

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta strojní



DIPLOMOVÁ PRÁCE

**Vliv parametrů procesu žárového zinkování
na tvorbu intermetalických fází Zn - Fe**

1995

Jana Rachová

Technická univerzita v Liberci

Fakulta strojní

Katedra materiálu

obor strojírenská technologie (23 - 07 - 8)

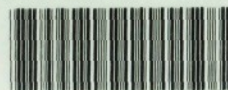
zaměření tepelné zpracování a zkoušení materiálu

Vliv parametrů procesu žárového zinkování na tvorbu intermetalických fází Zn-Fe

KMT - 052

Jana Rachová

UNIVERZITNÍ KNIHOVNA
TECHNICKÉ UNIVERZITY V LIBERCI



3146065923

Vedoucí diplomové práce: Doc.Ing.Karel Daďourek, CSc.

Konzultant: Dipl.-Ing. Klaus D.Ehlers , Preussag Stahl AG

Rozsah práce a příloh:

Počet stran:.....40

Počet obrázků:....28

Počet tabulek:.....6

Počet příloh:.....1

Počet výkresů:.....0

VYSOKÁ ŠKOLA STROJNÍ A TEXTILNÍ V LIBERCI

Fakulta strojní

Katedra materiálu

Školní rok: 1994/95

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

pro

Jana RACHOVÁ

obor

Strojírenská technologie

zaměření

Tepelné zpracování a zkoušení materiálu

Vedoucí katedry Vám ve smyslu zákona č. 172/1990 Sb. o vysokých školách určuje tuto diplomovou práci:

Název tématu: Vliv parametrů procesu žárového zinkování
na tvorbu intermetalických fází Fe-Zn

Zásady pro vypracování:

1. Seznamte se s procesem žárového zinkování plechů možnostmi nastavení jeho parametrů a sledováním vlastností výsledného povlaku.
2. S pomocí analytického zařízení firmy Surmetal vyhodnoťte v závislosti na vybraných parametrech procesu vlastnosti výsledného povlaku - soustřeďte se na vytváření fází Fe-Zn a adhezi povlaku.
3. Vyhodnoťte získané výsledky a vyvoďte obecné závěry pro proces žárového zinkování.

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Univerzitní knihovna
Voroněžská 1329, Liberec 1
PSČ 461 17

V 20/95 S

*Bluchý pohoreně
Zinkování mědkové
Porlaheřin
Žárové zinkování*

KMT/JZ

Rozsah grafických prací:

Rozsah průvodní zprávy: cca 40 - 60 stran

Seznam odborné literatury:

/1/ Firemní literatura Surmetal

/2/ ZRONEK, M.: Úprava povrchu kovových konstrukcí.

SNTL Praha, 1981

Vedoucí diplomové práce: Doc. Ing. Karel Daďourek, CSc.
Konzultant:

Zadání diplomové práce: 25.10.1994

Termín odevzdání diplomové práce: 26.5.1995

Doc. Ing. Karel Daďourek, CSc.
Vedoucí katedry



Prof. Ing. Jaroslav Exner, CSc.
Děkan

V Liberci

dne 20.10. 19 94

Místopřísežné prohlášení

Místopřísežně prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury.

Jana Radoval

V Liberci 26.05.1995

Poděkování

Úvodem své diplomové práce si dovoluji srdečně poděkovat vedoucímu diplomové práce Doc.Ing. Karlovi Daňourkovi,CSc., který mi poskytl odborné vedení, cenné rady a připomínky při zpracování diplomové práce.

Dále děkuji zaměstnancům laboratoře povrchové techniky Preussag Stahl AG za rady při praktickém provedení metalografických a jiných zkoušek, které byly provedeny v rámci této práce.

Anotace

Tato diplomová práce byla zpracována v laboratoři povrchové techniky Preussag Stahl AG v SRN.

Úkolem bylo zjistit, jaký vliv mají procesní parametry procesu žárového zinkování na tvorbu intermetalických fází Zn-Fe , na tvorbu trhlin při tváření a na křehkost zinkového povlaku u tenkých žárově pozinkovaných plechů.

Mezi zkoumané procesní parametry patří teplota zinkování, rychlost zinkování a obsah hliníku v zinkové lázni.

Hlavním požadavkem Preussag Stahl AG bylo v rámci této práce uvést do provozu a zcejchovat nové zařízení SUMETAL, které slouží k vyhodnocování intermetalických fází Zn-Fe.

K ověření přesnosti zařízení bylo použito porovnání s metalografickými výsledky.

Anotation

Diese Diplomarbeit wurde im Oberflächentechnik - Labor der Preussag Stahl AG, in der BRD , durchgeführt.

Es bestand die Aufgabe herauszufinden, welchen Einfluss die Prozessparameter beim Bandfeuerverzinken auf die Zinkhaftung und Zn-Fe-Legierungsbildung beim feuerverzinktem Feinblech haben. Zu den zu untersuchenden Prozessparametern gehören die Verzinkungstemperatur, Bandgeschwindigkeit und Aluminium-Gehalt im Zinkbad.

Hauptziel dieser Arbeit war die Inbetriebnahme und das Eichen des neuen SUMETAL - Gerätes, welches zum Auswerten der Zn-Fe-Legierungsphasen dient. Zur Untersuchung der Genauigkeit des SUMETAL - Gerätes wurden die metallographischen Schliffe mit den SUMETAL - Ergebnissen verglichen.

Obsah

1 Úvod.....	8
2 Zadání.....	9
3 Princip průběžného žárového zinkování plechů na příkladu žárového zinkování u Preussag Stahl AG v Salzgitter (SRN).....	11
3.1 Funkční popis základních částí zařízení.....	12
3.2 Procesní parametry.....	14
4 Teorie intermetalických fází Zn-Fe.....	16
4.1 Rovnovážný diagram zinek - železo (podle Kubaschewskiho).....	16
4.2 Jednotlivé fáze Zn-Fe.....	17
5 Veličiny ovlivňující křehkost zinkového povlaku.....	18
5.1 Vliv hliníku.....	19
5.2 Vliv plynové atmosféry v peci.....	20
5.3 Vliv teploty.....	21
6 Tvárnost žárově pozinkovaného plechu.....	22
7 Popis analytického zařízení SUMETAL na vyhodnocování intermetalických fází Zn-Fe.....	23
8 Předběžné zkoušky k cejchování zařízení SUMETAL.....	25
8.1 Metalografické zkoušky intermetalických fází Zn-Fe.....	25
8.2 Zkoušky křehkosti pozinkovaného povlaku a množství trhlin.....	26
8.3 Zkoušky intermetalických fází Zn-Fe na zařízení SUMETAL.....	27

8.4 Porovnání výsledků zjištěných pomocí zařízení SUMETAL s metalografickými výbrusy.....	29
8.5 Porovnání výsledků zjištěných pomocí zařízení SUMETAL s výsledky elektronové mikroskopie.....	31
9 Výsledky zkoušek pozinkovaných vzorků.....	32
9.1 Výsledky metalografických zkoušek.....	32
9.1.1 Tvorba fází Zn-Fe, hustota trhlin povlaku a křehkost povlaku v závislosti na teplotě.....	33
9.1.2 Tvorba fází Zn-Fe, hustota trhlin povlaku a křehkost povlaku v závislosti na rychlosti zinkování (době setrvání v zinkové lázni).....	33
9.1.3 Tvorba fází Zn-Fe, hustota trhlin povlaku a křehkost povlaku v závislosti na obsahu hliníku v zinkové lázni.....	34
9.2 Výsledky vyhodnocené na zařízení SUMETAL.....	35
10 Diskuse výsledků a závěr.....	36
11 Seznam použité literatury.....	38
12 Příloha - obrázky	
tabulky	
příklady výsledků naměřené na zařízení SUMETAL.....	40

1 Úvod

Žárově pozinkovaný plech je za studena válcovaný jakostní plech, který je před korozí chráněn hustou, rovnoměrnou, přilínající vrstvou zinku. Žárové zinkování je v dnešní době jeden z nejdůležitějších postupů zušlechtnění širokopásového plechu. Tento princip ponorného zvýšení jakosti spočívá v kombinaci předběžného čištění plechu v otevřené vyhřívané části pece, žíhání v ochranné atmosféře v průběžné peci, ponoření do zinkové lázně a následného ošetření plechu.

Základní koncept byl vyvinut Thadeusem Sendzimirem již na začátku třicátých let a v Západní Evropě byl realizován při konstruování žárových zinkoven v letech 1936/37. Tato Sendzimirem vyvinutá metoda byla od té doby již několikrát pozměněna, protože nároky odběratelů pozinkovaných výrobků během let značně stouply. Od roku 1959 se ve Spolkové Republice Německé žárově pozinkovaný plech vyrábí výhradně v kontinuálních zinkovacích zařízeních. Stálý růst nových zařízeních je výsledkem technického vývoje od osmdesátých let. Umožňují výrobu zušlechtěného plechu s vysokými nároky na kvalitu povrchu a na tváření, speciálně v automobilovém průmyslu na vnější části karoserií. V roce 1993 se v Západní Evropě vyráběl zušlechtěný plech na 57 zařízeních, z toho v SRN na deseti zařízeních./1/

2 Zadání

Velmi kritická veličina při výrobě žárově pozinkovaného plechu je křehkost zinkového povlaku. Cílem této diplomové práce je vyzkoumat, jaký vliv mají procesní parametry na tvorbu intermetalických fází Zn-Fe, křehkost povlaku a tvorbu trhlin v povlaku. Mezi tyto parametry patří např. teplota pásu a zinkové lázně, rychlost zinkování a obsah hliníku v zinkové lázni.

K tomu byly použity kotouče plechu o průměru 80 mm, které byly vystříženy ze středu pásu pozinkovaného plechu. Podnik Preussag Stahl AG (PSAG) má zájem na tom, aby se v rámci této diplomové práce zkoušely vzorky jakostí FeP02G (dříve pod názvem St 02 Z), FeP05G (dříve pod názvem St 05 Z) a FeP06G (dříve pod názvem St 06 Z) - podle jakostní normy DIN EN 10142 a rozměrové normy DIN EN 10143 - s tloušťkou plechu od 0.7 do 0.85 mm a s tloušťkou vrstvy zinku 70, 100, 150 a 275 g/m². Dále bude v této práci jakost FeP02G označena jako jakost 2 a jakosti FeP05G a FeP06G jako IF ocel. IF ocel je jakostní ocel stabilizována titanem (IF=interstitial free).

Zkoušky byly prováděny v laboratoři povrchové techniky PQV a výbrusy v metalografické laboratoři PQP v Preussag Stahl AG. Jelikož se z každého plechu vyrábí a uschovává pouze jeden kotouč (plocha = 5000 mm²), tak bylo k dispozici velmi málo materiálu, na kterém se musely provést všechny potřebné zkoušky.

Další úlohou této diplomové práce je zprovoznění a optimalizace zařízení SUMETAL izraelské firmy INDEL LTD. Jelikož je zařízení SUMETAL v rámci této práce poprvé uvedeno do provozu, tak podnik ještě neví s jakou spolehlivostí může na tomto zařízení

provádět analýzu intermetalických fází Zn-Fe. Podnik má zájem na tom, aby se v budoucnosti metody zkoušení jako např. pomocí REM (rastrová elektronová mikroskopie) , metalografických výbrusů a chemického vyhodnocení nechaly redukovat a analýzou zařízením SUMETAL alespoň částečně nahradit.

3 Princip průběžného žárového zinkování plechů na příkladě žárového zinkování u Preussag Stahl AG v Salzgitter (SRN)

Sendzimirův princip slouží ke kontinuálnímu (průběžnému) zinkování širokého pásu plechu. Zinkovací zařízení PSAG (obr.1) má kapacitu přibližně 250.000 t/rok. Pás plechu má šířku mezi 900 mm a 1650 mm a tloušťku plechu mezi 0.40 mm a 3.50 mm. Pás plechu se pohybuje rychlostí od 10 do 240 m/min. Dle pořadí a funkčnosti se zařízení dělí do čtyř základních částí:

1. vstupní část
2. zpracovávací část
3. výstupní část
4. dělicí část

Ve vstupní části se nachází zařízení na rozvíjení navinutých pásů plechu do klub, na narovnání pásů plechu a na jejich svařování. Různá řídící zařízení usměřňují pás plechu tak, aby procházel středem linky. Zásobník pásu mezi vstupní a zpracovávací částí obsahuje maximální délku pásu 360 m a pás plechu je v něm navinut na pohyblivý kotouč. Tím vznikne časová rezerva 2-3 minuty, které se využijí na svaření nového pásu plechu s koncem předešlého pásu, nedojde k přerušení kontinuálního postupu zinkování.

Zpracovávací část se skládá z tažné jednotky, která pás plechu napíná, z předeříváče, z žíhací peci, z řízených chladících zón a z induktivně ohříváče, keramicky vyloženého kotle se zinkem .

Po zinkování následuje zařízení na zmenšení zinkových krystalů na povrchu povlaku, vodní a vzduchové chlazení, zařízení na zvýšení drsnosti povrchu, zařízení k docílení rovného povrchu pásu plechu a konečná povrchová úprava. Mezi zpracovávací a výstupní částí se nachází další pojízdný kotouč , který je zásobníkem pásu o délce 186 m. Dále se ve výstupní části nachází válcový S blok, elektrostatický olejovací strojek (k naolejování plechu), hnací zařízení, střížník k dělení pásu plechu na dlouhé pruhy a dva navíjecí stroje, které navíjí pozinkovaný pás plechu opět do kluba.

V dělicí části , která se nachází za částí výstupní, lze pás plechu dělit přímo z linky na tabule různých rozměrů a tyto rovnat na sebe.

3.1 Funkční popis základních částí zařízení

Nejhospodárnější čištění povrchu plechu lze docílit v předeřívací části, kde je podle výkonu zařízení teplota až 1300 stupňů Celsia. Pás plechu se přitom ohřeje na teplotu 600-650 stupňů Celsia (obr.2). Za této vysoké teploty se vypaří a spálí všechny organické nečistoty jako např. zbytky válcovací emulze. Díky dokonalému nastavení hořáků a přesné regulaci atmosféry v peci nedochází v řízené části linky k oxidaci plechu. Dále následuje žíhání. V redukční části pece se pás plechu ohřeje na konečnou žíhací teplotu kolem 700 stupňů Celsia. Jelikož vodík atmosféry redukuje oxidy na povrchu

plechu, lze tak vytvořit lesklý kovově čistý povrch, který je předpokladem pro dobrou adhezi povlaku a jeho odolnosti proti křehkosti.

Dále se teplota plechu v chladicích zónách sníží na tolik, aby pás plechu vcházel do zinkové lázně při teplotě 470 až 500 stupňů Celsia.

Pás se po protažení chladicími zónami noří do zinkové lázně při průchodu speciální manžetou (v ochranném plynu), aby nedošlo ke styku s okolní atmosférou. V induktivně vyhřívaném kotli se zinkovou taveninou se vyčistěný a vyžíhaný plech potáhne korozivzdornou vrstvou zinku. V lázni jsou umístěny dva válce, kolem kterých se pás plechu vede. Kolem spodního válce se vede směrem nahoru z lázně a pomocí druhého se usměrňuje. Pás plechu se vede kolmo nahoru mezi dvěma podélnými tryskami umístěnými nad zinkovou lázní. Do těchto dvou trysek je přes řídicí systém přiváděn stlačený vzduch tak, aby se přes celou šířku a délku pásu dosáhlo rovnoměrné tloušťky zinkového povlaku mezi 7 až 50 mikrometrů (jednostranně).

