

## **Poročilo o opravljenih raziskavah v okviru projekta Vpeljava ogljikovih nanomaterialov v industrijsko proizvodnjo**

V skladu s pogodbo sklenjeno med COBIK in Štore Steel smo do sedaj odlili po planu aktivnosti eno poskusno (referenčno) šaržo, jo zvaljali v ploščate profile in iz nje pripravili vzorce, ki smo jih toplotno obdelali ter opravili vse predvidene preiskave. V okviru preiskav smo izvedli meritve mehanskih lastnosti, analizo prelomnih površin in mikrostrukture, izdelali diagrame popuščanja ter izvedli analizo rezultatov. Od navedenih aktivnosti smo v Štore Steel izvajali del priprave vzorcev, meritve mehanskih lastnosti s kemijsko analizo, analizo prelomnih površin in mikrostrukture.

### **Izdelava poskusne (referenčne) šarže jekla 51CrV4 (šarža P3 1,2)**

Na IMT smo v okviru projekta Vpeljava ogljikovih nanomaterialov v industrijsko proizvodnjo izdelali poskusnih šaržo iz vzmetnega jekla. Za vložek sta bili izbrani dve jekli s šaržnima številka: 42012, ki je bila izbrana za pralno šaržo in 55780 iz katere so bili vlti ingoti, ki so bili izvaljani v ploščato palico.

### **Potek priprave vzorcev**

Za pretaljevanje v indukcijski peči je bilo potrebno najprej izvršiti pralno talino, da se očisti peč ostankov prejšnje taline.

V ta namen smo odrezali lamele s šaržno številko 42012, ki ima sestavo blizu zahtevani, ter jo pretalili. Odločili smo se, da ulit ingot iz pralne šarže uporabimo za preskus vročega valjanja, zaradi nastavitve odvzemov pri vročem valjanju.

Za pravo šaržo pa smo vzeli kot vložek lamele 55780 in na njihovo sestavo tudi izračunali dodatke.

Če bi bili uliti ingoti prehladni, smo predvideli tudi dogrevanje v ogrevni peči. Vendar pa se je izkazalo, da so uliti ingoti predolgi glede na komoro peči, zato smo se odločili, da ingote čim prej vzamemo iz kokil in valjanje izvedemo v isti vročini, takoj po strjenju ingotov.

### **Prva šarža (pralna)**

Založene so bile lamele iz 41012. Dolegirani so bili elementi, ki odgorevajo. Ulit je bil **prvi ingot**, ki je bil predolg za ogrevno peč, zato smo ga ohladili na zraku. Ostanek taline je bil ulit v **drugi ingot**, ki smo ga v isti vročini izvaljali v lamelo debeline 20 mm (Oznaka vzorca P1).

Talina je bila slabo pomirjena, zato smo v naslednjih šaržah dodali Al.

## Druga šarža

**Prvi ingot** smo ponovno pretalili z dodatkom lamele 55780, dolegirali z upoštevanjem odgora in ulili dva ingota. Prvi ingot ni šel iz kokile, zato smo ga ohladili, **drugi ingot** pa je bil v isti vročini izvaljan v lamelo (Oznaka vzorca P2).

## Tretja šarža (referenčna)

Za tretjo šaržo smo založili lamele 55780 in dolegirali z upoštevanjem odgora. Ulili smo **prvi ingot**, ki je bil takoj izvaljan v lamelo 20 mm (oznaka vzorca P3 1).

Medtem je talina čakala v peči. Nato smo ulili **drugi ingot** in ga izvaljali v lamelo 20 mm (oznaka vzorca P3 2).

Iz kemijske analize obeh vzorcev dobimo podatek kakšen je odgor elementov med čakanjem taline na litje drugega ingota.

Vzorci so bili odpeljani v Štore Steel, kjer je bila izvršena kvantometriška analiza. Rezultati analize so prikazani v Tabeli 1.

Pri pretaljevanju jekla s šaržno številko 55780 se je pokazalo, da je glede na izkušnje pri pretaljevanju v indukcijski peči na IMT, odgor ogljika in kroma malo manjši od računanega, odgora silicija in mangana pa sta bila višja od pričakovanega.

Zaradi majhne količine taline v peči in intenzivnega indukcijskega premešavanja taline so odgori elementov občutni, poleg tega pa se tudi različni pri različnih vrstah jekel.

