovenske naravne dediščine. Odločeno je bilo, da jo rešimo z vakuumsko impregnacijo, kjer bi impregnant prepojil celotne kosti, tj. tudi notranjost, in jih tako utrdil ter zaščitil pred nadaljnjim propadanjem. Navezali smo stike praktično z vsemi znanimi svetovnimi muzeji in konzervatorskimi hišami, da bi zbrali izkušnje drugih in se nato odločili za najprimernejšo pot. Ugotovili smo, da bi bila najprimernejša impregnacija s specialnim voskom, ki ga izdeluje multinacionalno podjetje Mobil, z oznako Mobilwax 2360 z naslednjimi glavnimi karakteristikami: specifična masa pri 15°C 854,1 kg/m³, viskoznost pri 100°C 14,6 mm²/s, tališče 79,8°C, vnetišče 300°C.

Pred izdelavo vakuumske komore smo izvedli laboratorijske poskuse, da bi ugotovili tehnološki postopek vakuumske impregnacije, ki je bil osnova za projektiranje naprave, ki je shematsko prikazana na **sliki 2A**, na **sliki 2B** pa izdelana naprava med preskušanjem na IJS.



Slika 2: A) Shema vakuumske impregnacijske naprave "Mamut": a- vakuumska rotacijska črpalka; b- vakuumska merilna glava, Pirani 1; c- glavni vakuumski ventil; d- "O" tesnilo; e- luč; f- pokrov; g- vakuummeter za grobi vakuum; h- okno; i- vakuumski priključki za vpust atm; j- vakuumska merilna glava, Pirani 2; k- vakuumska posoda; l- ponev s perforiranim dnom za kosti; m- Mobilwax 2360- microwax; n- posoda z voskom; o- nivo strjenega voska; p- električne grelnice; q₁- zgornja lega ponve s kostmi med evakuiranjem; q₂- spodnja lega ponve s kostmi, potopljenimi v raztaljeni vosek, med impregnacijo

B) Naprava, zgrajena na Institutu J. Stefan, med preskusom delovanja

Figure 2: A) Sheme of the vacuum impregnation system "Mammoth"; a- vacuum rotary pump; b- vacuum gauge, Pirani 1; c- main vacuum valve; d- "O"-ring; e- lamp; f- cover; g- vacuum gauge (rough); h- glass window; i- vacuum valve, air input; j- vacuum gauge, Pirani 2; k- vacuum vessel; l- basket for bones; m- Mobilwax 2360- Microwax; n- vessel for wax; o- upper level of solidified wax; p- electrical heaters; q₁- upper position of the basket with bones during evacuation; q₂- lower position of the basket with bones in melted wax during the vacuum impregnation

B) The impregnation system built at J. Stefan Institute during the working test

Postopek vakuumske impregnacije pa je v kratkem naslednji:

V vakuumski komori (prostornina okoli 2600 l), ki jo lahko hladimo z vodo in evakuiramo z enostopenjsko rotacijsko črpalko (črpalna hitrost 60 m³/h), je centrično postavljena aluminijasta posoda (prostornina 1630 l), v kateri je vosek v trdnem stanju. Na zunanji strani dna je pritrjeno 12 grelnih plošč s skupno močjo 6 kW. Kostni naložimo v veliko ponev s kovinsko mrežo na dnu in jo položimo na strjen vosek. Komoro zapremo in evakuiramo, da kosti najprej osušimo. Z laboratorijskimi poskusi smo namreč ugotovili, da je v masi kosti do 10% vlage oz. hlapljivih snovi (po vakuumskem sušenju so bile kosti do 10% lažje). Degazacija je zato dolgotrajna, navadno nekaj dni. Sledi taljenje voska, vanj potone ponev s kostmi. Talina voska je termostatirana. Najprimernejša je temperatura med 110 in 140°C. Ko se kosti segrevajo, se pojača tudi odplinjevanje oz. odparevanje vode iz notranjosti kosti, kar nazorno kažejo nastajajoči mehurčki, ki se izločajo in končajo na površini taline. V začetku je to izhajanje zelo burno. Degazacija je uspešna šele takrat, ko izhajanje mehurčkov popolnoma preneha, kar lahko traja nekaj dni. Tudi tlak, ki ga stalno merimo s Piranijevim vakuummetrom, pade pod 1 mbar. "Kuhanje" kosti v raztaljenem vosku v vakuumu pomeni tudi sterilizacijo v mikrobiološkem smislu. Sledi vpust atmosfere, odprtje pokrova komore in izklop gretnice. Atmosferski zrak potisne raztaljeni vosek v notranjost potopljenih kosti. Po približno eni uri dvignemo ponev z naloženimi kostmi nad gladino ohlajajočega se voska, da preostanek odteče. Kostni se začno polagoma hladiti, prav tako se začne počasi trditi tudi vosek v aluminijasti posodi in na kosteh ter v njih. Naprava je spet pripravljena za novo impregnacijo. Vsebnost voska in s tem uspešnost impregnacije za zdaj preprosto ugotavljamo s tehtanjem kosti pred njo in po njej. Pri laboratorijskih poskusih pri razmeroma kompaktnih kosteh smo ugotovili povečanje mase do 20%. Če upoštevamo še odstranjeno vlago med sušenjem (do 10%), je masa voska v kosteh toliko večja. Predvideno je bilo, da bi nedestruktivno ugotavljali penetracijo impregnanta z NMR in nevtronsko radiografijo, vendar poskusi še niso dali zanesljivih rezultatov.