Po ztuhnutí povlaku se zpravidla vytvoří krystalové struktury, tzv. zinkové květy. Při využití pozinkovaných plechů v automobilovém průmyslu, na pračky, lednice a v nábytkovém průmyslu musí vyrobené povlaky mít vyšší kvalitu. Proto je za zinkovací jednotkou umístěno zařízení na zmenšení krystalů vzniklých na povrchu povlaku. Normální velikost krystalu je ve většině případech nežádoucí, tyto krystaly se zmenšují na malé, ochlazením ještě tekutého povlaku se systémem trysek (vzduch - voda) fouká na ještě tekutý povlak. Kapičky mlhy podporují růst zárodků a povlak okamžitě ztuhne. Velikost krystalů je potom tak malá, že se tímto opatřením vyrábí povlaky vysoké jakosti, které odpovídají dnešním požadavkům. Lze docílit matných nebo lesklých povlaků určité drsnosti.

Hned v zápětí je zařazeno prodlužovací zařízení. Princip prodlužování spočívá v tom, že mezi dvěma na sebe působícími bloky čtyř válců se vytvoří vysoké pnutí v plechu. Současným protažením pásu plechu okolo malých válců vznikne tak vysoké pnutí, že vytvořená plastická deformace se projeví jako trvalé prodloužení. Je možné docílit prodloužení až dvou procent.

Dále následuje povrchová úprava. Zinkový povlak tvoří vlastní ochranu proti korozi, ale povrchová úprava má zvláštní význam. Prodlužuje dobu skladování plechů primární ochranou proti bílé korozi. Při chemickém pasivování se na pás plechu obousměrně nastříká a rozprostře zředěná kyselina chromová a povrch se pak vysuší teplým vzduchem. Tímto prošel pás plechu ošetřujícími částmi zařízení a nyní se může navíjet do svitků s vnitřním průměrem 508 mm nebo 610 mm. Pokud je to zapotřebí, tak lze povlak naolejovat. Povlak lze chemicky pasivovat a olejovat nebo vůbec ho nijak neopatřovat. Neopatřený plech je nutné rychle zpracovat.

Dělí-li se pás plechu dále na tabule, pak se dopravuje poháněcím zařízením po válcovém dopravníku do střížníku. /3/

3.2 Procesní parametry

Nejdůležitější procesní parametry, které ovlivňují tvorbu intermetalických fází Zn-Fe a křehkost povlaku u žárově pozinkovaného plechu a které se v této práci zkoumají, jsou teplota zinkování (průměr z teploty pásu plechu před ponořením do lázně a teploty

zinkové lázně), rychlost pásu plechu (doba setrvání v zinkové lázni) a obsah hliníku v lázni.

Další parametry, které byly v této práci zanedbány, jsou např. plynová atmosféra, obsah železa a olova v lázni a pod..

Teplota se pohybuje od 440 do 520 stupňů Celsia, rychlost pásu plechu od 70 do 170 m/min a obsah hliníku v lázni od 0.14 do 0.22 procent.

Procesní parametry pro zkoumané vzorky jsou shrnuty v tabulce 1 (jakost 2) a v tabulce 2 (IF ocel).

4 Teorie intermetalických fází Zn-Fe

Při protažení pásu plechu zinkovou lázní se za předpokladu dobře vyčištěného povrchu oceli difunduje zinek do oceli. Tvoří se tak intermetalická fáze Zn-Fe mezi ocelí jakožto základním materiálem a čistým zinkem (obr.3).

Z obr.4 plyne, že IF ocel reaguje s hliníkem lépe než hliníkem uklidněná ocel (jakost 2). U IF oceli se při kratší době setrvání tvoří více intermetalických fází Zn-Fe .

100 mikrometrů tlustá vrstva zinkového povlaku poskytuje např. na venkovském vzduchu pětikrát delší ochranu proti korozi než na průmyslovém vzduchu (obr.5).

Intermetalické fáze Zn-Fe mají značně vyšší tvrdost než normální oceli. Z toho důvodu se využívá jejich nízkého opotřebení, kterého se cení při montáži a transportu (obr.6).

Povlaky s intermetalickými fázemi Zn-Fe jsou ale - stejně jako většina intermetalických fází - křehké , tím i choulostivější na tváření a rázová namáhání než povlaky, které se skládají úplně nebo částečně z čistého zinku.

Tloušťka zinkových povlaků se udává v mikrometrech nebo se udává jako hmota vztažená na plochu v gramech na metr čtvereční. Tloušťka povlaku o 100 mikrometrech odpovídá 700 g/m^2 , přepočítávací faktor se tedy rovná 7./4/

4.1 Rovnovážný diagram zinek-železo (podle Kubaschewskiho)

Rovnovážný diagram zinek- železo slouží jako podklad k popsání mikroskopického složení zinkových povlaků (obr.7). Na vodorovné ose je nanešen obsah zinku a železa v

% a na svislé ose teplota ve stupních Celsia. Na levé straně vodorovné osy je 100 % železa a na pravé straně 100 % zinku. Jednotlivé intermetalické fáze se nachází v oblasti mezi těmito čistými kovy.

4.2 Jednotlivé fáze Zn-Fe

Nezákladnější tři intermetalické fáze zinku a železa jsou fáze gama, delta a zeta. Nejvíce železa obsahuje fáze gama, pak postupně méně delta a zeta. To je patrné v rovnovážném diagramu zinek-železo v obr.7. Fáze gama se nachází nejvíce vlevo a fáze zeta vpravo.

Všechny fáze Zn-Fe prokazují poměrně širokou oblast homogenity, což vyplývá z výskytu vakancí v krystalové mřížce a z relativně rychlé difuze pevných částecek v těchto fázích při vyšších teplotách./5/

5 Veličiny ovlivňující křehkost zinkových povlaků

Pokud je u žárově zinkovaného plechu řeč o křehkosti, tak tím je myšlena především odolnost zinkového povlaku proti vzniku trhlin při tváření.

Dostatečná odolnost proti křehkosti byla při výrobě žárově pozinkovaného plechu vždy obzvlášť kritická veličina. Jedněmi z příčin vzniku trhlin u povlaků jsou nedostatečně vyčištěné povrchy plechů s nespálitelnými nánosy nebo částečná oxidace povrchu zapříčiněná špatným seřazením pecí, což způsobuje špatnou adhezi povlaku. Předřazením čistění pásu plechu před žíháním a zavedením celkového induktivního vyhřívání pecí s nepřetržitou kontrolou rosného bodu lze tyto příčiny prakticky zcela odstranit. Trhliny v povlaku pak vznikají už jenom při vytvoření nevhodné přechodové (difuzní) vrstvy mezi ocelí a povlakem. Vytvoření vhodné vrstvy lze řídit přesným nastavením teploty ponořujícího se pásu plechu do zinkové lázně, teploty zinkové lázně, obsahu hliníku v lázni a rychlosti pásu plechu.

Je-li v lázni obsažen hliník, vytvoří se tenká homogenní mezivrstva Fe-Al na povrchu oceli, která zabraňuje tvoření křehkých fází Zn-Fe nebo jejich tvorbu zpomaluje. Jelikož je IF ocel, která je stabilizována titanem, reaktivnější než hliníkem uklidněná ocel, tak nastávají již uvedené příčiny u této oceli ještě rychleji, tzn. že procesní parametry se musí přizpůsobovat druhům ocelí./1/

5.1 Vliv hliníku

Při žárovém zinkování je hliník nejvíce ovlivňující příměs v zinku. Již malé obsahy hliníku v zinkové tavenině se kladně projevují na křehkosti, tvárnosti a vzhledu žárově pozinkovaného plechu. Vlastní difuzní proces mezi zinkem a železem se přidáním hliníku do lázně zpomalí. Obsah hliníku v lázni do 0,2 % zapříčiňuje to, že tvorba intermetalických vrstev se při určité teplotě do určité doby setrvání pásu v lázni zbrzdí (obr.8). Po delší době setrvání je hliník napadán a tím se tvorba intermetalických vrstev Zn-Fe zesílí.

Doba zbrždění je ovlivněna obsahem hliníku v lázni a její teplotou. Z obr. 9 vyplývá, jaký obsah hliníku v lázni je k dosažení zbrždění procesu v závislosti na teplotě zapotřebí.

Od 0.19 % hliníku v lázni není vidět již žádnou vrstvu fází Zn-Fe. Mezivrstva mezi ocelí a vrstvou Zn-Fe je vrstva Al-Fe složení Al_5Fe_2 , která je vlastní příčinou brzdícího efektu. Nejdříve se vytváří vrstva Al_5Fe_2 a zabraňuje přístupu tekutého zinku k železu. Po určité době brždění se vrstva Al_5Fe_2 přemění v jiné fáze Al-Fe nebo Al-Fe-Zn, které se oddělí od ocelového povrchu a tím může tekutý zinek reagovat se železem. /6/

Na obr. 10 je zobrazena fáze Al_5Fe_2 s tloušťkou vrstvy 0,02 mikrometrů (podle Baumgartla - s 50 % hliníku).

Po překročení doby zbrždění přechází vytvořené Al fáze do „škaloupu“ v zinkové lázni. Různě vzniklé legury podle jejich hustoty buď stoupají na povrch (povrchový škaloup) nebo klesají ke dnu lázně (spodní škaloup).

Při 0.19 % hliníku v zinkové lázni a nízkých teplotách pásu plechu v okamžiku ponoření do lázně se dosáhne středního obsahu hliníku na fázovém rozhraní okolo 7 %. Z toho

vyplývá také velmi dobrá odolnost proti křehkosti povlaku. Přitom vznikají fáze Al-Zn-Fe, které - při vytvoření vrstev - tvorbu fází Zn-Fe silně brzdí. Zvýšení vstupní teploty pásu plechu do lázně způsobí to, že reakce vedoucí k vytvoření fází Al-Zn-Fe se částečně zamění za reakce vedoucí k fázím Zn-Fe a to především na rozhraní feritických zrn. Tímto lze vysvětlit zaprvé nashromáždění hliníku na rozhraní fází a zadruhé také sice malý, mikroskopicky ale dokazatelný, lokální růst krystalů Zn-Fe. Tzn. že na fázovém rozhraní probíhají dvě spolu konkurující reakce.

Při nízkých teplotách pásu plechu a lázně převažuje tvorba fází Al-Zn-Fe, kdežto při vyšších teplotách se k tomu (nebo na rozhraní zrn feritu primárně) tvoří fáze Zn-Fe.

Střední obsah hliníku okolo 0.13% v zinkové lázni vede k tomu, že se začne tvořit silnější vrstva fází Zn-Fe. Vzniká méně krystalů fází Al-Zn-Fe, čímž se křehkost zinkového povrchu, oproti křehkosti povrchu vzniklého při 0.19 % hliníku v lázni, zhorší.

Nízký obsah hliníku v lázni od 0.09 do 0.13 % vede ke středně vyhovující křehkosti.

5.2 Vliv plynové atmosféry v peci

Plynová atmosféra v peci má v ohledu na kvalitu zinkového povlaku velký význam. Dostane-li se při zinkovacím procesu kyslík z okolí do redukční pece nebo do chladících zón, tak bude mít povlak menší adhezi, protože povrch pásu plechu bude zoxidován.

5.3 Vliv teploty

Při ponoření pásu plechu do zinkové lázně probíhají difuzní reakce mezi zinkem a železem. Se stoupající teplotou zinkové lázně a pásu plechu se tvorba intermetalických fází Zn-Fe zrychlí./5/

6 Tvárnost žárově pozinkovaného plechu

Povlaky s dobře vytvořenými vrstvami fází Zn-Fe (od 1 mikrometru tloušťky povlaku) mají špatnou tvárnost.

Obsah hliníku do 0.3 % zlepšuje tvárnost pozinkovaných plechů. Pomocí hliníku lze vytvořit tenké povlaky s tenkou vrstvou fází Zn-Fe nebo bez nich, což vede k lepší tvárnosti povlaku./6/

Výrazně velké zinkové krystaly na povrchu pozinkovaného plechu mají v ojedinělých případech u tradičních výrobců ještě značný význam. Velikost těchto krystalů se řídí především obsahem olova a v ojedinělých případech i antimonu v zinkové lázni a rychlostí tuhnutí povlaku. Aby se dosáhlo povrchu téměř beze stop po krystalech a dobré tvárnosti, tak se žárově zinkuje v zinkové lázni ochuzené o olovo. U povlaků s olovem mají vzniklá zrna sklon k praskání na hranicích zrn. Tím se drsnost povrchu povlaku zvýší. Velmi malé krystaly povlaků ochuzených o olovo mají naopak značně méně trhlin. K dosažení dobré tvárnosti žárově pozinkovaného plechu je proto nutné dosáhnout co nejmenších a nejstejnějších krystalů po celé šířce a délce pásu plechu./1/

7 Popis analytického zařízení SUMETAL na vyhodnocování vrstev intermetalických fází Zn - Fe

Zařízení SUMETAL firmy Indel LTD (model Zn-6101 A-D) je analyzátor tloušťky vrstev, řízen počítačem a vlastním softwarem. Používá se k měření tloušťky vrstev zinku a intermetalických fází Zn-Fe, které se nachází buď jednostranně nebo oboustranně na žárově pozinkovaném plechu.

Na obr.11 je náčrtek zařízení SUMETAL, na obr.12 jeho fotografie.

Zařízení SUMETAL pracuje podle coulometrické metody, u které se během odleptávání zinkové vrstvy elektrolytem napětí mění s časem. Pozinkovaný vzorek plechu (anoda) se pneumatickým uzávěrem upne mezi katody. Pomocí pumpy se obě katody naplní elektrolytem tak, aby se elektrolyt dostal na upnutou plochu vzorku plechu. Z toho důvodu mají tyto katody ve tvaru dutého válce na spodní straně (upínací ploše) otvor s průměrem 28,6 mm. Tímto otvorem se elektrolyt dostane na povrch vzorku plechu a odleptává postupně zinkovou povlak.

K zařízení patří počítač a řízený zdroj elektrické energie (CPMU = Controlled Power Measurement Unit). Řídící jednotka CPMU zabezpečuje regulaci napětí a stejnosměrného proudu mezi katodami a anodou. Během analýzy se průběžně měří napětí (nebo proud) a s časem se integruje.

Tím se získá závislost napětí (nebo proudu) na čase, z které se získá konečný výsledek měření./7/ Výrobce daný průběh grafu je znázorněn na obr.13.

CPMU jednotka měří napětí mezi anodou a katodami a přeruší proces měření v ten okamžik, kdy se napětí přiblíží hodnotě potenciálu fáze zeta. Čistý zinek je v tomto

okamžiku skoro úplně odleptán. Elektrolyt se z katod vypumpuje do zásobníku, pneumatický uzávěr se otevře a naleptaný vzorek plechu se vyjme.

V druhém kroku se přes naleptaná místa oboustranně nalepí samolepicí terče, které mají uprostřed otvory o průměru 10mm. Tento vzorek s nalepenými terči se opět upne mezi katody a elektrolyt se opět napumpuje do katod, aby mohlo pokračovat naleptávání vzorku v místech kruhových otvorů v terči s průměrem 10 mm. Cílem tohoto kroku je naprosté odleptání čistého zinku z plechu a odhalení vrstvy intermetalických fází Zn-Fe. Odleptávání probíhá až do okamžiku, kdy se napětí rovná potenciálu fáze zeta.

V třetím kroku se terč s kruhovým otvorem o průměru 10 mm vymění za terč s průměrem otvoru 8 mm. Takto připravený vzorek se opět upne mezi katody, ty se napustí elektrolytem a následuje poslední odleptávání, odleptávání intermetalických vrstev Zn-Fe. Když je vrstva fází odleptána až na ocel, tak CPMU jednotka celý proces zastaví.

Data tohoto posledního kroku se dají do závislosti napětí/čas, zintegrují se a vyhodnotí.

8 Předběžné zkoušky k cejchování zařízení SUMETAL

Vzorky plechu byly vystřiženy vždy ze středu pásu plechu a z jeho počátku. Tyto vzorky byly zkoumány podle procesních parametrů, které jsou popsány v zadání práce. K dispozici bylo celkem 63 vzorků.