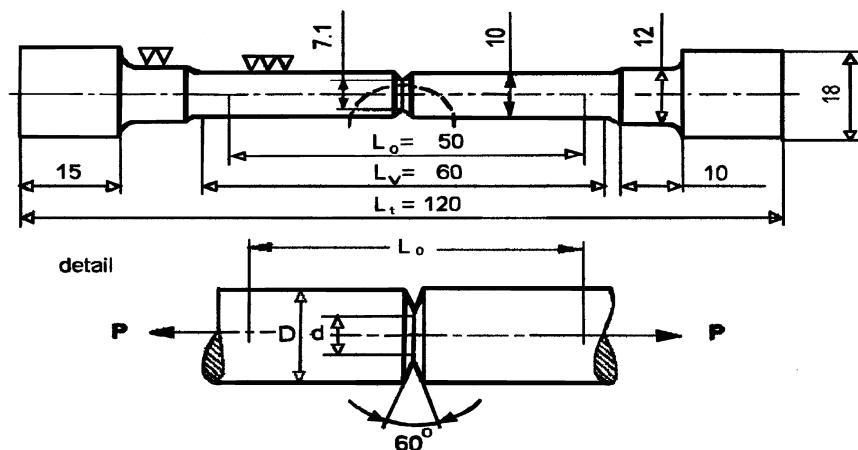
Hkrati se je pokazalo, da ne pride do velikega odgora elementov med nekajminutnim zadrževanjem taline v peči pred litjem drugega ingota (vzorec P31 in P32). Največji odgor se je pokazal pri aluminiju.

**Tabela 1:** Sestava vzorcev, želejena sestava in sestava vložka

<b>Vzorec</b>	<b>C %</b>	<b>Si %</b>	<b>Mn %</b>	<b>Cr %</b>	<b>Mo %</b>	<b>P %</b>	<b>S %</b>	<b>Ni %</b>	<b>Cu %</b>	<b>Al %</b>	<b>V %</b>	<b>Sn %</b>	<b>N %</b>
<b>P1</b>	0,48	0,15	0,53	1,07	0,05	0,012	0,014	0,12	0,21	0,005	0,14	0,011	
<b>P2</b>	0,43	0,1	0,37	0,96	0,05	0,012	0,013	0,12	0,2	0,007	0,13	0,01	
<b>P31</b>	0,57	0,22	0,73	1,07	0,05	0,012	0,006	0,13	0,18	0,022	0,14	0,01	
<b>P32</b>	0,56	0,2	0,69	1,07	0,05	0,012	0,005	0,13	0,18	0,007	0,14	0,011	0,011
<b>Željena Sestava</b>	0,52	0,34	0,92	0,93	0,04						0,11		
<b>Sestava vložka</b>													
<b>42012</b>	0,51	0,35	0,83	1,00	0,06				0,13		0,12	0,012	
<b>55780</b>	0,52	0,34	0,93	0,93	0,04								

## Priprava vzorcev

Izvaljane palice smo po valjanju toplotno obdelali (mehko žarjenje) in peskali, da smo odstranili škajo s površine valjancev. Sledil je razrez palic in priprava preizkušancev za natezni preiskus, preizkušancev za Charpy-V preiskus,  $K_{Ic}$  preizkušancev (slika 1) in vzorcev za metalografske preiskave.



Slika 1: Cilindrični natezni preizkušanec za merjenje lomne žilavosti z zarezo po obodu in utrujenostno razpoko v dnu zareze.

## Vakuumska toplotna obdelava

Vakuumsko toplotno obdelavo smo izvedli v vakuumski peči IPSEN VTTC-324R s homogenim ohlajanjem v toku  $N_2$  pod tlakom 5 bar, slika 2.



Slika 2. vakuumsko peč IPSEN VTTC-324R

Pri šaržiranju v peč moramo upoštevati način segrevanja (v našem primeru s sevanjem), kot tudi ohlajanje v cirkulirajočem plinu z izbranim nadpritiskom. Pri tem je potrebno upoštevati zakonitosti prenosa toplote in strujanja fluida. V horizontalni enokomorni vakuumski peči VTTC-324R, je

strujanje plina  $N_2$  vertikalno usmerjeno skozi šaržo, s pomočjo razdelilnika plina pa je ta izmenično usmerjan po delovnem prostoru peči tako, da tudi plin ki struji skozi nezaseden prostor okoli sarže, čim bolj sodeluje pri ohlajanju same sarže, slika 3.