4 Sklep

Vakuumske impregnacijske naprave navadno niso univerzalne, pač pa so zgrajene za vsak primer uporabe posebej, pri čemer projektanti upoštevajo zahteve uporabnika, med katere spadajo tako tehnične (vakuum, preostala vlaga, vrsta impregnanta, dovoljena temperatura pregrevanja, čas za eno impregnacijo itd.) kot ekonomske (število impregniranih kosov na časovno enoto, poraba in vrsta dovedene energije) in ekološke (toksičnost impregnanta). Naša naprava ni predvidena samo za impregniranje okostja mamuta, temveč tudi za druge fosile, tako s trdimi kot tekočimi impregnanti.

5 Zahvala

V imenu raziskovalne skupine: Katarine Krivic Veselič, dipl. ing., prof. dr. Matije Gogala, Boruta Tometa, Zorana Miliča, dipl.ing. se zahvaljujem za finančno pomoč Ministrstvu za znanost in tehnologijo, Ministr-

stvu za kulturo in drugim darovalcem, ki so omogočili reševanje slovenske naravne dediščine.

Zahvaljujem se podjetju MOBIL OIL AUSTRIA AG, ki je darovalo okoli 1000 kg voska za impregnacijo, ter njegovemu zastopniku g. ing. Ratku Lukiču iz Zagreba ter posredniku Condor, d.o.o. iz Ljubljane.

Porazdelitev atomarnega vodika vzdolž ravne cevi

Distribution of Atomic Hydrogen Along a Tube

M. Mozetič¹, Inštitut za tehnologijo površin in optoelektroniko, Ljubljana
 M. Drobnič, IJS Ljubljana
 S. Spruk, Inštitut za tehnologijo površin in optoelektroniko, Ljubljana
 A. Pregelj, IEVT Ljubljana

Prejem rokopisa - received: 1996-10-04; sprejem za objavo - accepted for publication: 1996-10-15

Prikazujemo rezultate meritev porazdelitve gostote atomarnega vodika v stekleni cevi premera 4 cm, skozi katero spuščamo mešanico molekularnega in atomarnega vodika s konstantnim pretokom $2,2 \text{ dm}^3 \text{ s}^{-1}$. Stopnja disociiranosti vodika ob vstopu v cev je med 5 in 10%, ob izstopu pa je navadno zanemarljivo majhna. Gostoto atomarnega vodika v cevi smo merili z gibljivo katalitično sondo. Merili smo pri različnih tlakih med 10 in 100 Pa. Ugotovili smo, da pri razmeroma visoki stopnji disociiranosti gostota atomarnega vodika vzdolž cevi pada približno linearno, medtem ko pri stopnji disociiranosti pod ~1% opazimo eksponentno odvisnost gostote H od dolžine cevi.

Ključne besede: atomarni vodik, stopnja disociiranosti, rekombinacija atomov

Distribution of atomic hydrogen density in a glass tube of the diameter of 4 cm was measured. A mixture of hydrogen atoms and molecules was leaked into a the tube which was pumped with a constant pumping speed of $2,2 \text{ dm}^3 \text{ s}^{-1}$. The initial degree of dissociation was between 5 and 10%, and it was negligible low at the other end of the tube. The density of hydrogen atoms was measured with a movable catalytic probe at different pressure between 10 and 100 Pa. The relative H density was found to decrease linearly along the tube at the degree of dissociation of more than 1%, while for the lower degree of dissociation it decreased exponentially.