8.1 Metalografické zkoušky intermetalických fází Zn-Fe

Malé proužky plechů vystřižené z kotoučových vzorků jsem asi po osmi kusech zalila do umělé hmoty. Po úplném vytvrzení této hmoty (asi po 20 min) jsem vzorky brousila na brusném kotouči. Na kolmo zalitých a vybroušených vzorcích je na čelní straně vidět přechod mezi zinkem a ocelí (obr.14) Tyto vybroušené vzorky jsem k přesnějšímu mikroskopickému zkoumání leštila diamantovou pastou s průměrem zrna jednoho mikrometru, vyčistila etanolem a následovně naleptala 0,5%ním nitem, aby byly intermetalické fáze Zn-Fe lépe rozeznatelné.

1000krát zvětšené intermetalické fáze Zn-Fe jsem pozorovala světelným mikroskopem Leiz a některé z nich jsem vyfotografovala. Tyto fotografie jsou na obr.14 a jsou seřazeny do řady, na které při pohledu zhora dolů (od 1 do 7) přibývá množství intermetalických fází Zn-Fe ve vrstvě. Ze vzorků jsem sestavila řadu s různým porovnávacím koeficientem. Vzorek s porovnávacím koeficientem 1 (obr. 14) nemá žádné fáze Zn-Fe a číslo 7 naopak má fáze Zn-Fe, které dokonce prorůstají zinkovým povlakem až na povrch. Podle

této řady jsem ostatní vzorky mikroskopicky vyhodnocovala a každému vzorku přiřadila číslo, které odpovídá množství fází Zn-Fe v tomto vzorku.

8.2 Zkoušky křehkosti pozinkového povlaku a množství trhlin

Na zkoušku množství trhlin jsem použila další proužek vystřižený z kotoučového vzorku, který jsem ohnula o 180 stupňů. Zkoumala jsem proužek plechu v pohledu kolmém na vnější radius ohybu na množství trhlin vztažené na plochu. Proužky plechu jsem kolmo postavila do plastelínové hmoty, přičemž ohnutý hřbet proužku je nahoře, abych ho mohla sledovat stereomikroskopem. U 10krát zvětšeného proužku je na ohnuté ploše vidět, zda je povrch zinkového povlaku popraskaný nebo zda zůstal nepoškozený. Pomocí videokamery, kterou lze připevnit na mikroskop, lze sledovat vzorky na barevném monitoru a pomocí videoprinteru snímky vytisknout. Na obr.15 je sestavená řada 2, která znázorňuje hustotu trhlin ohnutého proužku plechu 10krát zvětšeného. Tato řada má 12 stupňů. Vzorek s porovnávacím koeficientem 1 neproказuje po ohnutí o 180 stupňů žádné trhliny, u vzorku s porovnávacím koeficientem 2 se začínají vyskytovat první jemné trhlínky, u vzorku 6 střední trhliny nerovnoměrně rozdělené po celé ploše. Porovnávací koeficient 12 představuje nejhorší povrch vzhledem na trhliny, po celé ploše je rovnoměrně rozděleno nejvíce hlubokých a hrubých trhlin. Podle této sestavené řady jsem pak vyhodnotila i ostatní vzorky pozinkovaného plechu.

Po tomto vyhodnocení hustoty trhlin jsem tytéž ohnuté vzorky položila na bok, zalila je umělou hmotou, nechala vytvrdit a v řezu vybrousila. Takto získané 100krát zvětšené výbrusy jsem pozorovala světelným mikroskopem a některé z nich jsem vyfotografovala. Z 10 vzorků různé křehkosti je sestavena porovnávací řada 3 (obr.16) k porovnání křehkosti. Tato řada se od řady 2 liší v tom, že při sledování křehkosti podle této řady je vidět, zda trhliny procházejí povlakem až na základní materiál nebo zda se jedná pouze o křehkost povrchu povlaku. Vzorek s porovnávacím koeficientem křehkosti 1 má největší odolnost proti křehkosti, nejsou vidět žádné trhliny povlaku. Vzorek s koeficientem 2 má první tenké trhliny, vzorek s koeficientem 6 středně silné trhliny povlaku. Porovnávací koeficient 10 prokazuje nejhrubší trhliny pozinkovaného povlaku. Všechny ostatní vzorky jsem vyhodnocovala podle této řady.

8.3 Zkoumání intermetalických fází Zn-Fe na zařízení SUMETAL

Nyní je popsáno zkoumání fází Zn-Fe po nalepení druhého terče s průměrem otvoru 8 mm (viz. kap.7). Na monitoru se ve tvaru grafu zobrazí data napětí a času. Pokud má vzorek intermetalické fáze Zn-Fe, tak by napětí mělo s časem spojitě růst. Pokud nemá křivka podobný průběh jako křivka daná výrobcem (obr.13), tak u daného vzorku při žárovém zinkování žádné intermetalické fáze nevznikly.

Vyhodnocení grafu na monitoru bylo prováděno následovně:

Nejprve byly nanесeny pomocné vodorovné čáry „1“ až „5“. Vodorovná čára „1“ udává potenciál železa, který je odečten na počítači (v obr. 13 „1“ = 543.3mV). Podle údajů výrobce se čára „2“ nachází přibližně o 220 mV níže od čáry „1“ ($d_{12} = -219.7 \text{ mV}$). Tento napěťový rozdíl odpovídá rozdílu potenciálů železa a fáze gama. Čára „3“ leží o 106 mV pod čarou „2“, což odpovídá rozdílu potenciálu fází gama a delta. Z napěťového rozdílu $d_{34} = -65.7\text{mV}$ vyplývá vodorovná čára „4“ a z rozdílu $d_{45} = 22.5\text{mV}$ čára „5“. Napěťový rozdíl d_{34} odpovídá potenciálnímu rozdílu mezi fázemi delta a zeta a d_{45} rozdílu potenciálů fází zeta a čistým zinkem.

Kolmé pomocné čáry A,B,C a D byly nanесeny následovně:

Rozdíl 220 mV mezi vodorovnými pomocnými čarami „1“ a „2“ (d_{12}) se rozpůlí ($220\text{mV} \times 1/2 = 110\text{mV}$) a nanese se myšlená čára. Průsečíkem této myšlené vodorovné čáry s procesní křivkou se kolmo položí čára A.. Podobně se sestrojí kolmá čára B ($d_{23} = 105.8 \text{ mV}$, $105.8 \text{ mV} \times 1/2 = 52.8 \text{ mV}$). Čára C se spočítá z $d_{34} = 65.7 \text{ mV}$, $65.7 \text{ mV} \times 1/2 = 32.85 \text{ mV}$. Průsečíkem s procesní křivkou se sestrojí čára C. Kolmá čára D se spočítá jako předešlé kolmé čáry. Ve vzorovém grafu je výrobcem špatně nanесena, do osy napětí. Správně by měla být nanесena mezi čáry „4“ a „5“. Rozdíl čáry D nanесenou mezi čarami „4“ a „5“ a mezi čarou D podle obr. 13 je napěťový rozdíl u fáze zeta $9.87 \text{ g} / \text{m}^2$. Jelikož fáze zeta v kapitole 9.2. nemá velký význam, tak byla čára D umísťována do osy napětí.

Po rozdělení vodorovnými čarami „1“ až „5“ a kolmými čarami A až D je počítač nyní schopen, integrováním spočítat tloušťku jednotlivých fází a udává ji v oz/sq.ft , g/m^2 , mil (milli inch) nebo v mikrometrech.

V obr. 13 jsou tloušťky fází udány v oz/sq.ft. Tloušťka fáze gama je 0.0035 oz/sq.ft, delta je 0.0099 oz/sq.ft, zeta je 0.0172 oz/sq.ft a čistého zinku (free zinc) je 0.000 oz/sq.ft.

Přepočetni faktor mezi oz/sq.ft a g/m^2 je dán následovně:

$$1 \text{ oz/sq.ft} = 305.15568 \text{ g/m}^2.$$

Z toho vyplývá tloušťka fáze gama 1.06805 g/m^2 , delta 3.02104 g/m^2 a zeta 5.24867 g/m^2 .

8.4 Porovnání výsledků zjištěných pomocí zařízení SUMETAL s metalografickými výbrusy

Jakost 2

K porovnání jsou metalografické výsledky vyhodnoceny podle řady 1 (obr. 14) v tabulce 5 vedle výsledků zjištěných pomocí zařízení SUMETAL. Po porovnání těchto hodnot v tabulce 5 lze vyvodit následující závěr:

U vzorků s porovnávacím koeficientem fází Zn-Fe 1 a 2 zařízení SUMETAL nezaznamenává žádné fáze Zn-Fe, tloušťka fází leží průměrně mezi 0.1 až 0.5 g/m^2 . Ale u porovnávacího koeficientu 3 má už tloušťka fází hodnotu 0.6 g/m^2 a více. Vzorek 6 má tloušťku fází Zn-Fe až 2.4 g/m^2 , což je zapříčiněno špatným nastavením teploty zinkování, jejím zvýšením.

Z toho vyplývá, že vzorky s tloušťkou fází Zn-Fe zjištěnou zařízením SUMETAL mezi 0.1 a 0.2 g/m^2 s jistotou nemají dokonale vytvořenou vrstvu intermetalických fází Zn-Fe,

protože ani průběh grafu není podobný grafu daný výrobcem (obr. 13). Toto bylo metalograficky dokázáno, vzorky s porovnávacím koeficientem 1 neprokazují žádnou vrstvu fází Zn-Fe a vzorky s porovnávacím koeficientem 2 prokazují minimální až zanedbatelnou tloušťku intermetalických fází Zn-Fe.

IF ocel

K porovnání obou metod vyhodnocování tvorby intermetalických fází Zn-Fe jsou výsledky metalografických výbrusů přiřazeny do tabulky 6. Pro IF ocel platí, že u vzorků s porovnávacím koeficientem fází Zn-Fe 1 se pomocí zařízení SUMETAL nezjistily žádné intermetalické fáze. Vzorek 27, má podle sestrojené řady porovnávací koeficient fází Zn-Fe 6, nejvyšší vůbec, což bylo potvrzeno zařízením SUMETAL s naměřenou tloušťkou fází 6.3 g/m^2 (viz. vyhodnocení - příloha). Tato výjimečně silná tloušťka fází byla zapříčiněna opět příliš vysokou teplotou zinkování.

U IF oceli se za stejných podmínek vytvořily u více vzorků fáze Zn-Fe než u vzorku jakosti 2.

8.5 Porovnání výsledků zjištěných pomocí zařízení SUMETAL s výsledky elektronové mikroskopie

Výhoda elektronové mikroskopie spočívá v tom, že i velké topografické rozdíly jsou dobře rozeznatelné.

K tomuto porovnání byly vybrány dva odlišné vzorky:

Vzorek 27, u kterého byla zařízením SUMETAL zjištěna největší tloušťka intermetalických fází Zn-Fe a pak vzorek 20, u kterého nebyly zařízením SUMETAL zaznamenány žádné fáze Zn-Fe.

Na základě těchto vzorků mělo být dokázáno, že vyhodnocení intermetalických fází Zn-Fe pomocí zařízení SUMETAL je spolehlivé a že s ním do určité míry lze nahradit elektronovou mikroskopií, při které je příprava vzorků jak časově tak i finančně náročnější.

Elektronovou mikroskopií byla u vzorku 27 nalezena silná vrstva intermetalických fází Zn-Fe, kdežto u vzorku 20 žádná (viz. vyhodnocení - příloha). Na obr.17 je vyfotografována horní strana 3000krát zvětšeného vzorku 27. Zde jsou vytvořené fáze Zn-Fe dobře vidět. U tohoto vzorku byla zařízením SUMETAL naměřena tloušťka fází 6.4 g/m^2 . Na obr.18 lze u vzorku 20 rozeznat pouze přechod mezi ocelí a zinkem, zde se nenacházejí žádné fáze Zn-Fe.

Elektronová mikroskopie tedy plně potvrdila závěry získané ze zařízení SUMETAL.

9 Výsledky zkoušek žárově pozinkovaných plechů

Procesní parametry, jejichž vlivy se mají zkoumat jsou teplota, obsah hliníku v zinkové lázni a rychlost zinkování.

Po vyhodnocení dle sestavených řad byly zjištěny vlivy již uvedených procesních parametrů. Závislosti je možné vidět v diagramech na obr.19 až 27, kde na svislé ose je vždy porovnávací koeficient řady a na vodorovné ose procesní parametr. Procesní parametry jsou na osu nanášeny podle stoupající tendence, tzn. od nejmenších hodnot k největším. V každém diagramu jsou naneseny dvě závislosti, jedna závislost pro jakost 2 a druhá pro IF ocel. Závislost pro jakost 2 je zakreslena plnou čarou a naměřené hodnoty tečkami a závislost pro IF ocel čarou čerchovanou a hodnoty křížky.

Vzorků jakosti 2 je 24 a IF oceli 39.

9.1 Výsledky metalografických zkoušek

Výsledky vyhodnocení podle sestavených řad 1, 2 a 3 jsou pro jakost 2 v tabulce 3 a pro IF ocel v tabulce 4.

V prvním sloupci jsou porovnávací koeficienty fází Zn-Fe, v druhém křehkosti a v třetím tvorby trhlin.

9.1.1 Tvorba fází Zn-Fe, hustota trhlin povlaku a křehkost povlaku v závislosti na teplotě

Na obr.19 je znázorněna závislost tvorby fází Zn-Fe na teplotě. Z průběhů závislosti lze odečíst, že množství intermetalických fází Zn-Fe s rostoucí teplotou u obou ocelí roste. Stoupání přímky u IF oceli je strmější než u jakosti 2, tzn. že IF ocel je reaktivnější, co se růstu intermetalických fází Zn-Fe týče.

Na obr.20 je závislost hustoty trhlin povlaku na teplotě. Vzorky žárově pozinkovaných plechů jakosti 2 jsou s rostoucí teplotou choulostivější na tvorbu trhlin, kdežto u IF oceli je tomu naopak.

Závislost křehkosti povlaku na teplotě ukazují závislosti na obr. 21. S rostoucí teplotou se porovnávací koeficient křehkosti u jakosti 2 zmenšuje. Tzn. že vzorky jakosti 2 jsou při vyšších teplotách méně křehké. U IF oceli je tomu naopak.

9.1.2 Tvorba fází Zn-Fe, hustota trhlin povlaku a křehkost povlaku v závislosti na rychlosti zinkování (době setrvání v zinkové lázni)

S přibývající rychlostí se tvoří méně intermetalických fází Zn-Fe, tzn. s kratším setrváním pásu plechu v lázni se tvoří fází Zn-Fe méně, protože doba na jejich vytvoření je příliš krátká (obr. 22). U IF oceli má přímka strmější sklon, což poukazuje na větší reaktivnost IF oceli k zinku oproti jakosti 2 při krátkých časech, kdežto při dlouhých opačně.

Povrch povlaku IF oceli je s rostoucí rychlostí zinkování náchylnější na trhliny. Hustota trhlín prudce roste s větší rychlostí. Vzorky jakosti 2 mají při vyšší rychlosti zinkování méně trhlín než IF ocel (obr. 23).

Z obr. 24 vyplývá, že jak vzorky jakosti 2, tak i IF oceli jsou s rostoucí rychlostí křehčí. Jakost 2 prokazuje stoupající tendenci větší než u IF oceli, která má skoro vodorovný průběh. Z toho plyne, že u IF oceli nemá rychlost zinkování skoro žádný vliv na křehkost.

9.1.3 Tvorba fází Zn-Fe, hustota trhlín povlaku a křehkost povlaku v závislosti na obsahu hliníku v zinkové lázni

S přibývajícím obsahem hliníku v zinkové lázni intermetalické fáze Zn-Fe u obou jakostí rostou. Závislosti na obr. 25 mají skoro stejný sklon.

Mezi hustotou trhlín povlaku a obsahem hliníku v lázni existuje u obou jakostí značná závislost (obr. 26). U vzorků jakosti 2 se s rostoucím obsahem hliníku objevuje méně trhlín povlaku. U IF oceli je tomu naopak.

