



COBIK

Center odličnosti za biosenzoriko,
instrumentacijo in procesno kontrolo



Naložba v vašo prihodnost
OPERACIJO DELNO FINANCIRA EVROPSKA UNIJA
Evropski sklad za regionalni razvoj

Vpeljava ogljikovih nanomaterialov v industrijsko proizvodnjo – plan aktivnosti v letu 2011

Bojan Senčič

Žalec, 2011

NAROČNIK:

COBIK

Center odličnosti za biosenzoriko, instrumentacijo in procesno kontrolo

Velika pot 22

SI-5250 Solkan

IZVAJALEC:

Laboratorij za krmilne sisteme

COBIK

Center odličnosti za biosenzoriko, instrumentacijo in procesno kontrolo

Velika pot 22

SI-5250 Solkan

NOSILEC NALOGE:

Radovan Grapulin

PROJEKT:

B.17: Vpeljava ogljikovih nanomaterialov v industrijsko proizvodnjo

NASLOV POROČILA:

Vpeljava ogljikovih nanomaterialov v industrijsko proizvodnjo – plan aktivnosti v letu 2011

AVTOR POROČILA:

Bojan Senčič

ŠTEVILKA DELOVNEGA POROČILA:

BS/2011/01

LITERATURA:

Zbrana literatura se nahaja na portalu 4PM. V zavihku PORTALI -> B.17 – Vpeljava ogljikovih nanomaterialov v industrijsko proizvodnjo

TRETJI STEBER:

Vpeljava ogljikovih nanomaterialov v industrijsko proizvodnjo – plan aktivnosti v letu 2011

V okviru tretjega stebra strategije COBIK bomo pri Vpeljavi ogljikovih nanomaterialov v industrijsko proizvodnjo preizkusili možnost uporabe ogljikovih nanomaterialov v vzmetnem jeklu z namenom izboljšanja mehanskih lastnosti in posledično življenjske dobe listnatih vzmeti.

Najprej bomo izvedli preliminarne laboratorijske preizkuse, s katerimi želimo preveriti možnost dodajanja fulerenov v jekleno talino in določiti vpliv dodanih fulerenov na mehanske lastnosti jekla. V kolikor bodo laboratorijski eksperimenti uspešni bomo izvedli industrijski preizkus.

Pri preizkusih bomo uporabili vzmetno jeklo namenjeno izdelavi visokotrdnostnih vzmeti, pri katerih je zahtevana natezna trdnost ≥ 1500 MPa, obenem pa mora vsaka listnata vzmet doseči zahtevano življenjsko dobo ob predvideni dinamični obremenitvi. Ker je Štore Steel eden vodilnih proizvajalcev vzmetnih jekel bomo za preizkuse uporabili štorsko jeklo 51CrV4+Mo, katerega kemična sestava in izhodna mikrostruktura, ustreza predpisani za vzmetno jeklo 51CrV4 (DIN EN 10083-3:2007-01). Za izdelavo visokotrdnostnih vzmeti pa ni dovolj le ustrezno jeklo ampak je potrebno izbrati tudi optimalno toplotno obdelavo (poboljšanje), za kar uporabljamo diagram popuščanja. Standardni diagram popuščanja prikazuje mehanske lastnosti po poboljšanju, to je natezno trdnost R_m (MPa), mejo plastičnosti $R_{p0.2}$ (napetost tečenja $\sigma_{0.2}$) (MPa), raztezek A_5 (%) in zoženje preseka (kontrakcija) Z (%), za izbrano temperaturo avstenitizacije v območju temperatur popuščanja, ki so zanimive za uporabnike. Zaradi vse večjih zahtev uporabnikov, po obratovanju vzmeti pri vse večjih obremenitvah (potreba po večji meji plastičnosti) in zmanjševanju mase vzmeti pa standardni diagrami popuščanja več ne zadostujejo. To pomeni, da je potrebno za vzmetna jekla izdelati še posebne diagrame popuščanja iz katerih je razvidna medsebojna odvisnost med trdoto (trdnost), Charpy-V žilavostjo in še posebej lomno žilavostjo K_{Ic} od katere je odvisna trajna dinamična trdnost vzmeti oziroma življenjska doba vzmeti.