Key words: atomic hydrogen, dissociation degree, atom recombination

1 Uvod

Razvoj sodobnih vakuumskih tehnologij v veliki meri temelji na uporabi neravnotežnih stanj plinov¹⁻⁷. Termodinamsko neravnotežje v plinu lahko vzpostavimo tako, da molekulam dovajamo energijo na takšen način, da vzbujamo pretežno notranja energijska stanja, medtem ko ostane poprečna kinetična energija molekul (= temperatura plina) majhna. Na voljo so različni načini vzbujanja, ki temeljijo na interakciji lahkih delcev z veliko energijo s termičnimi molekulami. Za lahke delce najpogosteje izberemo fotone ali elektrone. V obeh primerih je izmenjava kinetične energije pri trku med lahkim delcem in težko molekulo zelo majhna, tako da pri neprožnem trku vzbujamo dejansko le rotacijska, vibracijska in enoelektronska stanja molekul, ali pa molekule disociiramo ali ioniziramo. S konstantnim vzbujanjem dobimo neravnotežno stanje plina, pri katerem so določena stanja molekul z veliko notranjo energijo bistveno bolj zasedena kot v termodinamsko ravnotežnem stanju. "Bistveno bolj" lahko pomeni tudi 10 velikostnih redov. Lep primer neravnotežnega stanja plina je vodik z visoko stopnjo disociiranosti molekul pri sobni temperaturi. V termodinamsko ravnotežnem stanju je stopnja disociiranosti molekul vodika pri sobni temperaturi manjša kot 10^{-10} , medtem ko v plazmi zlahka dosežemo stopnjo disociiranosti 10^{-1} in več⁸⁻¹¹.

Vsak termodinamsko neravnotežni sistem teži k ravnotežju. Če izbirna pravila omogočajo relaksacijo

vzbujenih stanj z električnim dipolnim sevanjem, se sistem v zelo kratkem času povrne v termodinamsko ravnotežno stanje. Pri enoelektronsko vzbujenih stanjih, npr., preide elektron v osnovno stanje, pri čemer se izseva svetlobni kvant. Metastabilna stanja se običajno relaksirajo ob trku molekule s plinskim delcem ali s površino. Prosti atomi se lahko združijo v molekulo le, če je ob trku prisotno tretje telo, ki prevzame presežek energije. Sevalna rekombinacija dveh atomov v plinu tipa $\text{H} + \text{H} \rightarrow \text{H}_2 + \nu$ je sicer mogoča, vendar malo verjetna. Pri nizkih tlakih poteka rekombinacija atomov vodika predvsem ob trkih s površino. Obstoječnost vodika z visoko stopnjo disociiranosti molekul pri nizkem tlaku je zato odvisna predvsem od intenzivnosti rekombinacije atomov na površinah¹².

Verjetnost za rekombinacijo vodikovega atoma, ki prileti na površino komore, je v področju ultravisokega vakuuma odvisna predvsem od stopnje pokritosti površine s kemisorbiranimi atomi vodika. Pri srednjem in grobem vakuumu pa je površina pri sobni temperaturi vselej nasičena s plastjo kemisorbiranih atomov, zato verjetnost za rekombinacijo ni odvisna od stopnje prekritosti ali gostote toka atomov na površino, pač pa od vrste in čistosti materiala in morfologije površine¹².

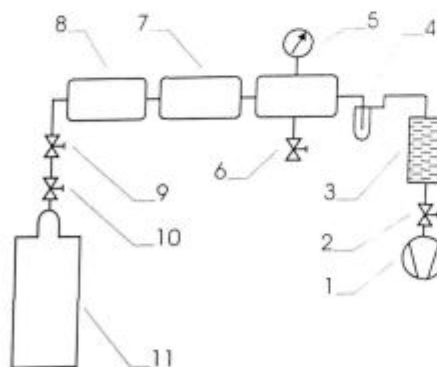
Plin, ki je v termodinamsko neravnotežnem stanju, se pri pretakanju po vakuumskem sistemu zaradi trkov atomov s površino počasi relaksira. Stopnja disociiranosti molekul vzdolž cevi, po kateri teče plin, se počasi manjša. V tem članku opisujemo meritve gostote atomov vodika vzdolž steklene cevi, ki pokažejo, kolikšno je zmanjšanje stopnje disociiranosti vodika, ki ga vodimo skozi stekleno cev.

¹ Mag. Miran MOZETIČ
 Inštitut za tehnologijo površin in optoelektroniko
 1001 Ljubljana, Teslova 30