Povlaky vzorků jakosti 2 jsou s ubývajícím obsahem hliníku křehčí, naopak než u IF oceli (obr. 27).

9.2 Výsledky vyhodnocené na zařízení SUMETAL

Naměřené výsledky jsou v tabulce 5 (pro jakost 2) a v tabulce 6 (pro IF ocel). U každého vzorku je uvedené jeho číslo, výrobní číslo, tloušťka plechu, teplota zinkování, obsah hliníku v zinkové lázni, rychlost zinkování, tloušťka zinkového povlaku, tloušťka vrstvy fází Zn-Fe , tloušťka fáze delta a porovnávací koeficient fází Zn-Fe.

Z 24 vzorků jakosti 2 byly u tří zjištěny intermetalické fáze Zn-Fe, u jednoho vzorku dokonce oboustranně. U vzorku 6 je fáze delta vytvořená nejvíce, což je zapříčiněno příliš vysokou zinkovací teplotou - 513 stupňů Celsia. To samé platí i pro vzorek 32 IF oceli, který byl zinkován v přibližně stejnou dobu jako vzorek 6.

Z 39 vzorků IF oceli byly zjištěny u devíti intermetalické fáze Zn-Fe, z toho u dvou vzorků oboustranně. Vzorek 27 byl zinkován nejpomaleji (doba setrvání v lázni = 2.14 sec.), což je jeden a půl krát déle než u ostatních vzorků. U tohoto vzorku byla také zjištěna nejsilnější vrstva fáze delta (3.3 g/ m^2), jak se dalo očekávat.

Souhrnně lze uvést, že s klesající rychlostí zinkování, tzn. delší dobou setrvání v lázni, se tvoří více fáze delta.

10 Diskuse výsledků a závěr

Metalografickými zkouškami bylo zjištěno, že tloušťka intermetalických fází Zn-Fe u obou zkoumaných ocelí s rostoucí teplotou přibývá, s rostoucí rychlostí zinkování (s kratší dobou setrvání v zinkové lázni) tloušťka fází ubývá a s přibývajícím obsahem hliníku v zinkové lázni přibývá. Tento závěr je v rozporu s teorií, protože jsou v procesních parametrech skryty ještě parametry jiné, které nemohly být dodrženy konstantní.

U vzorků jakosti 2 se tvoří více trhlin na povrchu povlaku po jejich ohnutí o 180 stupňů s rostoucí teplotou. S přibývajícím rychlostí a obsahem hliníku v lázni se trhliny tvoří méně. U IF oceli tomu je u všech tří závislostí právě naopak.

Žárově pozinkovaná ocel jakosti 2 je s rostoucí teplotou méně křehčí, IF ocel naopak více. Závislost křehkosti na rychlosti má u obou ocelí mírně stoupající tendenci. S přibývajícím obsahem hliníku v zinkové lázni je ocel jakosti 2 méně křehčí a IF ocel při vyšším obsahu hliníku o dost křehčí než při nižším.

Jelikož nebyly dané vzorky zkoumány za konstantních procesních parametrů a při porovnávání jednoho procesního parametru byly i ostatní parametry proměnné, což bylo dáno podmínkami provádění experimentu, jsou směrodatné odchylky u všech závislostí větší než by byly u modelových pokusů. Rovněž interpretace zjištěných závislostí je velmi nesnadná. Bylo by zapotřebí provést jinou sérii pokusů při dodržování konstantních podmínek.

Špatná křehkost povlaku může být zapříčiněna jednak nehomogenními vrstvami intermetalických fází Zn-Fe, jednak nerovnoměrným rozložením hliníkové vrstvy v

zinkovém povlaku. Tyto příčiny lze odstranit následovným žiháním při teplotě nižší než je teplota reakce a difuze./8/

K stanovení přesnosti zařízení SUMETAL byla provedena korelační závislost mezi porovnávacím koeficientem fází Zn-Fe řady 1 s naměřenou tloušťkou vrstev fází Zn-Fe na zařízení SUMETAL. Naměřená tloušťka vrstev fází Zn-Fe je průměrná hodnota z naměřené tloušťky vrstev na horní a spodní straně pozinkovaného plechu. Tato závislost je na obr. 28. U jakosti 2 se korelační koeficient rovná 0,62 a u IF oceli 0,58. Korelace tedy je průkazná.

Zařízení SUMETAL tedy

- a) do jisté míry nahradí optickou , příp. i elektronovou mikroskopii , pokud jde o množství fází Zn-Fe,
- b) lze použít do jisté míry i k pozorování množství trhlin u oceli jakosti 2,
- c) lze u IF oceli používat velmi opatrně.

11 Seznam použité literatury

1/ Schwarz, W., Furken, L, Brisberger, R., Litzke, H. u Petsch, N :

Stahl und Eisen ,113 (1993), Nr. 5, 57-61

2/ Müller, W.

Oberflächenschutzschichten und Oberflächenvorbereitung

Vieweg Verlag, Braunschweig 1972

3/ Schanderl, O.

Kurzbeschreibung der Bandverzinkung in Salzgitter

Salzgitter 1993

4/ Kleingarn, I.P.

Fortschritte bei der Oberflächenveredelung von Stahl

(Verbändefachveranstaltung während der Surtec 1981)

1.7 und 2.7.1981

5/ Steck, K.G.

Werkstoff- und Verformungseinflüsse beim kontinuierlichen Schmelztauchverzinken auf die Ausbildung und Haftung der Zinküberzüge bei Einsatz von unberuhigten und beruhigten Stählen

Fortschrittsberichte VDI

6/ Maaß, P., Peißker, P.

Handbuch - Feuerverzinken

VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie

Leipzig 1970

7/ System User Manual - SUMETAL Zn 6101

Indel LTD, Haifa - Israel

April 1991

8/ Robert, S.

Über den Einfluß der Verzinkungsbedingungen auf den Aufbau und die Haftfestigkeit von
Überzügen bei bandverzinktem Feinblech.

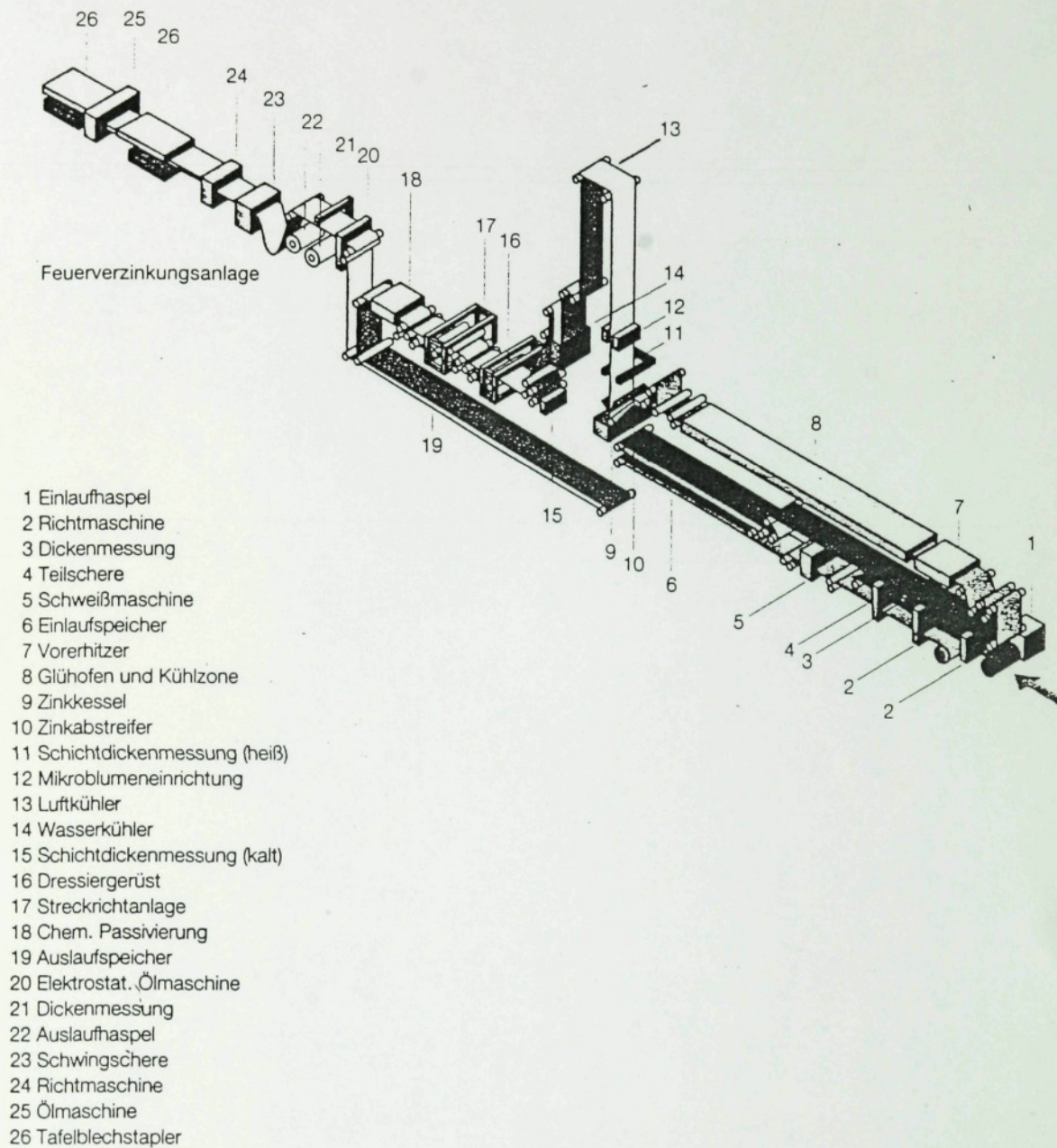
Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Maschinenwesen der TU Clausthal

Dissertation 1974

12 Příloha : obrázky

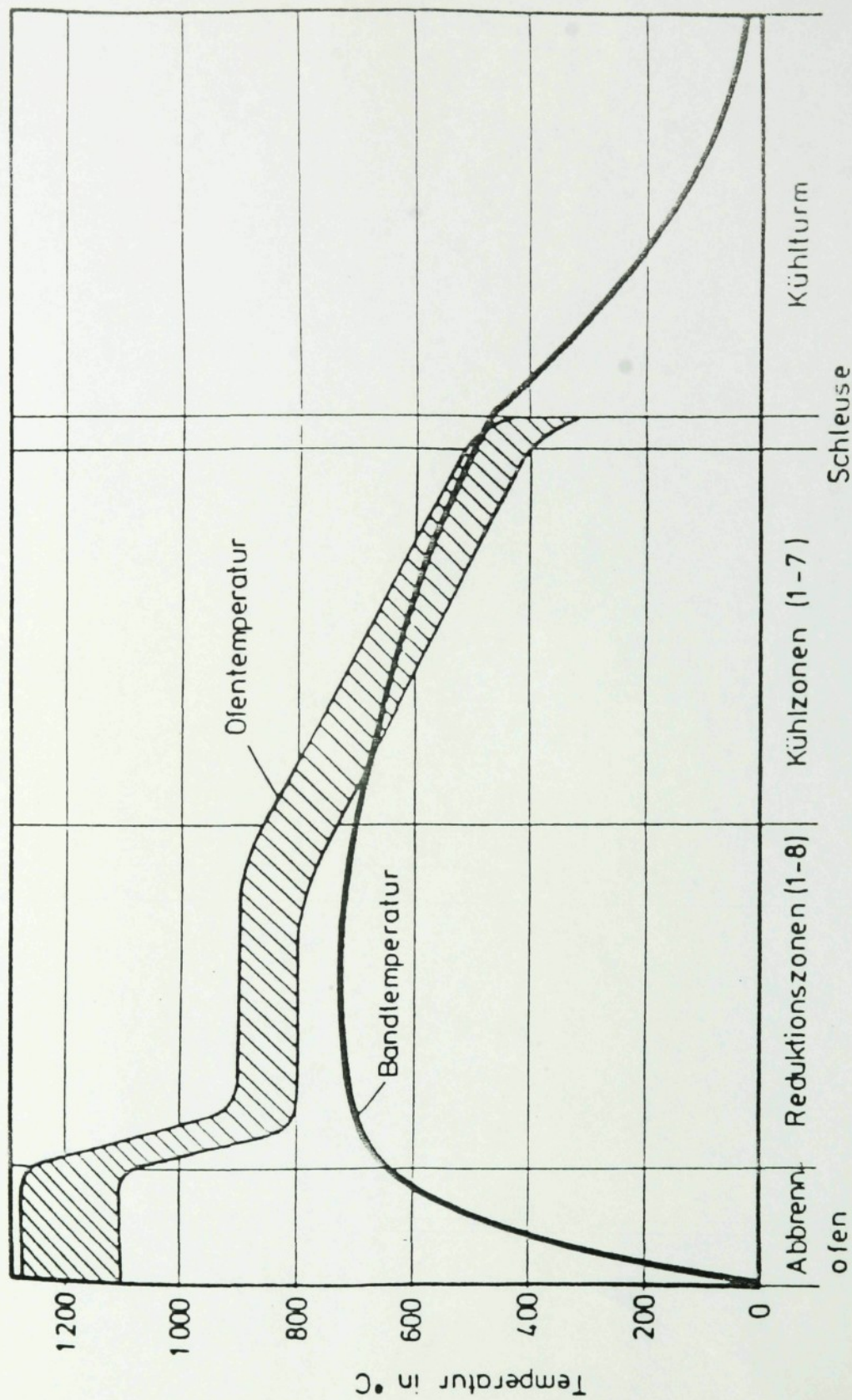
tabulky

příklady výsledků vyhodnocených zařízení SUMETAL



Obr.1 : Schéma žárové pozinkovny Preussag Stahl AG Salzgitter

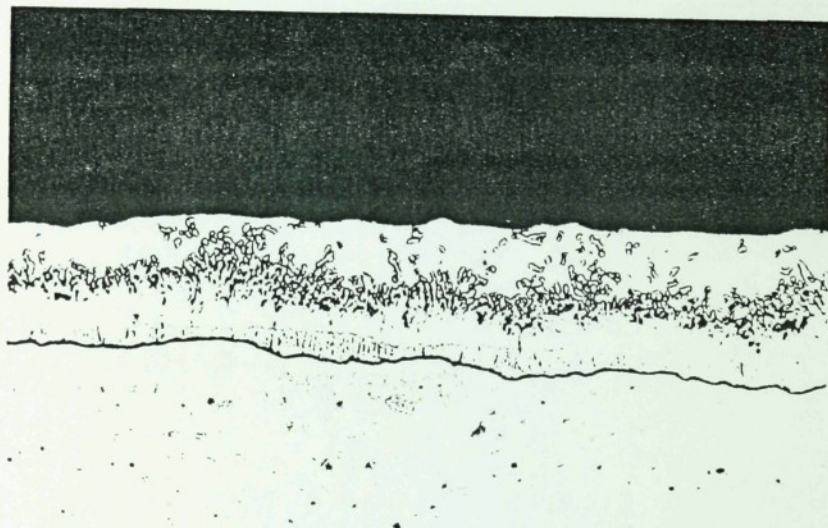
/Werkstoff Stahl, Herstellung u. Verarbeitung PSAG 1994/