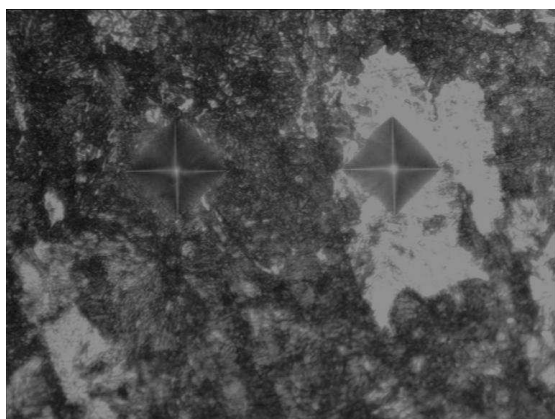
Slika 3. Šarža metalografskih, nateznih in  $K_{Ic}$ -preizkušancev iz vzmetnega jekla 51CrV4 (šarža P3 1,2) in položaj termoelementa, ki je vstavljen v  $K_{Ic}$  preizkušanec.

Metalografske,  $R_m$ -preizkušance oziroma  $K_{Ic}$ -preizkušance, ki so bili izdelani iz testnega jekla smo kalili v vakuumski peči s temperature avstenitizacije  $870\text{ }^{\circ}\text{C}$  v toku  $N_2$  pri 5 bar do  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  s parametrom ohlajanja  $\lambda_{800-500} = 0.4$ .

#### Mehanski preiskusi in meritve mehanskih lastnosti

V okviru mehanskih preizkusov smo izvedli natezni preizkus (za določitev natezne trdnosti, meje plastičnosti, raztezka in kontrakcije), Charpy V preizkus (za določitev udarne žilavosti) ter natezni preizkus za določitev lomne žilavosti  $K_{Ic}$ . Izvedli smo tudi meritve trdote ter metalografske preiskave. Rezultati meritev mehanskih lastnosti so prikazani v tabeli 2.

Tipična mikrostruktura vzorca P3 2 je prikazana na sliki 4. Na osnovi meritev mikrotrdote smo ugotovili, da je mikrostruktura martenzitno bainitna.



Slika 4. Tipična mikrostruktura vzorca P3 2

Tabela 2: Rezultati meritev lomne žilavosti K<sub>IC</sub> in trdote HRC

St. K <sub>IC</sub> - test	Način pulz.	Vakuumska	Sila	Premer prelomljene površine (mm)				K <sub>IC</sub> MPa m <sup>1/2</sup>	HRC
				d <sub>1</sub>	d <sub>2</sub>	d <sub>3</sub>	d <sub>4</sub>		
preizkuš.	1120 obr/min	T.O.	kN						
139			16,00	6,940	6,919	6,948	6,939	6,937	19,4
140		Aust.: 870°C/10 min.	15,58	6,840	6,858	6,836	6,840	6,844	19,4
141		Ohlaj.: N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	15,58	7,009	6,944	6,983	6,958	6,974	18,6
142	650N/6'	λ <sub>800-500</sub> = 0,42	16,66	6,675	6,681	6,682	6,632	6,668	21,8
143	(obremenitev/čas)	(samo kaljeni)	17,71	6,796	6,851	6,721	6,824	6,798	22,3
144			12,92	6,774	6,810	6,761	6,814	6,790	16,3
129			17,83	6,735	6,764	6,748	6,768	6,754	22,8
130			22,30	6,947	6,955	6,947	6,934	6,946	26,9
131			21,08	6,892	6,864	6,887	6,850	6,873	26,0
132			18,43	6,776	6,836	6,776	6,829	6,804	23,2