2 Meritve gostote atomov vodika

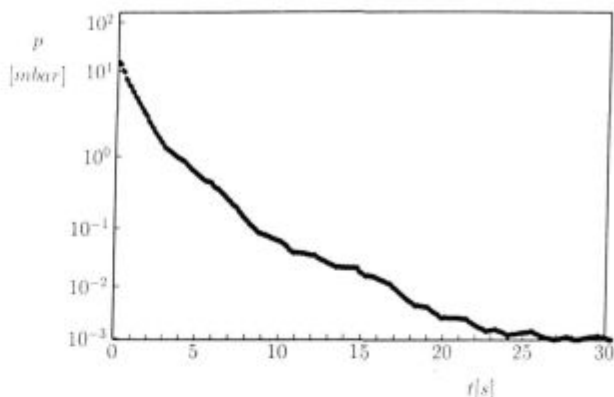
Gostoto atomarnega vodika smo merili v merilni komori vakuumskega sistema, ki je prikazan na **sliki 1**. Merilna komora je steklena cev (kovarsko steklo, Schott 8250) z notranjim premerom 36 mm in dolžino 35 cm. V merilno komoro smo vpuščali mešanico atomarnega in molekularnega vodika pri sobni temperaturi. Zadostno stopnjo disociiranosti molekul smo zagotovili v razelektritveni komori z obstreljevanjem z elektroni, ki imajo poprečno energijo okoli 5 eV, gostoto reda 10^{16} m^{-3} in približno maxwellsko energijsko porazdelitev. Sistem smo črpali z dvostopenjsko rotacijsko črpalko s črpalno hitrostjo 2,2 l/s in Hopkinsovo pastjo, ki smo jo hladili s tekočim dušikom. Vse cevi med merilno komoro in rotacijsko črpalko so imele precej večjo prevodnost od črpalne hitrosti rotacijske črpalke, tako da je bila efektivna črpalna hitrost na mestu merilne komore skoraj enaka črpalni hitrosti črpalke. Tlak v merilni komori smo merili s Piranijevim vakuummetrom, ki je bil umerjen na suh zrak. Izmerjeni potek tlaka v merilni komori pri črpanju je prikazan na **sliki 2**.

V razelektritveno komoro smo vpuščali vodik skozi dozirni ventil, tako da je bil tlak v merilni komori med 0,1 in 1 mbar. Dejanski tlak v merilni komori smo izračunali tako, da smo na Piranijevem merilniku odčitani tlak pomnožili s korekcijskim faktorjem za vodik, ki je odvisen od tlaka in je prikazan na **sliki 3**. Gostoto atomarnega vodika na določenem mestu v merilni komori smo merili z nikljevo katalitično sondo. Princip delovanja sonde je opisan drugje¹³⁻¹⁴. Za meritve gostote H vzdolž cevi smo sondo namestili v stekleno cev, ki smo jo lahko pomikali vzdolž merilne komore. Konstrukcija sonde je prikazana na **sliki 4**.



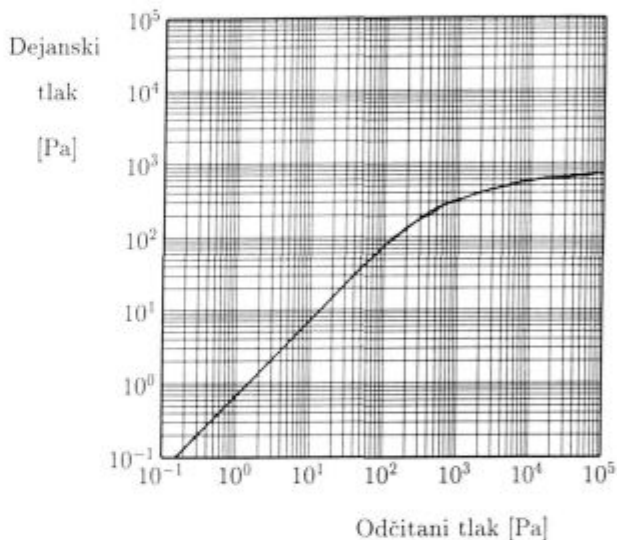
Slika 1: Vakuumski sistem, v katerem smo merili gostoto atomarnega vodika z gibljivo sondo. 1-dvostopenjska rotacijska črpalka, 2-visokovakuumski premi ventil, 3-past z zeoliti, 4-Hopkinsova past, 5-Piranijev vakuummeter, 6-ventil za vpust zraka, 7-merilna komora, 8-razelektritvena komora, 9-dozirni ventil, 10-reducirni ventil, 11-jeklenka vodika

Figure 1: Vacuum system for measurements of the hydrogen atoms density with a movable catalytic probe. 1-two stage rotary pump, 2-high vacuum valve, 3-trap filled with molecular sieves, 4-Hopkins trap, 5-Pirani gauge, 6-valve for leaking air, 7-measurement chamber, 8-discharge chamber, 9-leak valve, 10-high pressure valve, 11-hydrogen flask



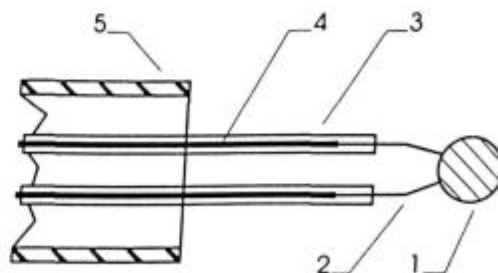
Slika 2: Potek tlaka v merilni komori vakuumskega sistema pri črpanju z dvostopenjsko rotacijsko črpalko in Hopkinsovo pastjo, ki je hladjena s tekočim dušikom