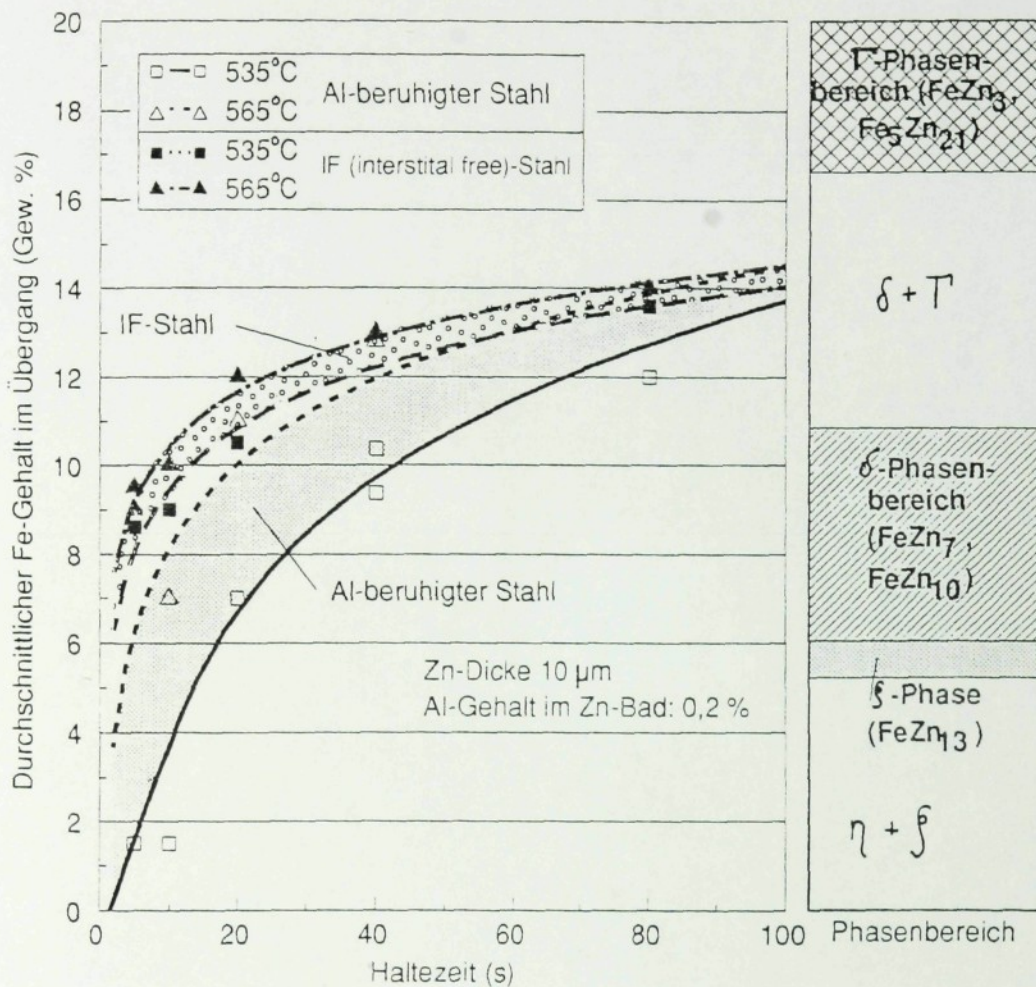
Obr.2 : Teploty plechu a pece při kontinuálním žárovém zinkování /5/

(Vergrößerung ca. 200 : 1)

Einbettungsmasse →
Reinzink →
Eisen-Zink-
Legierungsschichten →
Stahl →

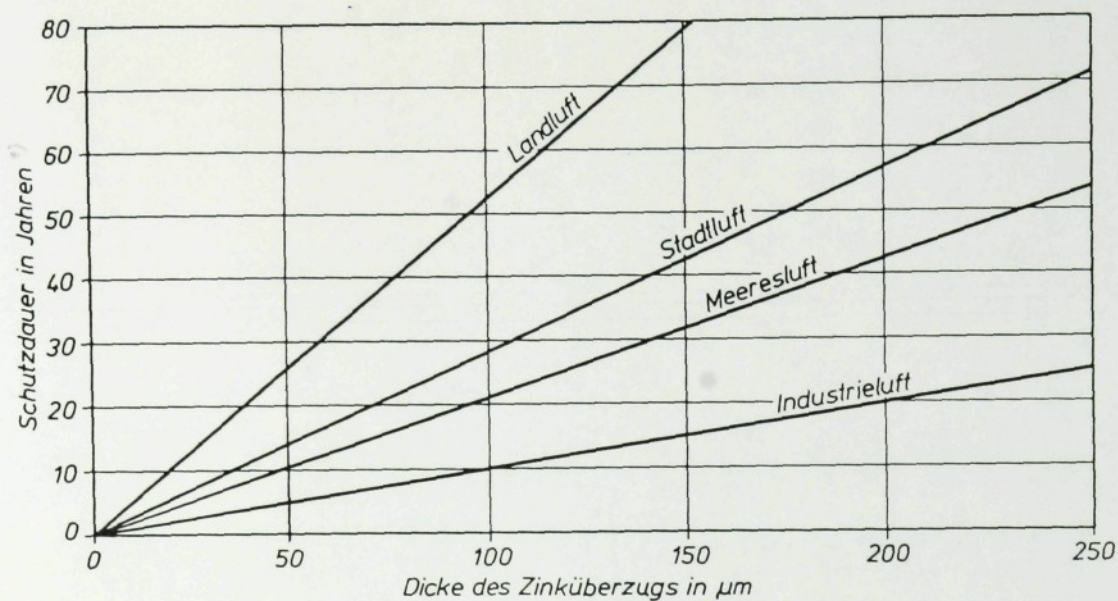


Obr.3 : Výbrus žárově zinkované oceli s typickým povlakem /4/



Obr.4 : Závislost reakce Zn-Fe na základním materiálu a teplotě

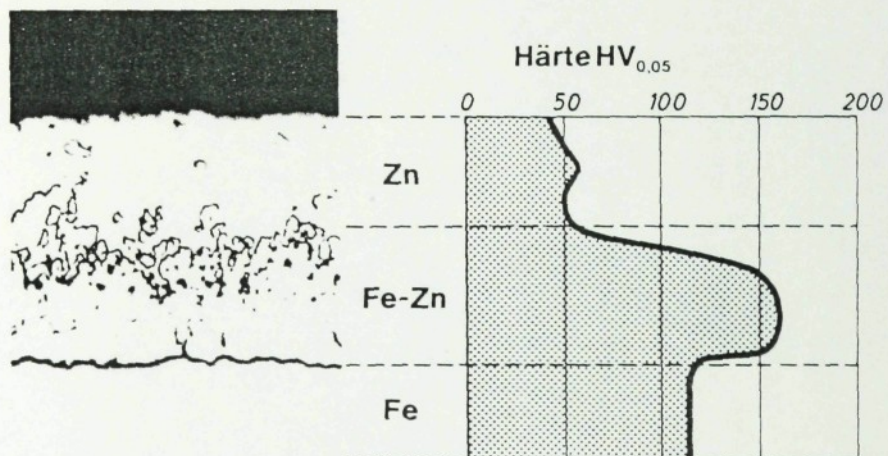
/Androsch, F.M., Oberflächenveredelte Feinbleche fuer den Karosseriebau,
Vortragsveranstaltung am 6.-8.11.1994, Bad Nauheim/



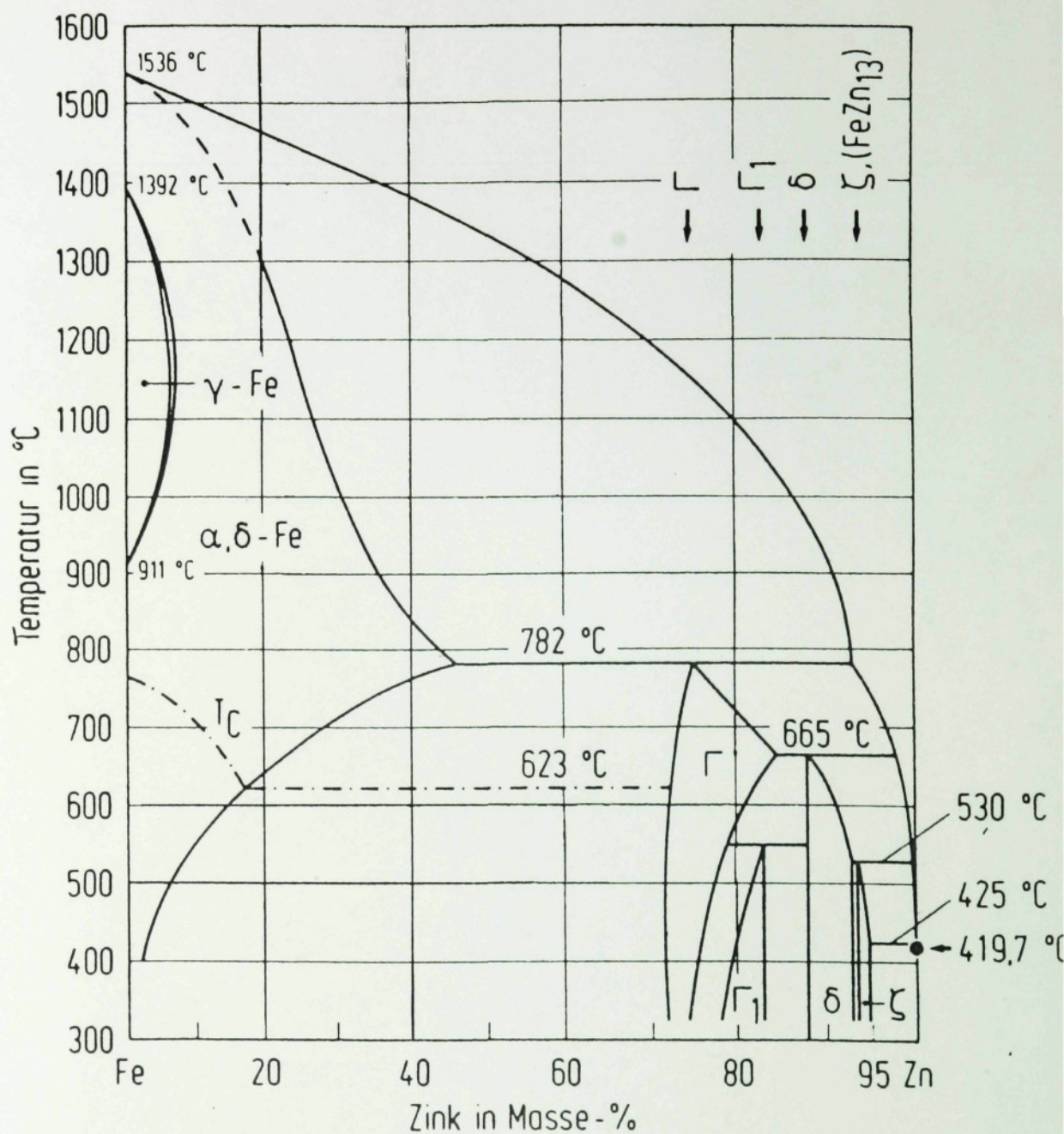
Obr.5 :Doba ochrany zinkových povlaků proti korozi

/ Fortschritte bei der Oberflächenveredelung von Stahl,

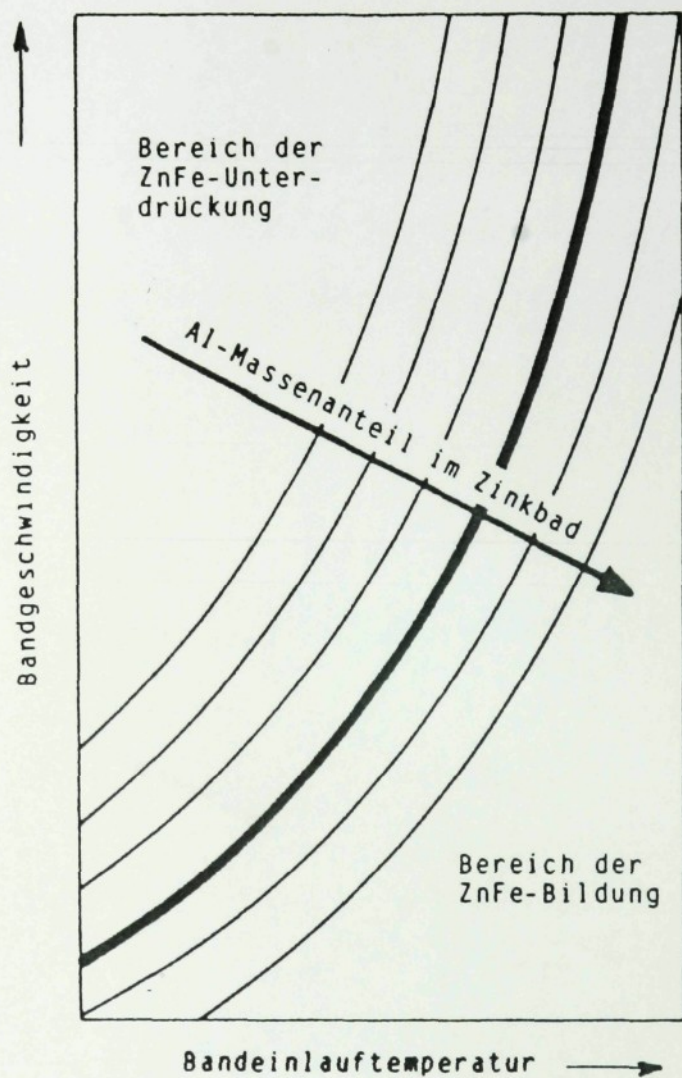
Verbaendefachveranstaltung waehrend der Surtec 1981/