133			18,03	6,788	6,820	6,781	6,822	6,803	22,7
134		Austenitizacija	21,30	6,930	6,890	6,905	6,888	6,903	26,0
135		870°C/10 min.	20,62	6,857	6,880	6,853	6,884	6,869	25,5
136	680N/7'	N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	19,18	6,867	6,831	6,884	6,846	6,857	23,8
89			19,63	6,821	6,833	6,823	6,814	6,823	24,6
90			18,71	6,669	6,619	6,707	6,635	6,658	24,6
91			18,98	6,758	6,718	6,755	6,745	6,744	24,3
92			18,57	6,703	6,667	6,677	6,669	6,679	24,2
93			18,67	6,727	6,756	6,726	6,781	6,748	23,9
94		Austenitizacija	19,77	6,917	6,861	6,884	6,887	6,887	24,3
95		870°C/10 min.	19,56	6,913	6,933	6,905	6,935	6,922	23,8
96	670N/7'	N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	17,16	6,682	6,669	6,690	6,666	6,677	22,4
1			23,98	6,750	6,748	6,706	6,744	6,737	30,8
2			26,08	6,845	6,909	6,821	6,902	6,869	32,2
3			20,90	6,524	6,499	6,512	6,510	6,511	28,7
4			23,03	6,642	6,624	6,614	6,621	6,625	30,5
5			21,49	6,497	6,599	6,483	6,537	6,529	29,3
6		Austenitizacija	24,64	6,671	6,692	6,700	6,720	6,696	32,0
7		870°C/10 min.	25,68	6,850	6,829	6,835	6,853	6,842	31,9
8	700N/7'	N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	21,78	6,641	6,639	6,613	6,578	6,618	28,9
9			29,66	6,648	6,573	6,628	6,612	6,615	39,4
10			30,86	6,795	6,802	6,808	6,816	6,805	38,8
11			27,47	6,531	6,504	6,532	6,494	6,515	37,6
12			27,34	6,584	6,657	6,592	6,674	6,627	36,2
13			23,79	6,171	6,186	6,127	6,191	6,169	36,1
14		Austenitizacija	29,21	6,616	6,632	6,623	6,677	6,637	38,6
15		870°C/10 min.	27,46	6,338	6,385	6,293	6,343	6,340	39,6
16	700N/7'	N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	29,08	6,565	6,483	6,637	6,624	6,577	39,1
17			33,42	6,481	6,564	6,476	6,518	6,510	45,9
18			31,51	6,494	6,536	6,499	6,521	6,513	43,2
19			46,46	6,840	6,818	6,815	6,840	6,828	58,0
20			30,05	6,327	6,272	6,305	6,257	6,290	44,0
21			32,21	6,482	6,412	6,488	6,399	6,445	45,0
22		Austenitizacija	33,14	6,451	6,439	6,480	6,431	6,450	46,3
23		870°C/10 min.	31,72	6,427	6,185	6,417	6,258	6,322	46,0
24	700N/7'	N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	32,13	6,405	6,481	6,399	6,492	6,444	44,9