Figure 2: Pressure in the measurement chamber versus time during pumping with the two stage rotary pump and the Hopkins trap cooled with liquid nitrogen



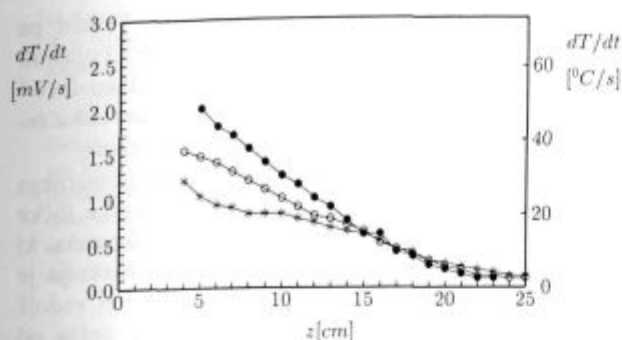
Slika 3: Odvisnost dejanskega tlaka molekularnega vodika od tlaka, ki ga odčitamo na Piranijevem vakuummetru

Figure 3: Real pressure versus pressure read at Pirani gauge



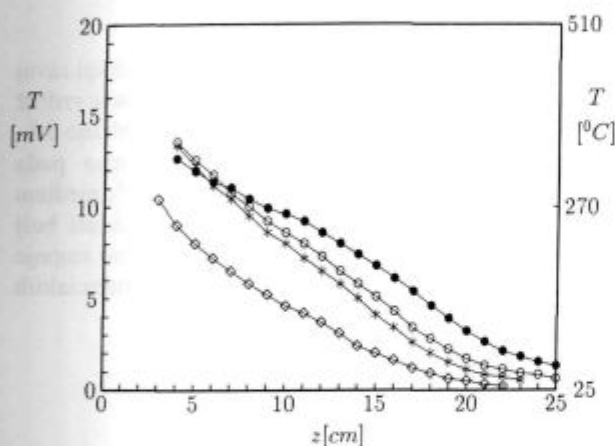
Slika 4: Konstrukcija gibljive sonde. 1-nikljeva ploščica, 2-žici termočlena, 3-steklena cev debeline premera 1,5 mm in debeline stene 0,1 mm, 4-nosilec iz kovarja (zlitina FeNiCo), 5-steklena cev premera 7 mm

Figure 4: Construction of a movable probe. 1-nickel disc, 2-žici termočlena, 3-glass tube of the diameter of 1.5 mm and wall thickness of 0.1 mm, 4-kovar rod, 5-glass tube with the diameter of 7mm



Slika 5: Odvod temperature nikljeve ploščice v mešanici atomarnega in molekularnega vodika pri različnih položajih sonde in moči generatorja 200 W. ● - tlak $6 \cdot 10^{-1}$ mbar, ○ - $4 \cdot 10^{-1}$ mbar, * - $2 \cdot 10^{-1}$ mbar

Figure 5: Time derivative of the temperature of nickel disc in a mixture of atomic and molecular hydrogen at different position of the probe along the tube. RF power of 200 W ● - pressure $6 \cdot 10^{-1}$ mbar, ○ - $4 \cdot 10^{-1}$ mbar, * - $2 \cdot 10^{-1}$ mbar.



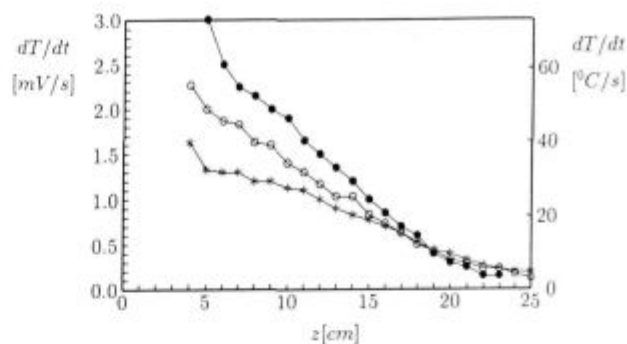
Slika 6: Ravnotežna temperatura ploščice iz niklja v mešanici atomarnega in molekularnega vodika pri različnih položajih sonde in moči generatorja 200 W. ● - tlak $2 \cdot 10^{-1}$ mbar, ○ - $4 \cdot 10^{-1}$ mbar, * - $6 \cdot 10^{-1}$ mbar, ◇ - $1 \cdot 10^0$ mbar