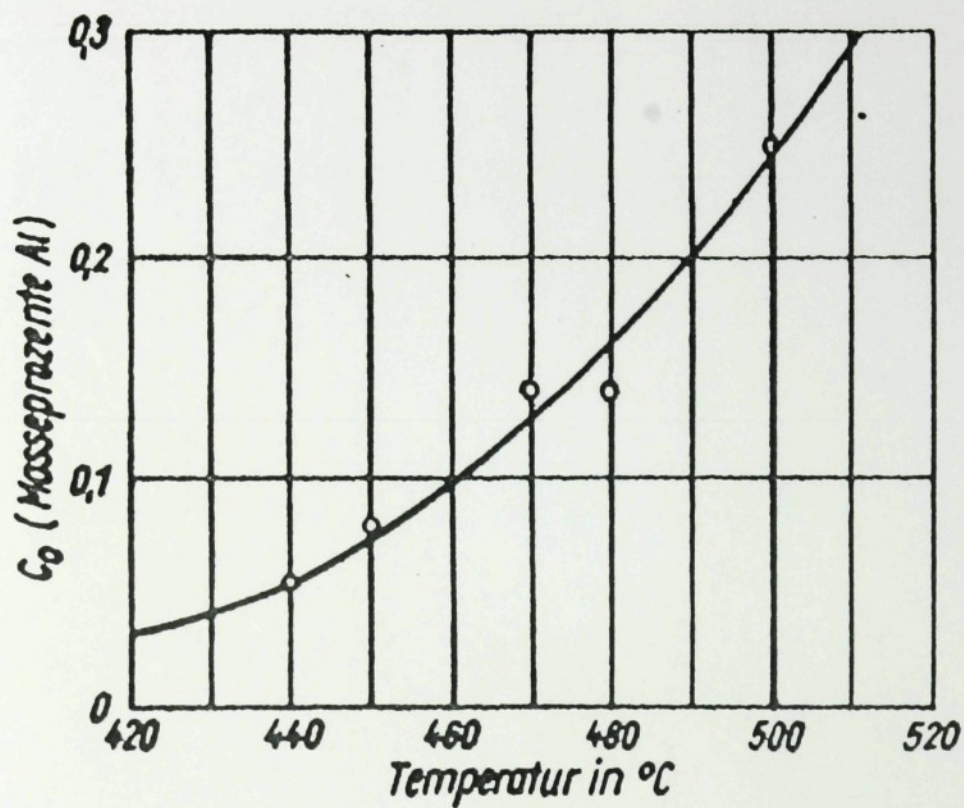
Obr.6 : Tvrdost zinkového povlaku /4/



Obr. 7 : Rovnovážný diagram zinek - železo (podle O.Kubaschewskiho) /5/

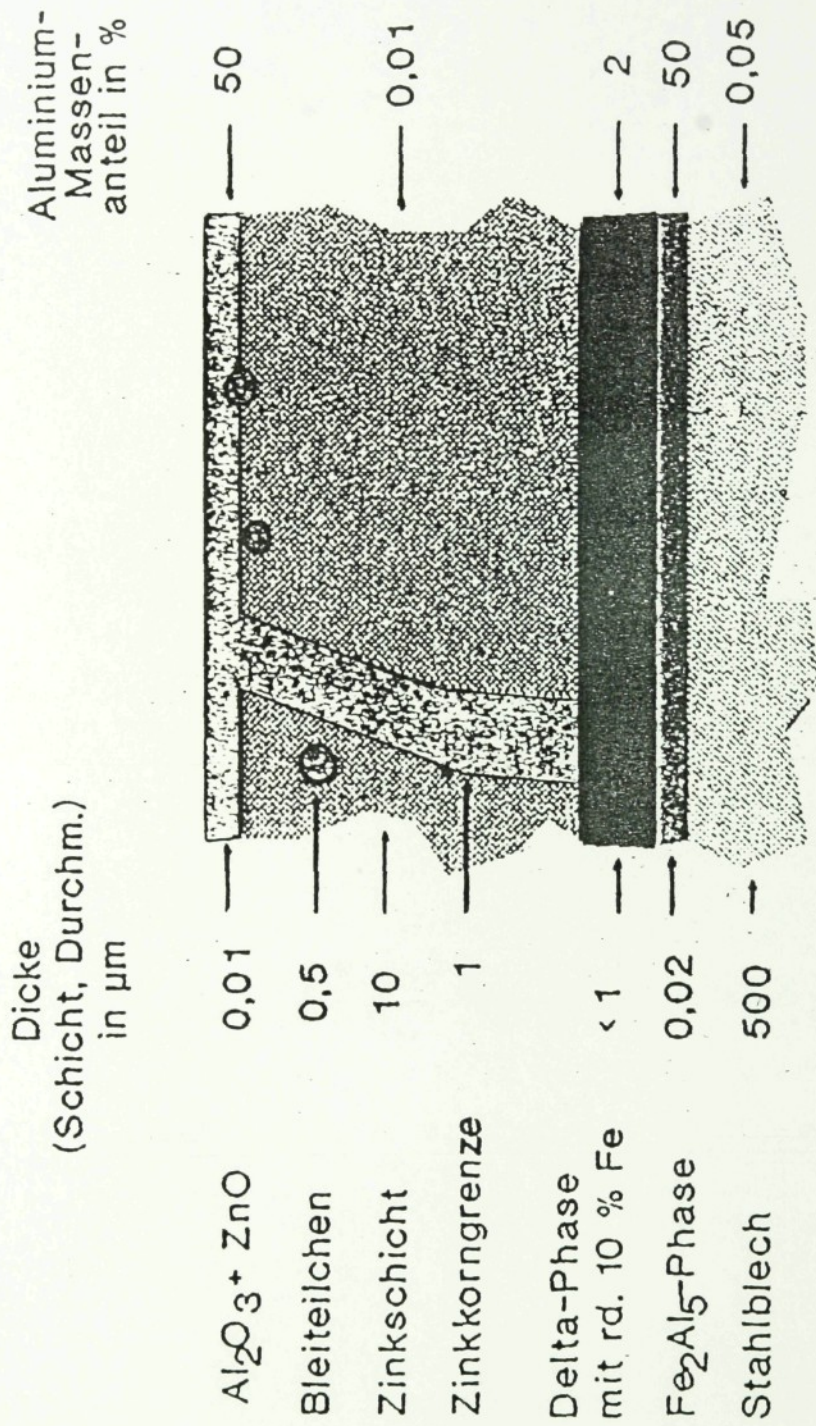


Obr.8 : Schématické znázornění výroby zinkového povlaku v závislosti na teplotě, rychlosti zinkování a obsahu hliníku v zinkové lázni při konstantní teplotě 465 stupňů Celsia /5/

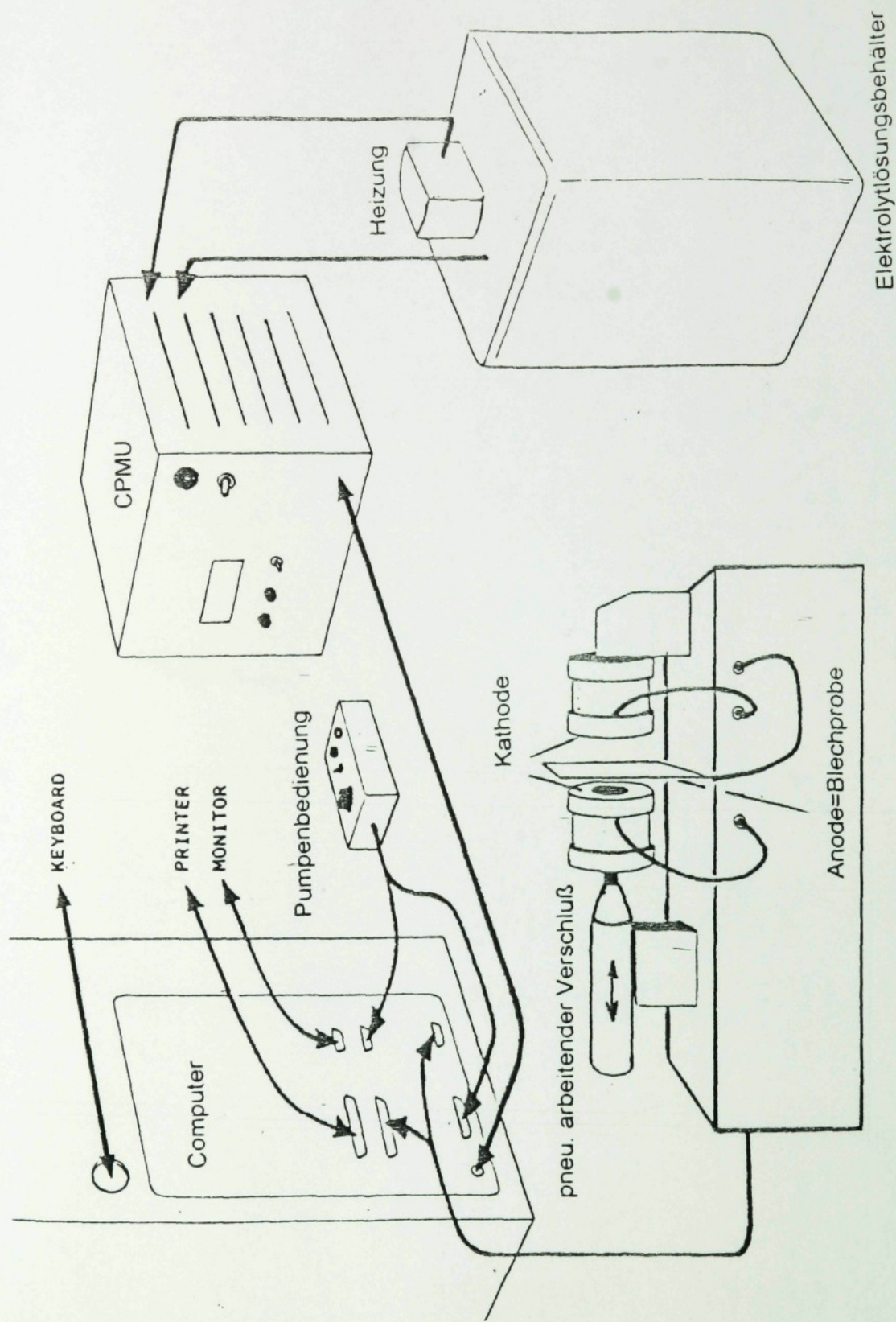


Obr.9 : Obsah hliníku potřebný k docílení brzdícího efektu v závislosti na teplotě

(podle Horstmann) /6/



Obr. 10 : Intermetallické fáze Zn-Fe /Baumgartl, Stahl u. Eisen 114, 12/94/

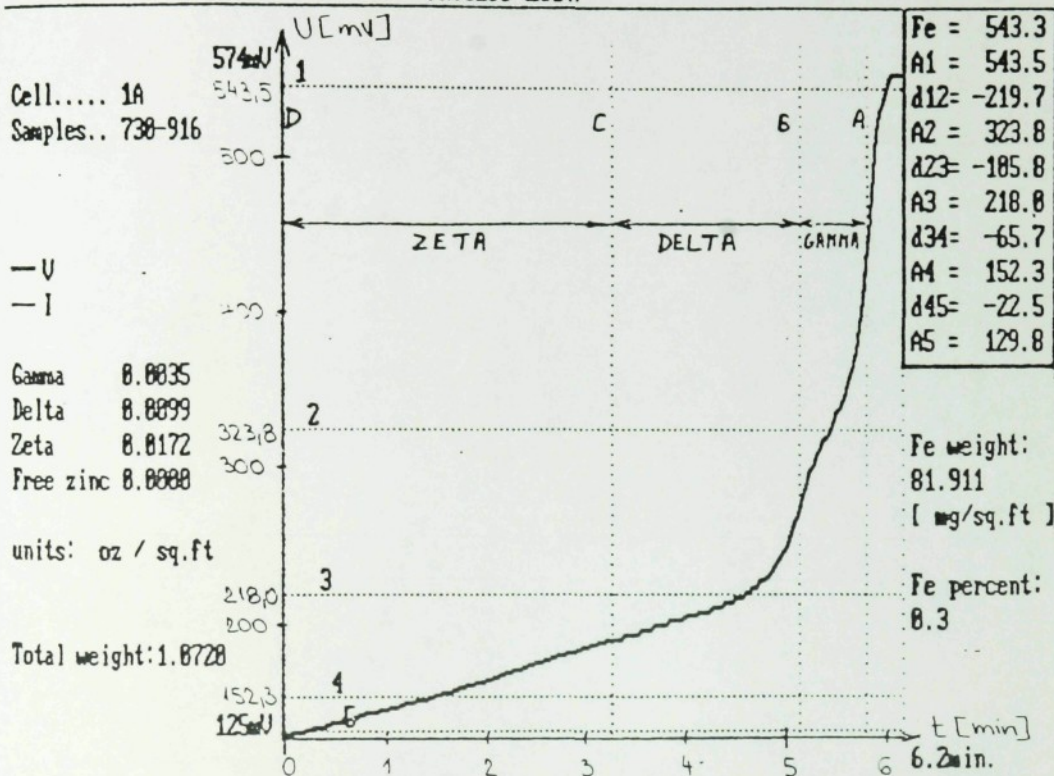


Obr.11 : Schéma zařízení SUMETAL



Obr. 12 : Snímek zařízení SUMETAL

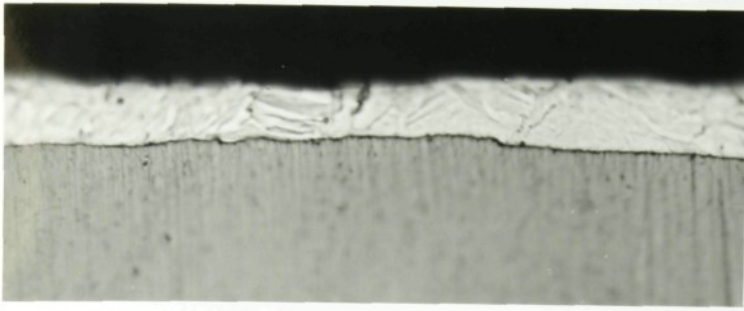
PROCESS GRAPH



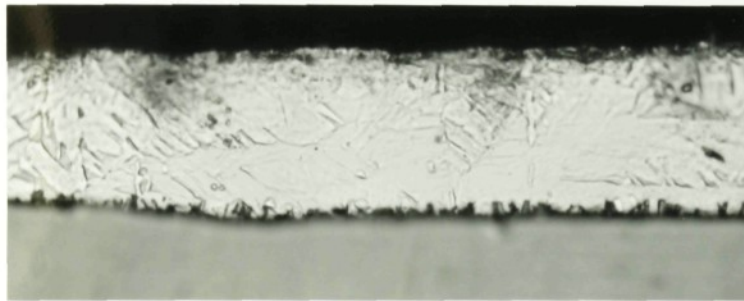
A = waagerecht
Achse

d = Potential-
differenz

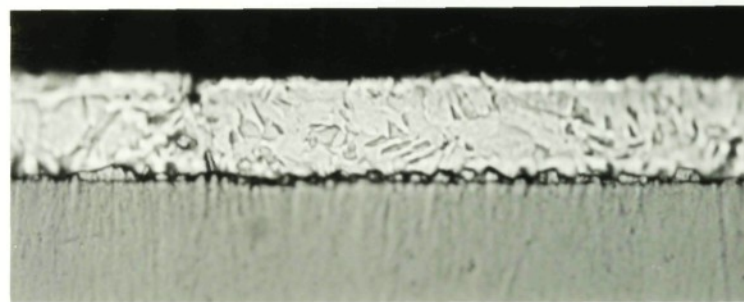
Obr. 13 : Procesní graf pro integrační vyhodnocení fází Zn-Fe



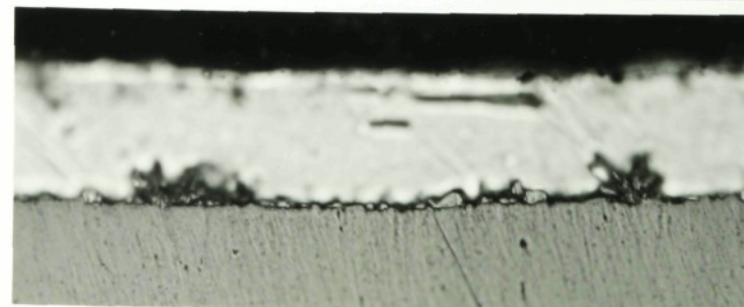
1



2

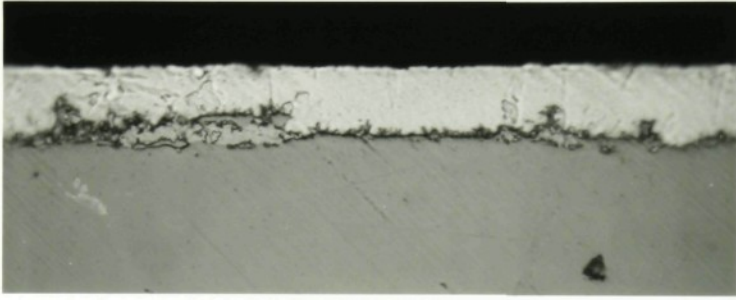


3

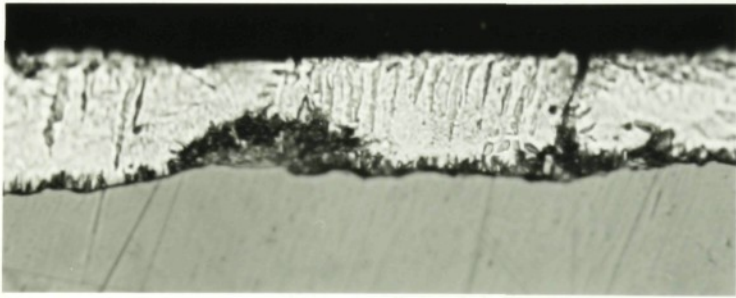


4

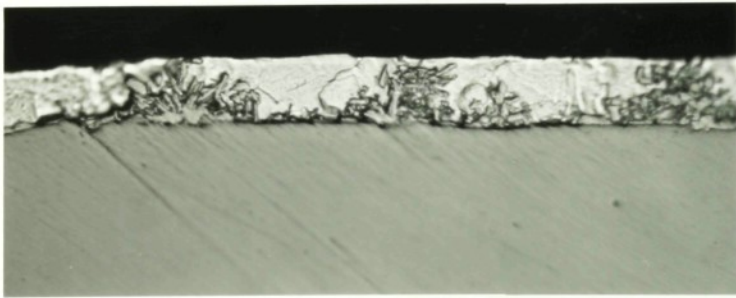
Obr. 14 : Porovnávací řada 1 : Intermetalické fáze Zn-Fe, 1000x, 0.5 % nital