Da bi ugotovili vpliv dodatka fulerenov na mehanske lastnosti jekla in življenjsko dobo vzmeti, bomo izdelali za izbrano temperaturo avstenitizacije standardni diagram popuščanja natezna trdnost-meja plastičnosti-raztezek-kontrakcija-temperatura popuščanja ter specifična diagrama popuščanja trdota HRc – udarna žilavost Charpy-V - temperatura popuščanja ter trdota HRc – lomna žilavost K_{Ic} - temperatura popuščanja za jeklo brez dodatka fulerenov in za jekla z dodanimi fulereni.

Razporeditev fulerenov po jekleni talini bomo ugotavljali s pomočjo visokoločljivega spektrometra Augerjevih elektronov.

Potek dela:

1. V vakumski elektro indukcijski peči bomo pretalili 3 palice (po 10 kg) štorskega vzmetnega jekla 51CrV4+Mo in jih odlili v ingote kvadrat 50x50 (9kg).

- prvo palico bomo pretalili pri 1700°C , talino premešali z Ar (10 minut) in odlili v ingot,

- drugo palico bomo pretalili pri 1700°C , v talino bomo dodali a mg fulerenov v stekleni ampuli, talino premešali z Ar (10 minut) in odlili v ingot,

- tretjo palico bomo pretalili pri 1700°C , v talino bomo dodali 10x a mg fulerenov v stekleni ampuli, talino premešali z Ar (10 minut) in odlili v ingot.

Kakšno količino fulerenov (a) dodati v talino je potrebno še preračunati.

Termodinamične procese in fazne transformacije med odlivanjem in strjevanjem v ingotih bomo modelirali s pomočjo programskih paketov TERMOCALC in DICTRA.

2. Odlite ingote bomo zvaljali v ploščate palice preseka 100x25 mm iz katerih bomo v smeri valjanja izrezali za tri temperature popuščanja po 16 preizkušancev za natezni preizkus (ASTM E1450-09), določevanje Charpy-V žilavosti (ASTM E 23-00) in za določevanje lomne žilavosti (K_{Ic} -preizkušanec) ter po dva metalografska vzorca $\varnothing 19 \times 9$ mm na katerih bomo ugotavljali poleg mikrostrukture še porazdelitev fulerenov po talini. Predvidevamo, da se bodo fulereni enakomerno razporedili po talini in da jih bomo našli na kristalnih mejah.

3. Preizkušance bomo toplotno obdelali v vakuumski peči pri treh temperaturah popuščanja pri izbrani temperaturi avstenitizacije.

4. V mehanskem laboratoriju bomo določili mehanske lastnosti:

- z nateznim preizkusom se določi natezno trdnost R_m (MPa), mejo plastičnosti $R_{p0.2}$ (MPa), raztezek A_5 (%) in kontrakcijo Z (%).
- merjenje trdote po Brinelu se izvaja z merilnikom trdote Wolpert Diatestor 3B, po Rockwell-C pa z merilnikom trdote Wilson 4JR.
- za določitev udarne zarezne žilavosti po metodi Charpy-V se uporablja naprava za preskus udarne žilavosti.
- lomno žilavost določimo s cilindričnimi K_{Ic} -preizkušanci z zarezo in razpoko v korenu zarezne, ki jih obremenimo do preloma. Merjenje lomne žilavosti opravljamo z univerzalnim nateznim elektrohidravličnim strojem tipa Instron 1255.

Po določitvi lomne žilavosti bomo analizirali prelomne površine in mikrostrukture K_{Ic} -preizkušancev.

5. Na podlagi rezultatov meritev mehanskih lastnosti bomo izdelali za vsako palico:

- Diagram popuščanja natezna trdnost R_m -meja plastičnosti $R_{p0.2}$ -raztezek A_5 (%) -kontrakcija Z (%) -temperatura popuščanja
- Specifični diagram popuščanja trdota HRC – udarna žilavost Charpy-V - temperatura popuščanja
- Specifični diagram popuščanja trdota HRC – lomna žilavost K_{Ic} - temperatura popuščanja

6. Sledila bo analiza eksperimentalnih rezultatov, v okviru katere pričakujemo pozitiven vpliv dodatkov fulerenov na mehanske lastnosti vzmetnega jekla (natezna trdnost, lomna žilavost), saj predvidevamo, da se bodo fulereni enakomerno porazdelili po mejah kristalnih zrn in bodo imeli podoben vpliv, kot ga ima izločanje karbidov po kristalnih mejah.