Figure 6: Equilibrium temperature of the nickel disc placed in a mixture of atomic and molecular hydrogen at different position of the probe along the tube. RF power of 200 W ● - pressure $2 \cdot 10^{-1}$ mbar, ○ - $4 \cdot 10^{-1}$ mbar, * - $6 \cdot 10^{-1}$ mbar, ◇ - $1 \cdot 10^0$ mbar

Sondo smo aktivirali po standardnem postopku, potem pa pri različnih položajih sonde v cevi izmerili odvod temperature sonde po vklopu vira atomarnega vodika in ravnotežno temperaturo sonde. Meritve smo opravili pri različnih tlakih in različnih začetnih stopnjah disociiranosti molekul vodika. Rezultati meritev so zbrani na slikah 5, 6, 7 in 8.

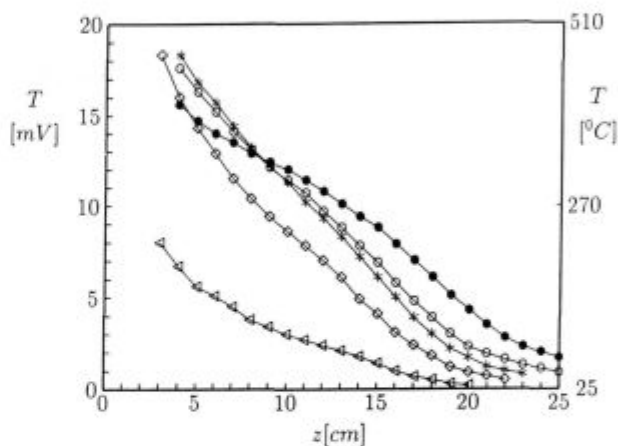
3 Rezultati in diskusija

Iz izmerjenih vrednosti odvodov, ki so prikazane na slikah 5 in 7, smo izračunali gostoto atomarnega vodika po enačbi¹⁴



Slika 7: Odvod temperature nikljeve ploščice v mešanici atomarnega in molekularnega vodika pri različnih položajih sonde in moči generatorja 300 W. ● - tlak $6 \cdot 10^{-1}$ mbar, ○ - $4 \cdot 10^{-1}$ mbar, * - $2 \cdot 10^{-1}$ mbar

Figure 7: Time derivative of the temperature of nickel disc in a mixture of atomic and molecular hydrogen at different position of the probe along the tube. RF power of 300 W ● - pressure $6 \cdot 10^{-1}$ mbar, ○ - $4 \cdot 10^{-1}$ mbar, * - $2 \cdot 10^{-1}$ mbar



Slika 8: Ravnotežna temperatura nikljeve ploščice v mešanici atomarnega in molekularnega vodika pri različnih položajih sonde in moči generatorja 300 W. ● - tlak $2 \cdot 10^{-1}$ mbar, ○ - $4 \cdot 10^{-1}$ mbar, * - $6 \cdot 10^{-1}$ mbar, ◇ - $1 \cdot 10^0$ mbar, △ - $2 \cdot 10^0$ mbar

Figure 8: Temperature of the nickel disc placed in a mixture of atomic and molecular hydrogen at different position of the probe along the tube. RF power of 300 W ● - pressure $2 \cdot 10^{-1}$ mbar, ○ - $4 \cdot 10^{-1}$ mbar, * - $6 \cdot 10^{-1}$ mbar, ◇ - $1 \cdot 10^0$ mbar, △ - $2 \cdot 10^0$ mbar,

$$n = \frac{4M_c \rho \Delta T / \Delta t}{\sqrt{\frac{8kT_0}{\pi m} \gamma_0 W \pi r^2}} \quad (19)$$

Gostoto atomarnega vodika na razdalji 5 cm od ustja komore smo označili z n_0 . Odvisnost n_0 od tlaka in moči RF generatorja, s katerim smo vzbujali plazmo v razelektrivni komori, je prikazana v tabeli 1. Ko je bil generator izklopljen, je bila gostota atomov v merilni komori nemerljivo majhna. Gostoto molekul vodika v tem primeru izračunamo iz enačbe $N = p/kT_0$, kjer je N gostota molekul, k Boltzmannova konstanta in T_0 temperatura plina. Stopnjo disociiranosti vodika definiramo kot razmerje med polovično gostoto atomov in gostoto molekul v merilni komori, ko je generator izklopljen:

$$\eta = \frac{n}{2N} \quad (2)$$

Stopnja disociiranosti molekul vodika 5 cm od ustja merilne komore je $\eta_0 = n_0/2N$ in je prikazana v tabeli 1.