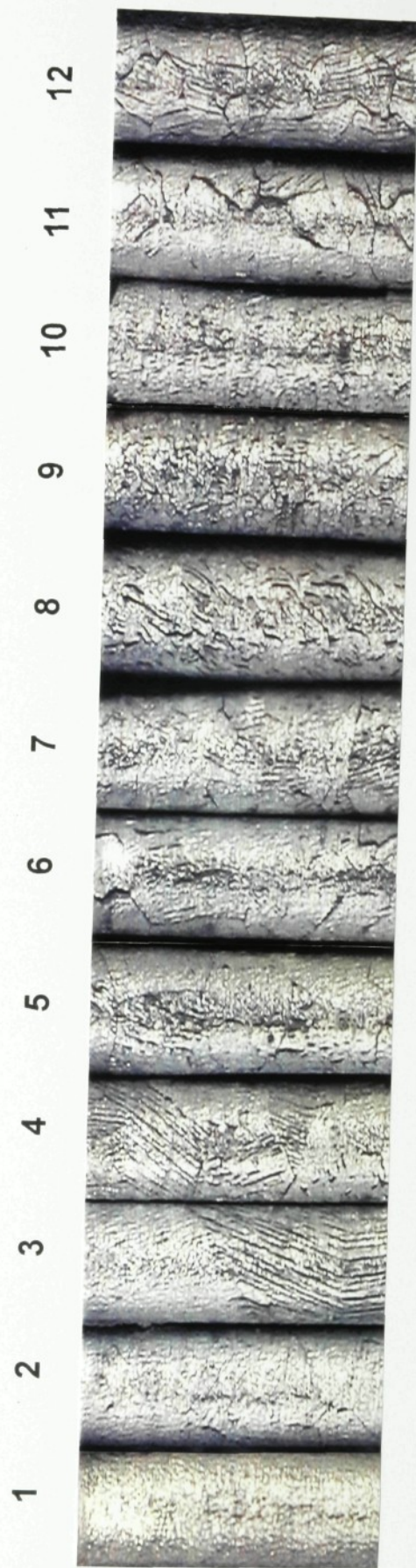
5



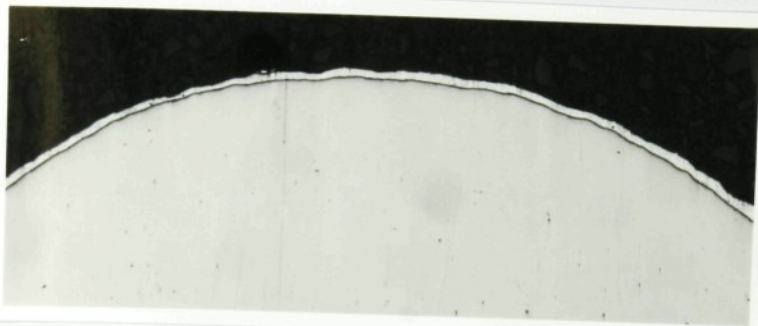
6



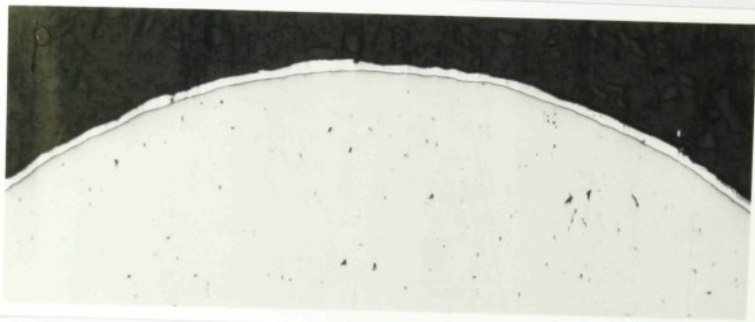
7



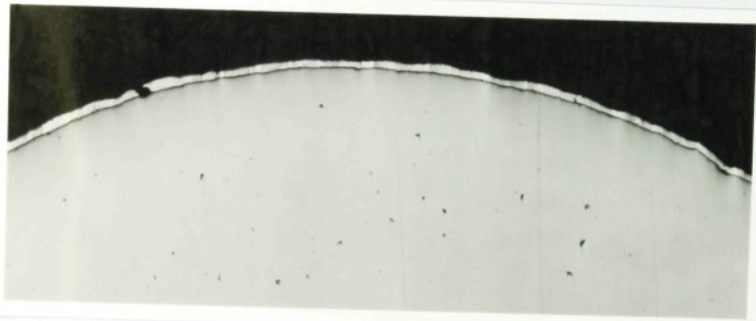
Obr. 15 : Porovnávací řada 2 : Hustota trhlín po ohnutí o 180 stupňů, 10x



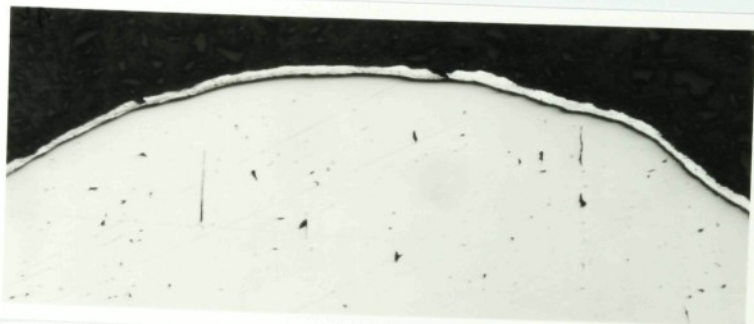
1



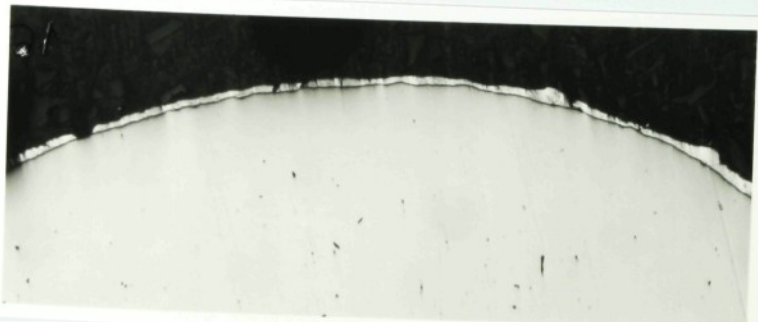
2



3

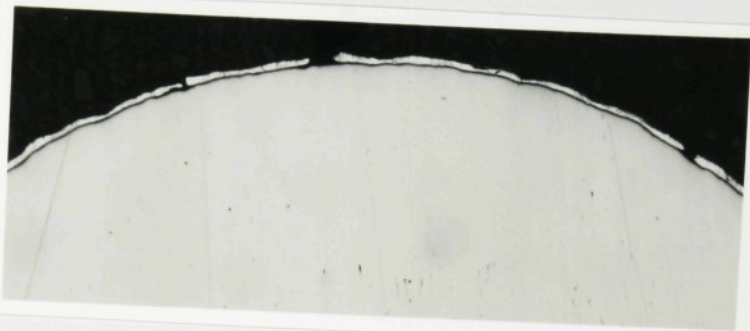


4

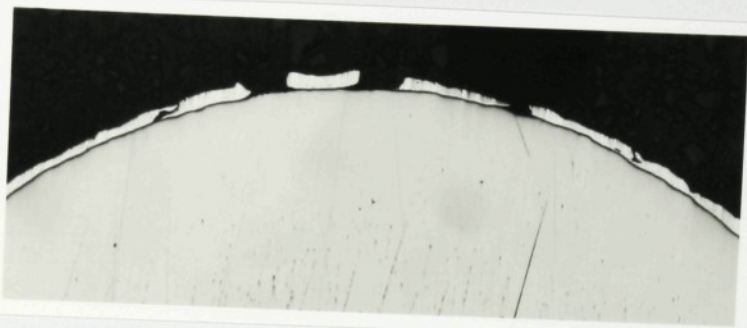


5

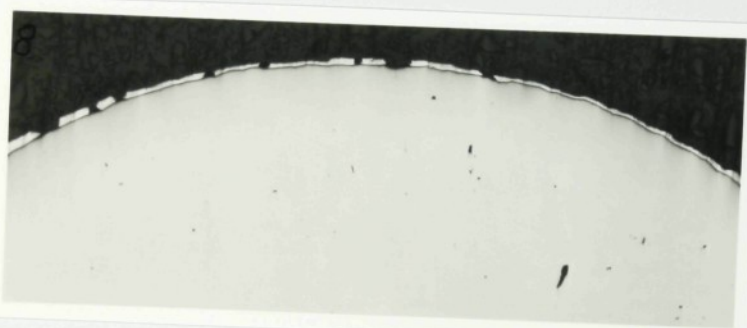
Obr. 16 : Porovnávací řada 3 : Křehkost zinkového povlaku po ohnutí o 180 stupňů ,
100x, 0.5 % nital