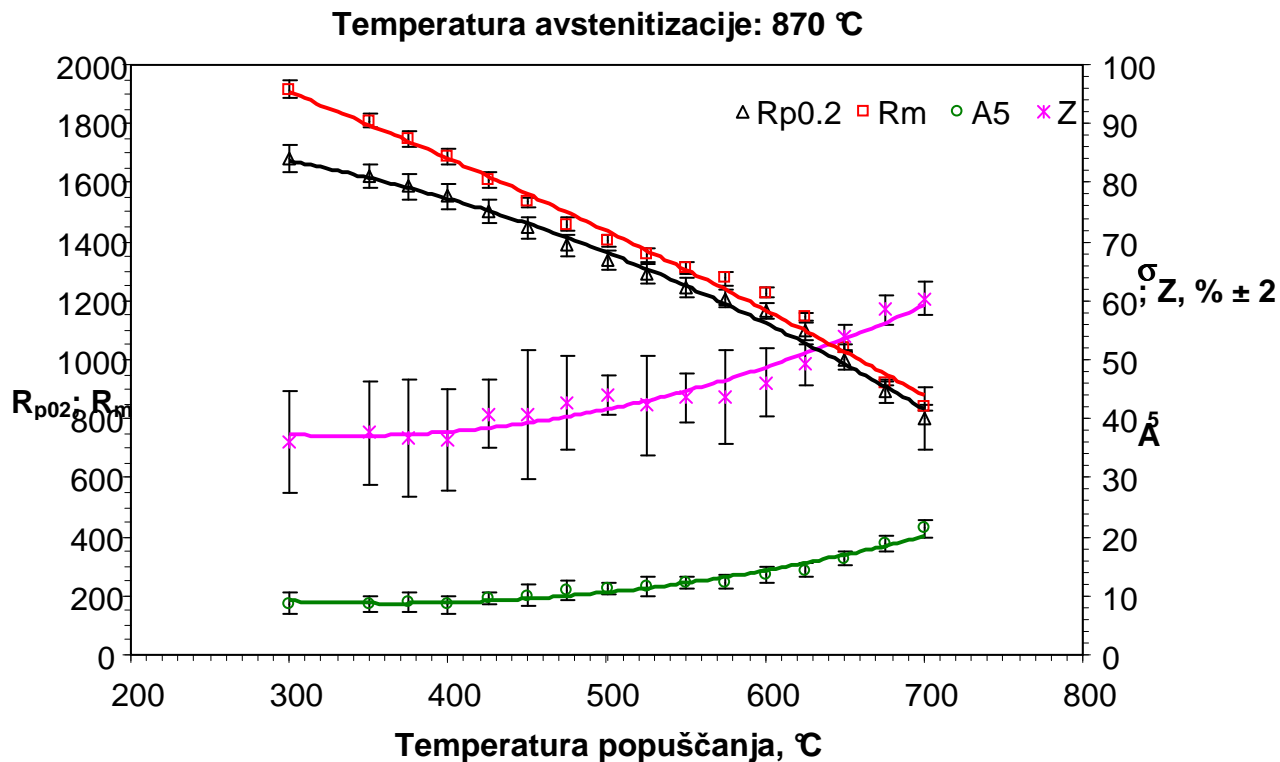
25			44,83	6,251	6,165	6,257	6,253	6,232	66,8	46,4
26			52,24	6,702	6,675	6,702	6,630	6,677	68,2	46,4
27			51,42	6,583	6,573	6,570	6,537	6,566	69,4	46,7
28			46,98	6,540	6,516	6,536	6,477	6,517	64,3	46,9
29			42,94	6,053	6,149	6,058	6,172	6,108	66,4	46,3
30		Austenitizacija	51,73	6,687	6,746	6,693	6,680	6,702	67,1	46,6
31		870°C/10 min.	59,05	6,928	6,950	6,935	6,963	6,944	71,3	46,5
32	700N/7´	N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	47,02	6,546	6,493	6,540	6,526	6,526	64,2	46,7
49			58,70	6,535	6,627	6,511	6,641	6,579	78,9	45,0
50			56,52	6,669	6,660	6,651	6,659	6,660	74,2	44,6
51			55,56	6,647	6,684	6,622	6,686	6,660	72,9	45,5
52			56,78	6,549	6,503	6,525	6,480	6,514	77,8	45,5
53			54,11	6,469	6,355	6,446	6,321	6,398	76,8	45,2
54		Austenitizacija	59,75	6,710	6,717	6,715	6,775	6,729	76,8	44,3
55		870°C/10 min.	54,86	6,542	6,493	6,531	6,546	6,528	74,9	44,9
56	700N/7´	N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	52,23	6,390	6,260	6,375	6,284	6,327	75,6	45,1
57			49,51	5,930	5,864	5,942	5,900	5,909	81,2	43,3
58			47,20	5,884	5,784	5,926	5,782	5,844	79,0	43,0
59			58,78	6,375	6,521	6,395	6,551	6,461	81,8	43,2
60			52,44	6,100	6,141	6,074	6,133	6,112	81,0	42,8
61		Austenitizacija	50,51	6,051	5,911	6,019	5,939	5,980	81,1	42,1
62		870°C/10 min.	45,57	5,619	5,619	5,644	5,622	5,626	81,4	42,8
63	800N/7´	N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	57,27	6,351	6,369	6,345	6,384	6,362	82,1	43,7
64	neveljaven		8,15	2,107	2,004	2,178	1,964	2,063	57,6	42,9