Tabela 1: Gostota atomarnega vodika (n_0) in stopnja disociiranosti molekul (η_0) 5 cm od ustja merilne komore pri različnih tlakih in dveh močeh RF generatorja

| Tlak (mbar) | Moč generatorja (W) | $n_0 \times 10^{21} \text{m}^{-3}$ | η_0 (%) |
|-------------------|---------------------|------------------------------------|--------------|
| $6 \cdot 10^{-1}$ | 200 | 13.7 | 4.7 |
| $4 \cdot 10^{-1}$ | 200 | 10.2 | 5.3 |
| $2 \cdot 10^{-1}$ | 200 | 7.1 | 7.2 |
| $6 \cdot 10^{-1}$ | 300 | 20.3 | 7.0 |
| $4 \cdot 10^{-1}$ | 300 | 10.1 | 6.9 |
| $2 \cdot 10^{-1}$ | 300 | 9.0 | 9.2 |

Iz **tabele 1** razberemo, da je začetna gostota atomarnega vodika (n_0) odvisna od tlaka v merilni komori in moči RF generatorja, s katerim vzbujamo plazmo v razelektrivni komori. Gostota atomov vodika je reda velikosti 10^{21}m^{-3} in narašča z naraščajočim tlakom in naraščajočo močjo generatorja. Stopnja disociiranosti vodika je nekoliko manjša kot 10% in je bolj odvisna od moči vzbujanja plazme kot pa od tlaka v merilni komori.

Skladno z enačbo (1) smo izračunali gostoto atomarnega vodika pri različnih položajih sonde v merilni komori in dobljene vrednosti ($n = n(z)$) normalizirali z ustreznimi vrednostmi 5 cm od ustja komore (n_0). Odvisnost relativne gostote atomarnega vodika od položaja sonde v cevi pri treh različnih tlakih in obeh močeh RF generatorja je prikazana na **sliki 9**. Vse krivulje na **sliki 9** imajo enako obliko, vendar so med seboj premaknjene za aditivno konstanto v smeri ordinate. Premik je delno posledica nenatančnosti meritev časovnega odvoda tem-

perature sonde po vklopu RF generatorja. Vendar pa zgolj z nenatančnostjo meritve ne moremo pojasniti razmeroma visoke relativne gostote H pri tlaku $2 \cdot 10^{-1}$ mbar in velikem z. Očitno je, da je pri nižjem tlaku rekombinacija vzdolž cevi nekoliko manj intenzivna.

Slika 9 je razvidno, da relativna gostota atomarnega vodika linearno pada vzdolž cevi. Skozi merske točke lahko potegnemo premico s smernim količnikom k_0 , ki ima vrednost: $k_0 = -0.054 \text{ cm}^{-1}$. Linearna funkcija je dober približek za odvisnost relativne gostote H vzdolž cevi, dokler je gostota atomarnega vodika večja od približno 20% začetne vrednosti. Pri majhni relativni gostoti atomarnega vodika pa je absolutna vrednost odvoda krivulj $n/n_0 = (z)$ manjša od k_0 . Ta pojav lahko tolmačimo s šibkejšo rekombinacijo atomarnega vodika na steni merilne komore pri majhni gostoti atomarnega vodika.

4 Sklep

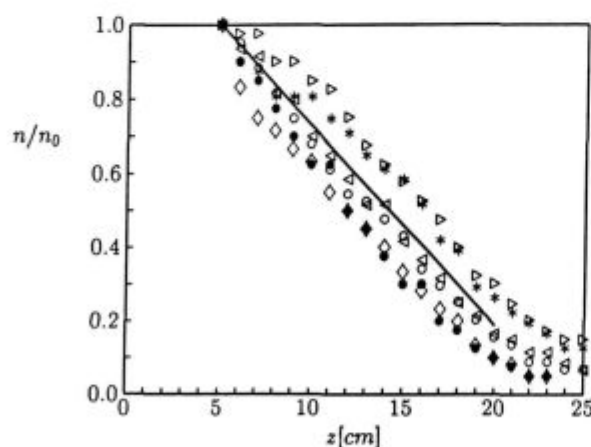
Izmerili smo gostoto atomarnega vodika v dolgi ravni stekleni cevi in ugotovili, da le ta monotono pada vzdolž cevi. Ko je stopnja disociiranosti večja od približno 1%, relativna gostota atomarnega vodika linearno pada vzdolž cevi s smernim količnikom -0.054 cm^{-1} , medtem ko je upadanje pri manjši stopnji disociiranosti bolj položno. Dobljeni rezultati so zanimivi za oceno stopnje disociiranosti vodika med vzorci v komercialnih napravah za plazemsko čiščenje.

Zahvala

Delo je finančno podprlo Ministrstvo za znanost in tehnologijo Slovenije, pogodba št. 1534/96 - 1.