Raziskave bomo opravili s pomočjo več raziskovalnih metod in tehnik z uporabo naslednje opreme v podjetju Štore Steel in IMT Ljubljana:

- Optični emisijski spektrometer ARL OES 3 (Štore-Steel)
- Optični mikroskop Microphot FXA (Nikon) s 3CCD video kamero Hitachi HV-C20AMP in računalniškim programom AnalySIS PRO 3.1
- JSM-6500F vrstični elektronski mikroskop s FEG (Field-Emission Gun) izvorom elektronov
- Merilnik trdote po Brinelu, Wolpert Diatestor 3B
- Merilnik trdote Wilson 4JR, Rockwell-C
- Univerzalni statično-dinamični, tlačno-natezni preizkuševalni stroj, Instron 1255 s prigradenim računalniškim sistemom za določevanje tlačne deformacijske trdnosti
- Inštrumentirano Charpy V kladivo za določitev udarne zarezne žilavosti in IZOD
- Vakuumska peč Ipsen VTTC 324-R
- Programski paket Hardenability
- Programski paket Termocalc
- Programski paket Dictra
- MICROLAB 310F, VG-Scientific: visokoločljivostni spektrometer Augerjevih elektronov na poljsko emisijo z XPS-rentgenskim fotoelektronskim spektrometrom za mikroanalizo, opremljen z "in situ" lomilno napravo vzorcev za preiskave pojavov na mejah zrn in faz

Po opravljenem laboratorijskem preizkusu bomo izvedli industrijski preizkus v okviru katerega bomo na osnovi spoznanja laboratorijskega preizkusa izdelali poskusno šaržo vzmetnega jekla 51CrV4+Mo z dodatkom fulerenov. Postopek izdelave jekla bo tekel v skladu s tehnološkimi predpisi podjetja Štore Steel do končane obdelave taline na ponovčni peči. Pripravi vložka bo sledil proces raztalitve jeklenega vložka v 60 t elektroobločni peči ter razfosorjenje in razževplanje taline, ki se bo izlila v livno ponovco. Nadaljevanje procesa obdelave taline se bo izvajalo na ponovčni peči, kjer se bo izvršilo dezoksidacijo jekla, odžveplanje jekla, odstranjevanje nekovinskih vključkov iz jekla s pomočjo žilindre, redukcijo kovinskih oksidov žilindre, delno odstranitev raztopljenih plinov vodika in dušika, dolegiranje jeklene taline z legurami, zamenjavo formiranih zasičenih žilinder in nadomestitev s svežimi ter homogenizacijo kemične sestave, temperaturnega polja in pripravo ustrezne livne temperature. Ob koncu procesa sekundarne metalurgije se bo na ponovčni peči v talino dodala steklena ampula s predvideno količino fulerenov, čemur bo sledilo prepihanje taline z argonom. Nadaljevanje procesa bo spet teklo v skladu s tehnološkimi predpisi, kar pomeni, da se bo jeklena talina iz ponovce izlila v vmesno ponovco čemur bo sledilo kontinuirno ulivanje jekla v gredice na trožilni napravi za kontinuirno litje. Gredice bomo v nadaljevanju procesa izvaljali v profil dimenzije 100x25 mm.

Tekom procesa bomo vzeli več vzorcev jekla, in sicer tri vzorce taline iz ponovčne peči pred ulivanjem v vmesno ponovco, en vzorec taline iz vmesne ponovce, iz gredic bomo izrezali devet vzorcev za Baumanove odtise in ostale preiskave (iz vsake žile po tri: prva, srednja in zadnja gredica).