65			66,91	5,599	6,231	5,619	6,198	5,912	109,7	42,7
66			66,28	5,599	6,328	5,559	6,303	5,947	107,5	42,6
67			64,04	5,450	6,150	5,667	6,150	5,854	106,8	42,3
68			62,85	5,469	6,120	5,511	6,172	5,818	106,0	41,7
69		Austenitizacija	66,59	5,654	6,439	5,593	6,381	6,017	105,8	42,6
70			62,23	5,502	6,381	5,514	6,357	5,939	101,2	41,3
71		870°C/10 min.	57,35	5,361	6,012	5,249	5,853	5,619	102,7	40,9
72	800N/7´	N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	62,52	5,391	6,080	5,428	6,084	5,746	107,8	40,7
73			66,04	5,550	6,433	5,614	6,230	5,957	106,8	41,5
74			64,14	5,502	6,297	5,622	6,188	5,902	105,4	40,9
75			62,83	5,647	6,049	5,486	6,075	5,814	106,1	40,7
76			65,02	5,464	6,286	5,503	6,256	5,877	107,7	41,4
77		Austenitizacija	64,56	5,684	6,197	5,549	6,372	5,951	104,6	41,3
78			64,38	5,618	6,309	5,577	6,359	5,966	103,8	41,1
79		870°C/10 min.	64,27	5,261	6,171	5,223	6,282	5,734	111,1	41,3
80	800N/7´	N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	64,48	5,462	6,331	5,393	6,412	5,900	106,1	41,2
97			62,73	5,509	6,108	5,460	6,114	5,798	106,4	41,4
98			62,32	5,453	6,213	5,502	6,213	5,845	104,2	40,5
99			64,45	5,651	6,152	5,637	6,152	5,898	106,1	40,8
100			64,29	5,339	6,233	5,712	6,186	5,868	106,8	41,3
101		Austenitizacija	65,44	5,670	6,163	5,532	6,222	5,897	107,8	40,6
102			66,46	5,561	6,176	5,304	6,249	5,823	111,9	40,8
103		870°C/10 min.	63,30	5,615	6,361	5,596	6,312	5,971	102,0	40,7
104	800N/7´	N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	63,62	5,424	5,790	5,361	5,954	5,632	113,5	41,2