Literatura

1. I. Šorli, W. Petasch, B. Kegel, H. Schmid and G. Liebl: Plasma processes Part 1: plasma basics, plasma generation, *Informacije Midem*, 26, 1996, 35
2. I. Šorli, W. Petasch, B. Kegel, H. Schmid, G. Liebl and W. Ries: Plasma processes Part 2: application in electronics, *Informacije Midem*, 26, 1996, 113
3. L. Minxu and H. F. Dylla: Reduction of outgassing rate by glow discharge cleaning, *J. Vac. Scient. Technol.*, A 13, 1995, 571
4. G. Saibene, A. Rossi, R. D. Monk, J. Orchard, P. Andrew, R. Barnsley, D. Cushing, P. J. Coad, S. Davies, K. Erents, H. Y. Guo, K. Lawson, J. Lingertat, G. Matthews, G. Sips, M. Stamp and A. Tamga: Review of vacuum vessel conditioning procedures at JET and their impact on plasma operation, *J. Nucl. Mater.*, 220, 1995, 617
5. S. J. de Boer, V. L. Dalal, G. Chumanov and R. Bartels: Low temperature epitaxial silicon film growth using high vacuum electron cyclotron resonance plasma deposition, *Appl. Phys. Lett.*, 66, 1995, 2528
6. H. S. Tae, S. Y. Park, S. H. Hwang, K. H. Hwang, E. Yoon, K. W. Whang and S. A. Song: Low temperature in situ cleaning of silicon (100) surface by electron cyclotron resonance hydrogen plasma, *J. Vac. Sci. Technol.*, B 13, 1995, 908
7. J. S. Montgomery, J. P. Barnak, C. Silvestre, J. R. Hauser, J. R. Nemanich: in *Ultraclean Semiconductor Processing Technology and Surface Chemical Cleaning and Passivation*, ed. by M. Liehr, M. Heyns and M. Hirose, *Mater. Sci. Soc.*, Pittsburg, 1995, 279



Slika 9: Normalizirana gostota atomarnega vodika vzdolž cevi ● - tlak $6 \cdot 10^{-1}$ mbar, moč generatorja 200 W, ○ - $4 \cdot 10^{-1}$ mbar, 200 W * - $2 \cdot 10^{-1}$ mbar, 200 W, ◇ - tlak $6 \cdot 10^{-1}$ mbar, moč generatorja 300 W, △ - $4 \cdot 10^{-1}$ mbar, 300 W, □ - $2 \cdot 10^{-1}$ mbar, 300 W

Figure 9: Normalized density of hydrogen atoms along the tube ● - pressure $6 \cdot 10^{-1}$ mbar, generator power 200 W, ○ - $4 \cdot 10^{-1}$ mbar, 200 W, * - $2 \cdot 10^{-1}$ mbar, 200 W, ◇ - pressure $6 \cdot 10^{-1}$ mbar, generator power 300 W, △ - $4 \cdot 10^{-1}$ mbar, 300 W, □ - $2 \cdot 10^{-1}$ mbar, 300 W

- ⁸D. Korzec, F. Werner, A. Brockhaus, J. Engemann, T. P. Schneider and R. J. Nemanich: Characterization of a slot antenna microwave plasma source for hydrogen plasma cleaning, *J. Vac. Sci. Technol.*, A 13, 1995, 2074
- ⁹D. K. Otorbaev, A. J. M. Buuron, N. T. Guerassimov, J. W. A. M. Gielen, M. C. M. van den Sanden and D. C. Schram: Atomic hydrogen level populations and hydrogen dissociation degree in an expanding thermal plasma, in *Heat and Mass Transfer under Plasma Conditions*, edited by P. Fauchais, Begell House Inc., 1995, 135
- ¹⁰M. Mozetič, M. Kveder, A. Pregelj and A. Paulin: Hydrogen plasma, *Infor. Midem*, 23, 1993, 112
- ¹¹M. Mozetič, M. Drobnič, A. Pregelj and K. Zupan: Determination of density of hydrogen atoms in the ground state, *Vacuum*, 47, 1996, 943
- ¹²H. Wise and B. J. Wood: Gas and surface atom reaction collisions, in *Advances in Atomic and Molecular Physics*, ed. by D. R. Bates and I. Estermann, Academic Press, New York, 1967, 290
- ¹³F. Brecej, M. Mozetič, K. Zupan and M. Drobnič: Behavior of catalytic probes at low pressure, *Vacuum*, 44, 1993, 459
- ¹⁴M. Mozetič, M. Kveder, M. Drobnič, A. Paulin and A. Zalar: Determination of atomic hydrogen density with catalytic probes, *Vacuum*, 45, 1994, 1095