Iz devetih gredic (iz vsake žile po tri: prva, srednja in zadnja gredica) bomo izvaljali palice dimenzije 100x25, ter iz njih pripravili vzorce za trajno dinamični preizkus na Univerzalni tlačno-nateznem preizkuševalnem stroju tipa Instron 1255 ter po 16 preizkušancev za natezni preizkus (ASTM E1450-09), določevanje Charpy-V žilavosti (ASTM E 23-00) in za določevanje lomne žilavosti (K_{Ic} - preizkušanec) ter po dva metalografska vzorca $\phi 19 \times 9$ mm na katerih bomo ugotavljali poleg mikrostrukture še prisotnost in porazdelitev fulerenov po talini.

Porazdelitev fulerenov bomo ugotavljali tudi na vzorcih vzetih iz taline in iz gredic.

Preizkušance bomo toplotno obdelali v vakuumski peči pri treh temperaturah popuščanja pri izbrani temperaturi avstenitizacije.

V mehanskem laboratoriju bomo določili mehanske lastnosti:

-z nateznim preizkusom se določi natežno trdnost R_m (MPa), mejo plastičnosti $R_{p0.2}$ (MPa), raztezek A_5 (%) in kontrakcijo Z (%).

-merjenje trdote po Brinelu se izvaja z merilnikom trdote Wolpert Diatestor 3B, po Rockwell-C pa z merilnikom trdote Wilson 4JR.

-za določitev udarne zarezne žilavosti po metodi Charpy-V se uporablja naprava za preskus udarne žilavosti.

-lomno žilavost določimo s cilindričnimi K_{Ic} -preizkušanci z zarezo in razpoko v korenu zareze, ki jih obremenimo do preloma. Merjenje lomne žilavosti opravljamo z univerzalnim nateznim elektro-hidravličnim strojem tipa Instron 1255.

Po določitvi lomne žilavosti bomo analizirali prelomne površine in mikrostrukture K_{Ic} -preizkušancev.

Na podlagi rezultatov meritev mehanskih lastnosti bomo izdelali za vsako palico:

-Diagram popuščanja natezna trdnost R_m -meja plastičnosti $R_{p0.2}$ -raztezek A_5 (%) -kontrakcija Z (%) -temperatura popuščanja

-Specifični diagram popuščanja trdota HRC – udarna žilavost Charpy-V - temperatura popuščanja

-Specifični diagram popuščanja trdota HRC – lomna žilavost K_{Ic} - temperatura popuščanja

Sledila bo analiza rezultatov industrijskega preiskusa in primerjava z rezultati laboratorijskega testa.

Raziskovalne ure za laboratorijski preizkus:

Opis	Raziskovalne ure
Taljenje jekla in odlivanje	48
Valjanje in priprava vzorcev za toplotno obdelavo	120
Toplotna obdelava	240
Meritve mehanskih lastnosti	144
Analiza prelomnih površin in mikrostrukture	240
Izdelava diagramov popuščanja	120
Analiza rezultatov in priprava poročila	80
	992

Raziskovalne ure za industrijski preizkus:

Opis	Raziskovalne ure
Taljenje jekla in odlivanje ter priprava vzorcev	48
Analize mikrostrukture vzorcev iz taline in iz gredic	150
Valjanje in priprava vzorcev za toplotno obdelavo	120
Toplotna obdelava	240
Meritve mehanskih lastnosti	432
Analiza prelomnih površin in mikrostrukture	240
Izdelava diagramov popuščanja	150
Analiza rezultatov in priprava poročila	120
	1500

Strošek izdelave poskusne šarže: 53 t gredic x 868 EUR = 46.004 EUR (stroške krije Štore Steel).

V raziskovalnih urah je vključeno moje delo: 417,6 ur.

Trajanje projekta: 12 mesecev.

Stroški projekta (Štore Steel): 46.004 EUR (brez DDV)

Stroški projekta (COBIK): 106.059,52 EUR (brez DDV)

V kolikor bo industrijski preiskus uspešen, predlagam, da se postopek patentira. Pričakujem, da bom poleg CO BIK-a, delni »solastnik« patentista.

V primeru uspeha ali neuspeha, pa bo vsekakor potrebno nadaljevati z raziskavami in izpopolnjevanjem postopka izdelave jekel z dodatki fulerenov.