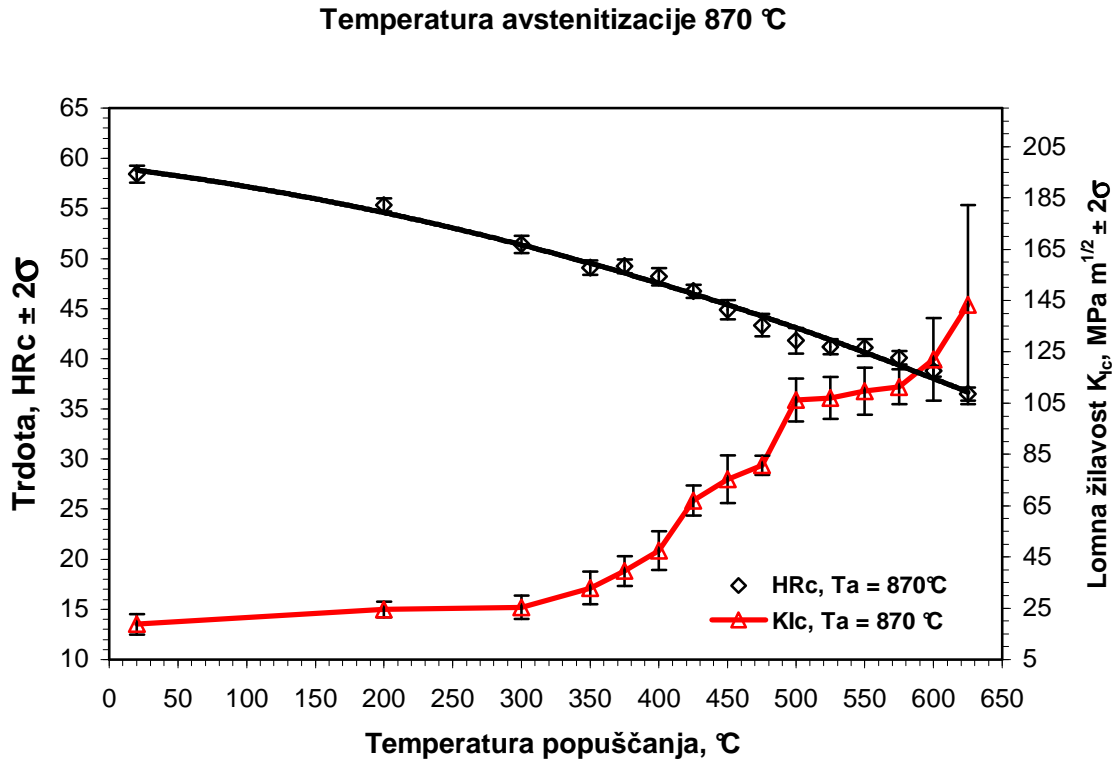
105			56,83	5,077	5,383	4,972	5,543	5,244	114,2	40,2
106			57,75	5,118	5,725	5,060	5,669	5,393	110,8	39,8
107			58,10	5,069	5,828	5,122	5,856	5,469	109,0	39,9
108			58,93	5,108	5,749	5,127	5,627	5,403	112,8	40,0
109		Austenitizacija	56,13	5,082	5,441	4,985	5,436	5,236	113,1	39,8
110			55,41	5,103	5,610	5,088	5,620	5,355	107,6	39,5
111		870°C/10 min.	60,83	5,274	5,790	5,190	5,825	5,520	112,3	39,9
112	800N/7'	N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	63,85	5,354	6,012	5,345	6,032	5,686	112,1	40,0
113			61,63	4,625	5,611	4,808	5,613	5,164	127,0	38,7
114			61,46	5,321	5,832	5,089	5,809	5,513	113,7	38,7
115			62,19	5,247	5,835	5,211	5,715	5,502	115,4	39,0
116			61,86	4,972	5,455	4,725	5,702	5,214	125,5	38,6
117		Austenitizacija	60,49	4,651	5,616	4,725	5,553	5,136	125,7	38,8
118			62,44	5,135	5,555	5,181	5,627	5,375	120,5	38,1
119		870°C/10 min.	62,77	5,107	5,699	5,103	5,822	5,433	119,0	38,3
120	800N/7'	N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	61,74	4,954	5,568	4,829	5,413	5,191	126,2	38,8
121			62,01	4,096	5,180	4,103	4,606	4,496	158,5	36,3
122			61,66	4,760	5,161	4,752	5,264	4,984	134,5	36,4
123			61,05	4,653	5,283	4,589	5,457	4,996	132,7	36,3
124			60,73	4,157	4,517	3,813	4,142	4,157	174,1	36,3
125		Austenitizacija	61,52	4,025	4,806	4,221	4,362	4,354	164,9	36,4
126			62,09	4,747	5,259	4,531	5,302	4,960	136,5	36,0
127		870°C/10 min.	60,97	4,625	5,206	4,497	5,317	4,911	136,1	36,1
128	800N/7'	N <sub>2</sub> /5 bar do 60°C	59,53	4,104	4,942	4,067	4,647	4,440	155,0	36,4
129			17,83	6,735	6,764	6,748	6,768	6,754	22,8	55,7
130			22,30	6,947	6,955	6,947	6,934	6,946	26,9	55,2
131			21,08	6,892	6,864	6,887	6,850	6,873	26,0	54,9
132			18,43	6,776	6,836	6,776	6,829	6,804	23,2	55,7
133			18,03	6,788	6,820	6,781	6,822	6,803	22,7	55,7
134		Austenitizacija	21,30	6,930	6,890	6,905	6,888	6,903	26,0	55,1
135		870°C/10 min.	20,62	6,857	6,880	6,853	6,884	6,869	25,5	55,1



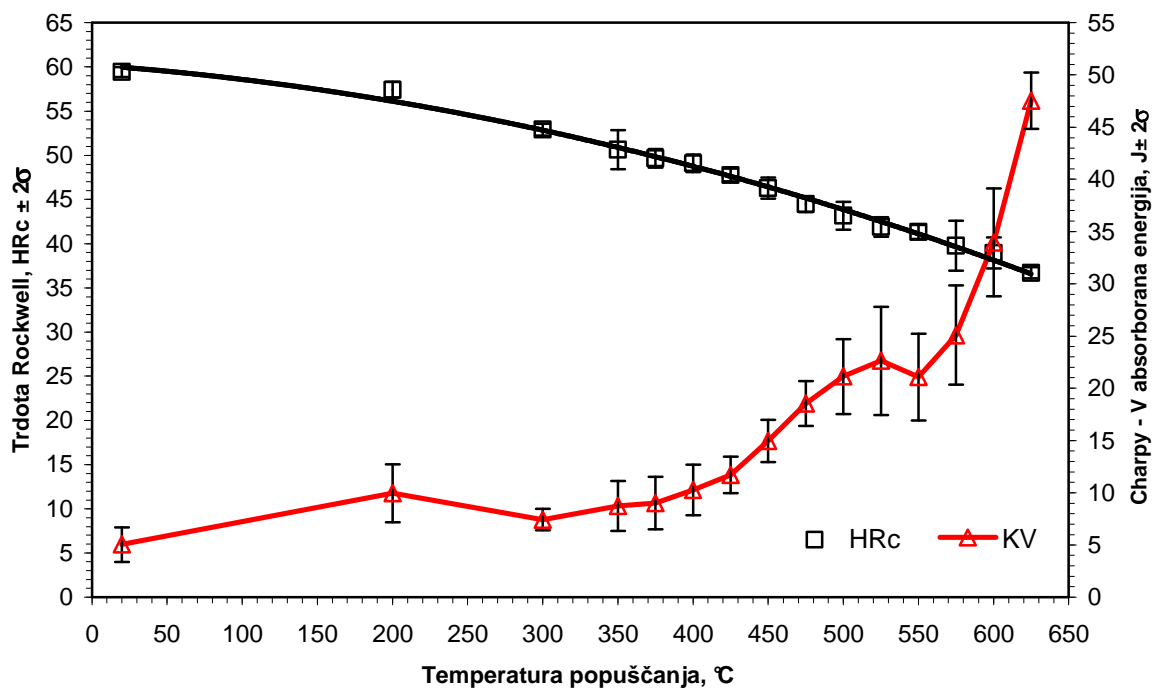
## Diagrami popušćanja



Slika 6. Diagram popušćanja natezna trdnost  $R_m$  - meja plastičnosti  $R_{p0.2}$  - raztezek  $A_5$  (%) - kontrakcija  $Z$  (%) - temperatura popušćanja



Slika 6. Diagram popušćanja trdota HRC – lomna žilavost  $K_{IC}$  - temperatura popušćanja



Slika 6. Diagram popuščanja trdota HRc – Charpy-V - temperatura popuščanja

## Zaključek

Uspešno smo odlili referenčno šaržo vzmetnega jekla ter izvedli vse planirane preiskuse in preiskave ter izdelali diagrame popuščanja. Na osnovi izdelanih diagramov popuščanja lahko zaključimo, da je preiskovano vzmetno jeklo 51CrV4 primerno za izdelavo visokotrdnostnih vzmeti ( $R_m=1500-1800$  MPa) ob ustrezno izvedeni toplotni obdelavi.

Ko bomo izdelali še šarže z dodatki nanodelcev, bomo lahko ocenili vpliv dodatkov nanodelcev na mehanske lastnosti vzmetnega jekla, na osnovi diagramov popuščanja.

## Priloga 1: Pregled opravljenih raziskovalnih ur

Raziskovalne ure za laboratorijski preizkus, ki jih izvedel zunanji izvajalec:

Opis	Cena	Raziskovalne ure	Vrednost
Taljenje jekla in odlivanje	25,92 €/h	16	414,72 €
Valjanje in priprava vzorcev za toplotno obdelavo	25,92 €/h	40	1036,80 €
Toplotna obdelava	25,92 €/h	80	2073,60 €
Priprava vzorcev, določitev natezne trdnosti in udarne žilavosti	25,92 €/h	266	<b>6894,72 €</b>
Meritve mehanskih lastnosti	25,92 €/h	48	1244,16 €
Analiza prelomnih površin in mikrostrukture	25,92 €/h	80	2073,60 €
Izdelava diagramov popuščanja	25,92 €/h	40	1036,80 €
Analiza rezultatov in priprava poročila	25,92 €/h	16	414,72 €
		586	<b>15189,12 €</b>

Raziskovalne ure za laboratorijski preizkus, ki jih izvedel Štore Steel

Opis	Cena	Raziskovalne ure	Vrednost
Taljenje jekla in odlivanje	25,92 €/h	8	207,36 €
Valjanje in priprava vzorcev za toplotno obdelavo	25,92 €/h	8	207,36 €
Toplotna obdelava + peskanje	25,92 €/h	9	233,28 €
Meritve mehanskih lastnosti	25,92 €/h	<b>305</b>	7905,60 €
Analiza prelomnih površin in mikrostrukture	25,92 €/h	80	2073,60 €
Izdelava diagramov popuščanja	25,92 €/h		0,00 €
Analiza rezultatov in priprava poročila	25,92 €/h	0	0,00 €
		410	<b>10627,20 €</b>
Meritve mehanskih lastnosti		Raziskovalne ure	Št. preiskav
Spektralna kem.analiza		2	1
C+S		2	1
Udarno delo - žilavost		72	112
Natezni preizkus		7	14
Natezni preizkus I (preskus+izdelava epruvete)			
Razrez		28	112
Priprava obrusa		36	112
Mikrostruktura		56	112
Velikost avst.zrna (TO, obrus, preiskava)			
Žilavost 0 in -20			
Analiza H <sub>2</sub> + O <sub>2</sub> v jeklu		2	1
Nekovinski vključki (1 ali 2 vzorca za eno oceno)			
Nekovinski vključki (3 ali več vzorcev za eno oceno)			
Meritev trdote		28	112
Strojna ura			
UZ pločevine / m2			
Izdelava Charpyja ali Y		72	112
XRF analiza			
		<b>305</b>	