6



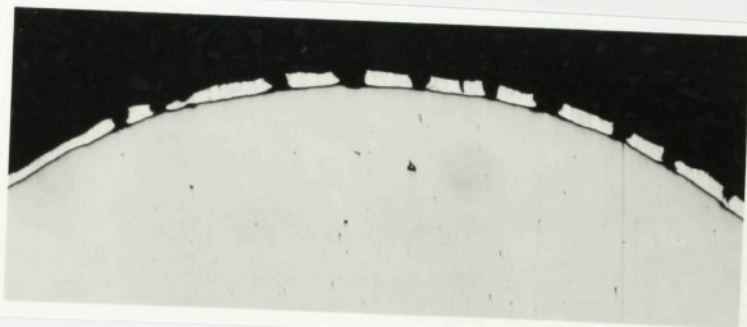
7



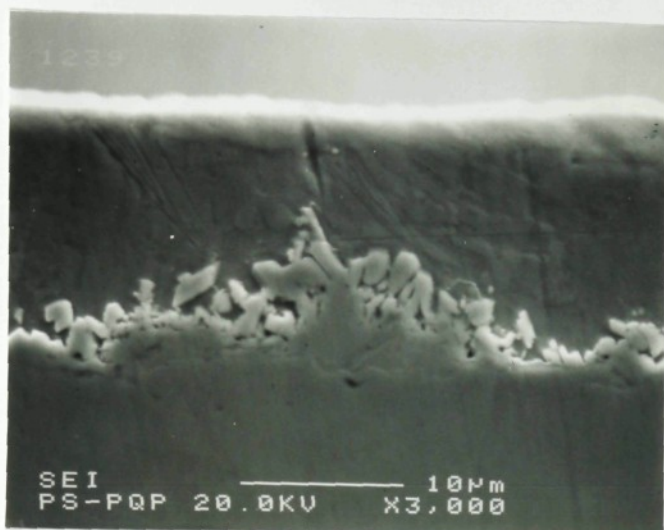
8



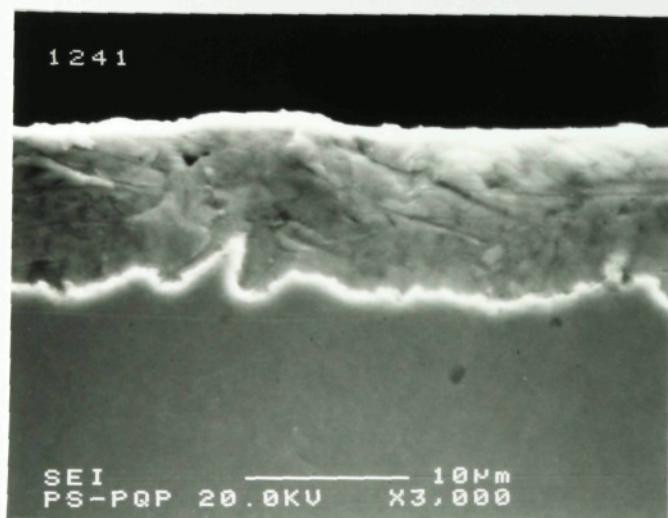
9



10

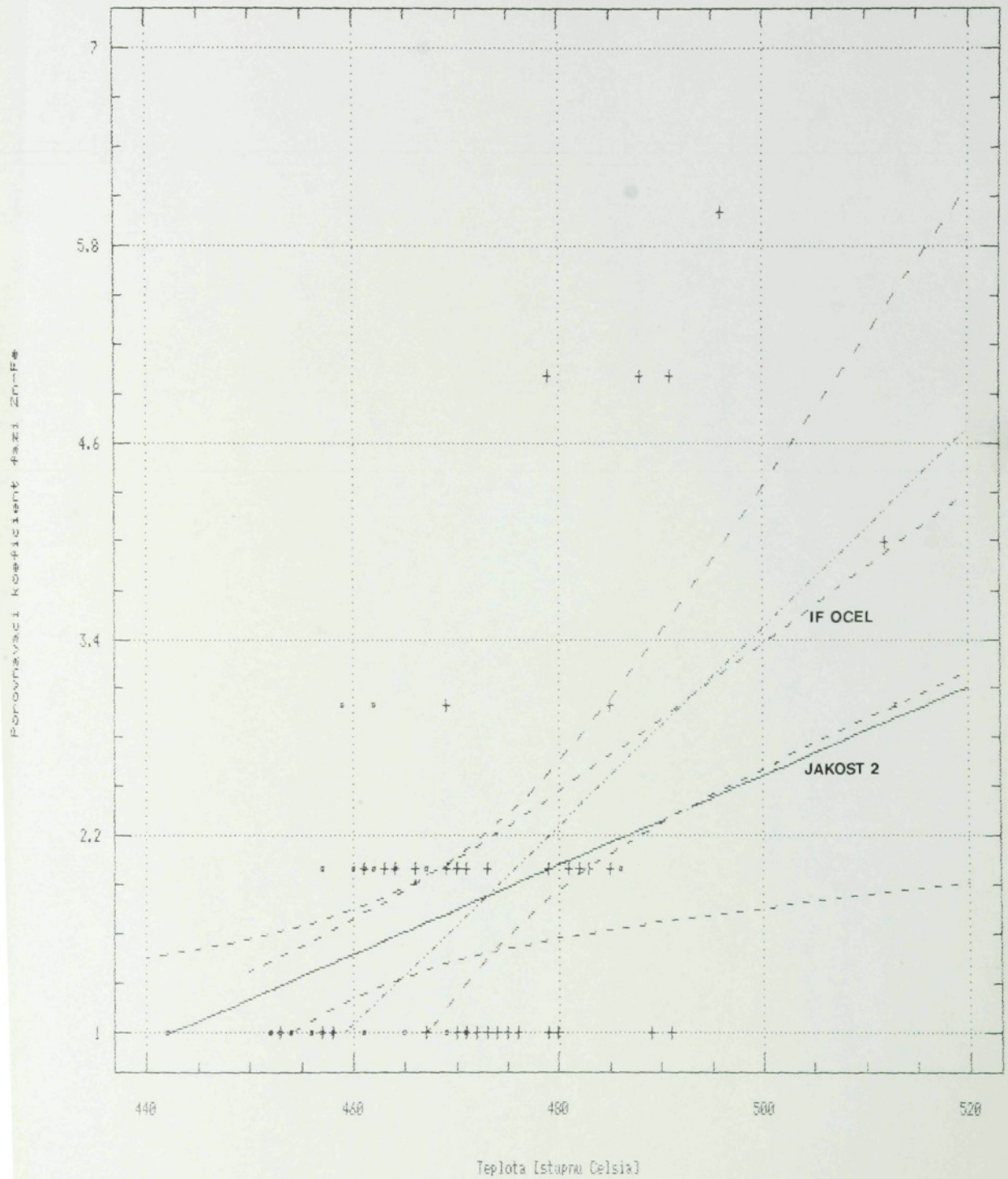


Obr. 17 : Žárově pozinkovaný plech s fázemi Zn-Fe, elektr. mikroskopie, 3000x



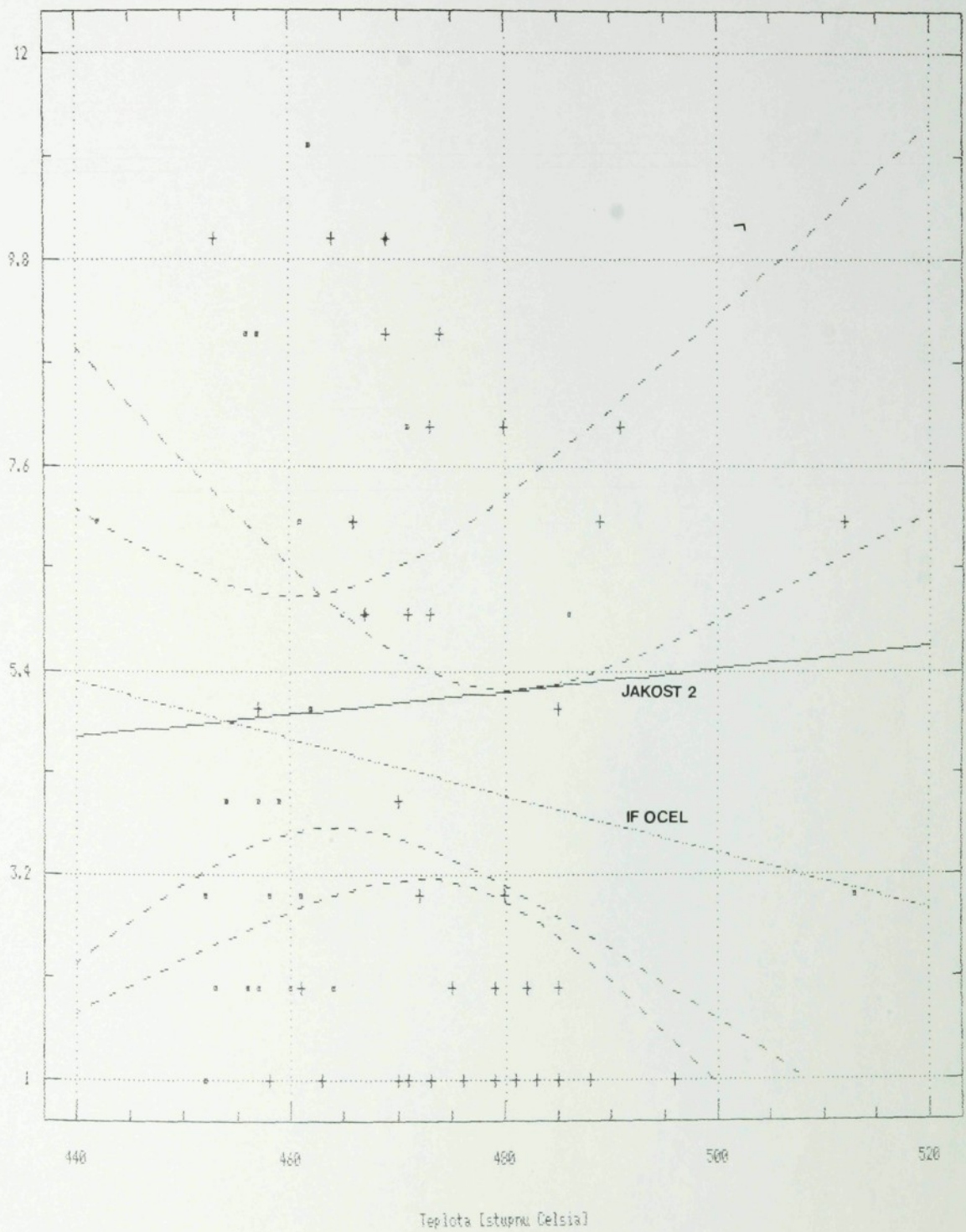
Obr. 18 : Žárově pozinkovaný plech bez fází Zn-Fe, elektr. mikroskopie, 3000x

Závislost množství fází Zn-Fe na teplotě



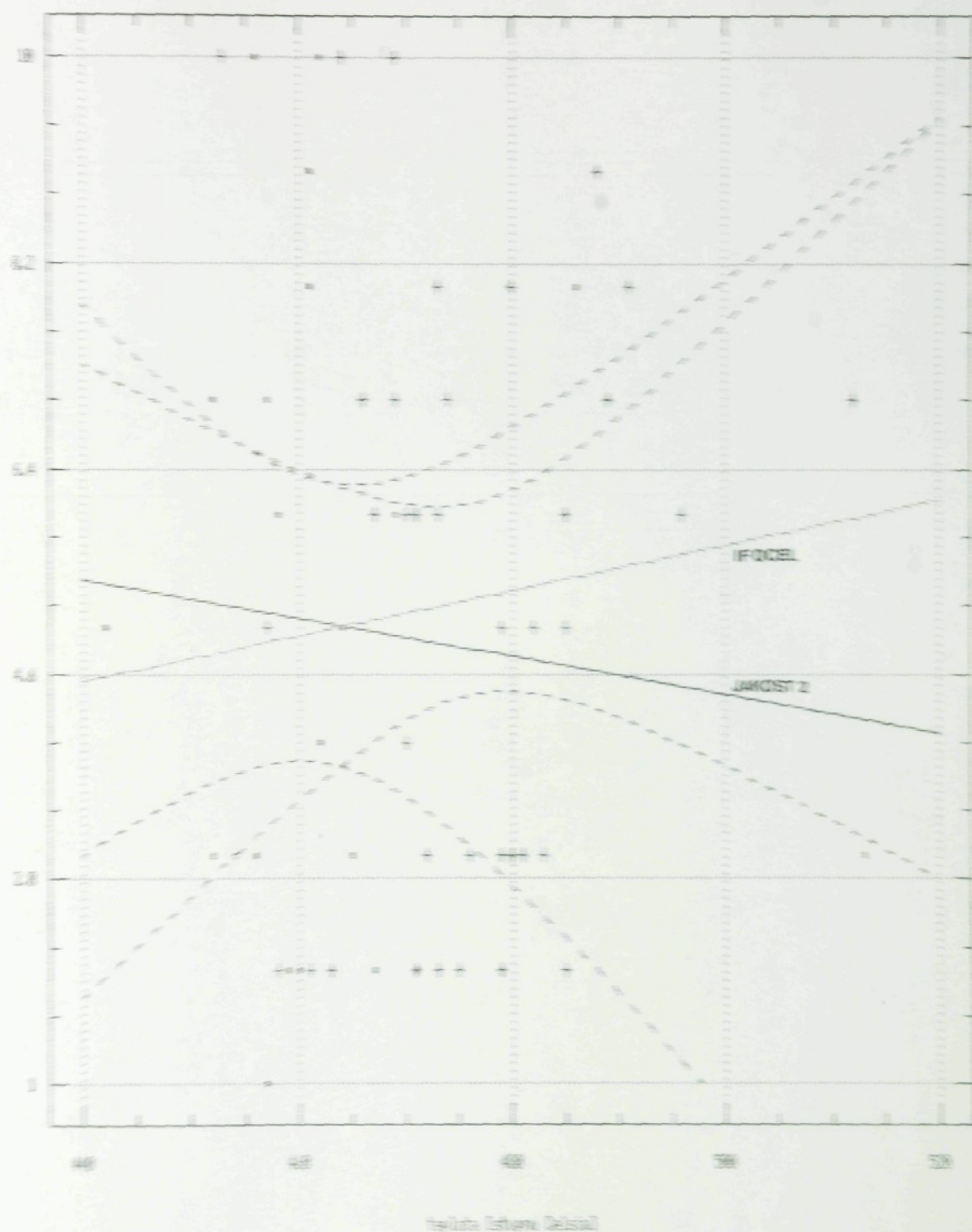
Obr. 19 : Závislost množství fází Zn-Fe na teplotě

Závislost hustoty trhlín na teplotě



Obr. 20 : Závislost hustoty trhlín na teplotě

Závislost křehkosti na teplotě

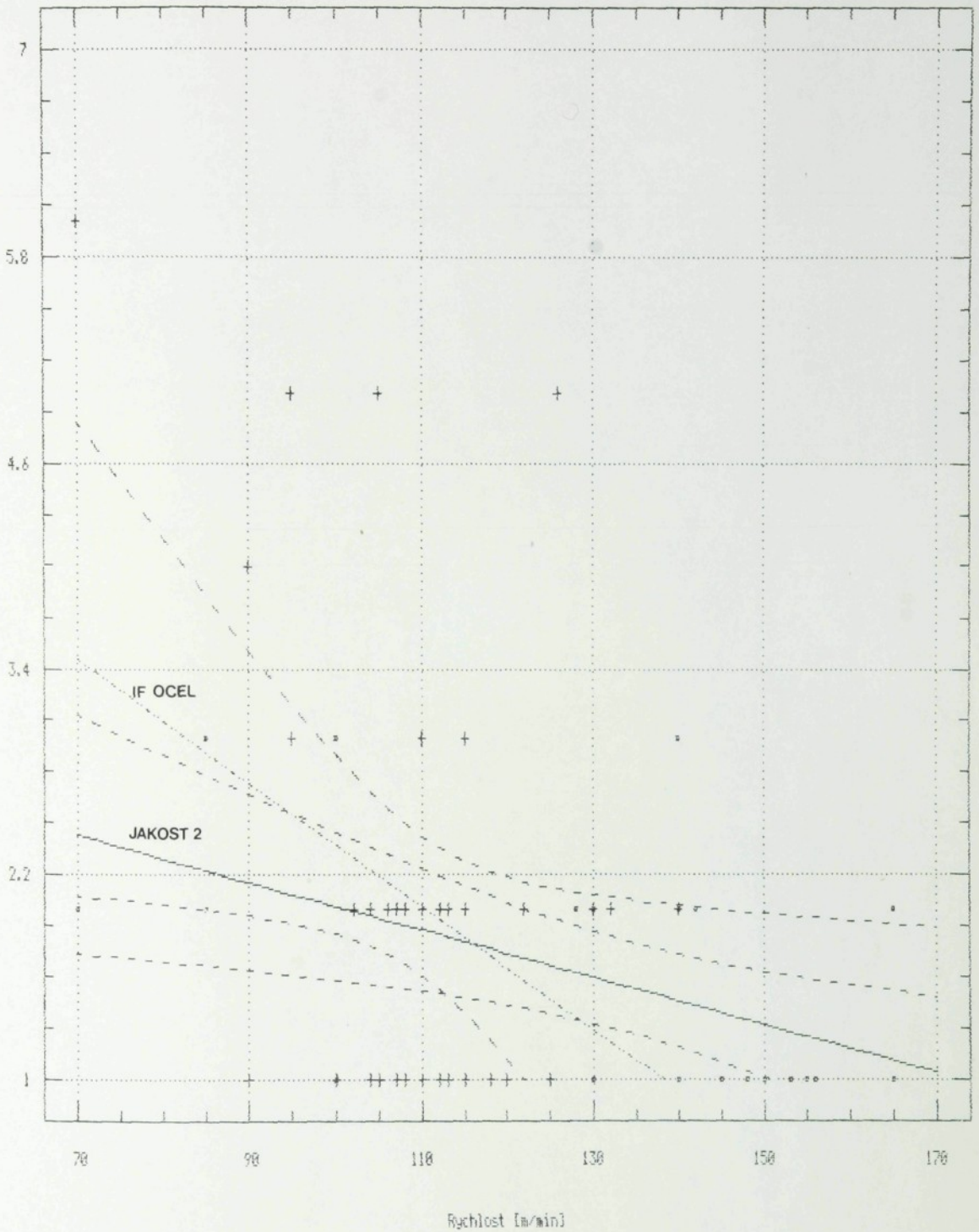


Obr. 21 : Závislost křehkosti na teplotě

Závislost množství fází Zn-Fe na

rychlosti

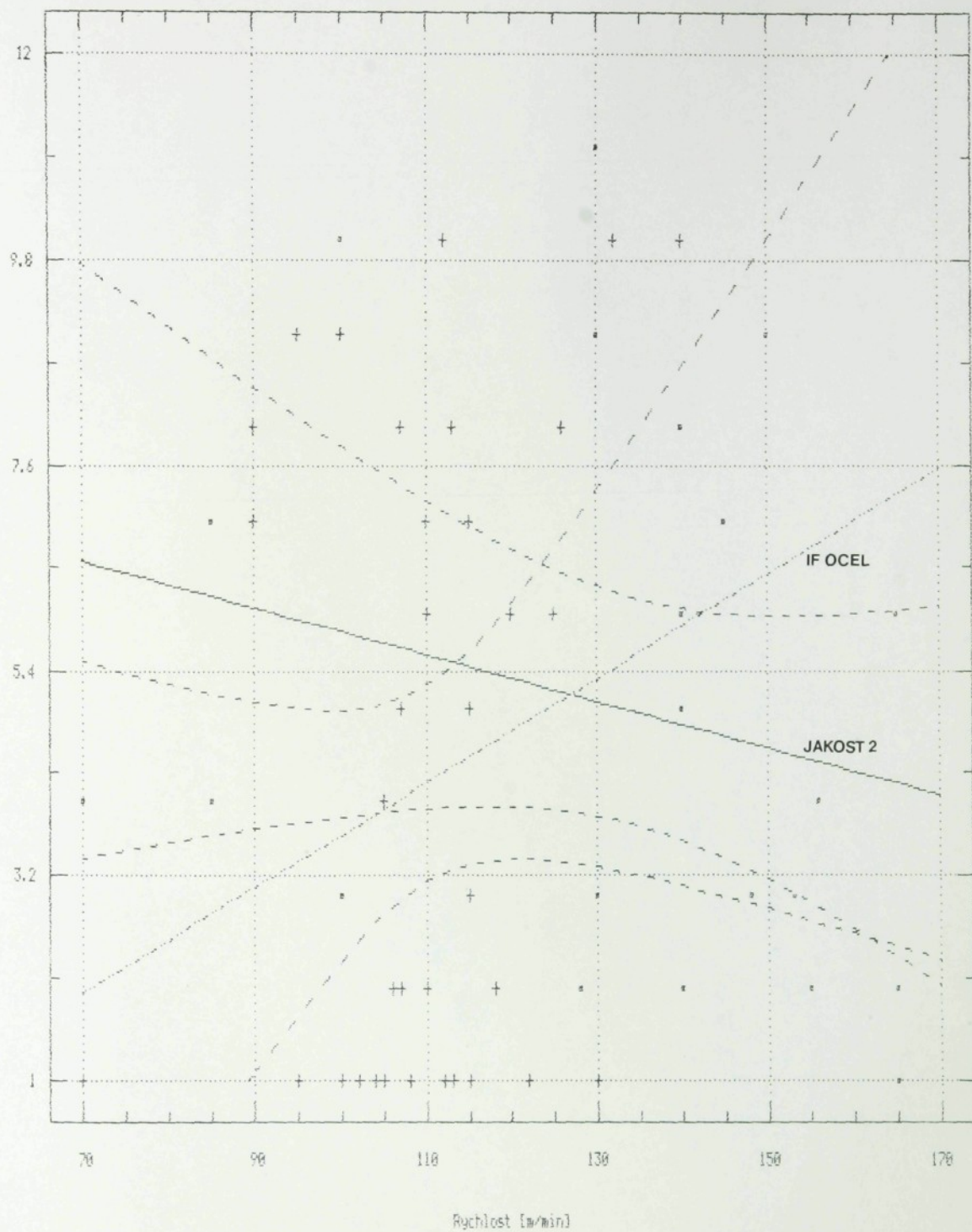
Porovnání koeficient fází Zn-Fe



Obr. 22 : Závislost množství fází Zn-Fe na rychlosti

Závislost hustoty trhlin na rychlosti

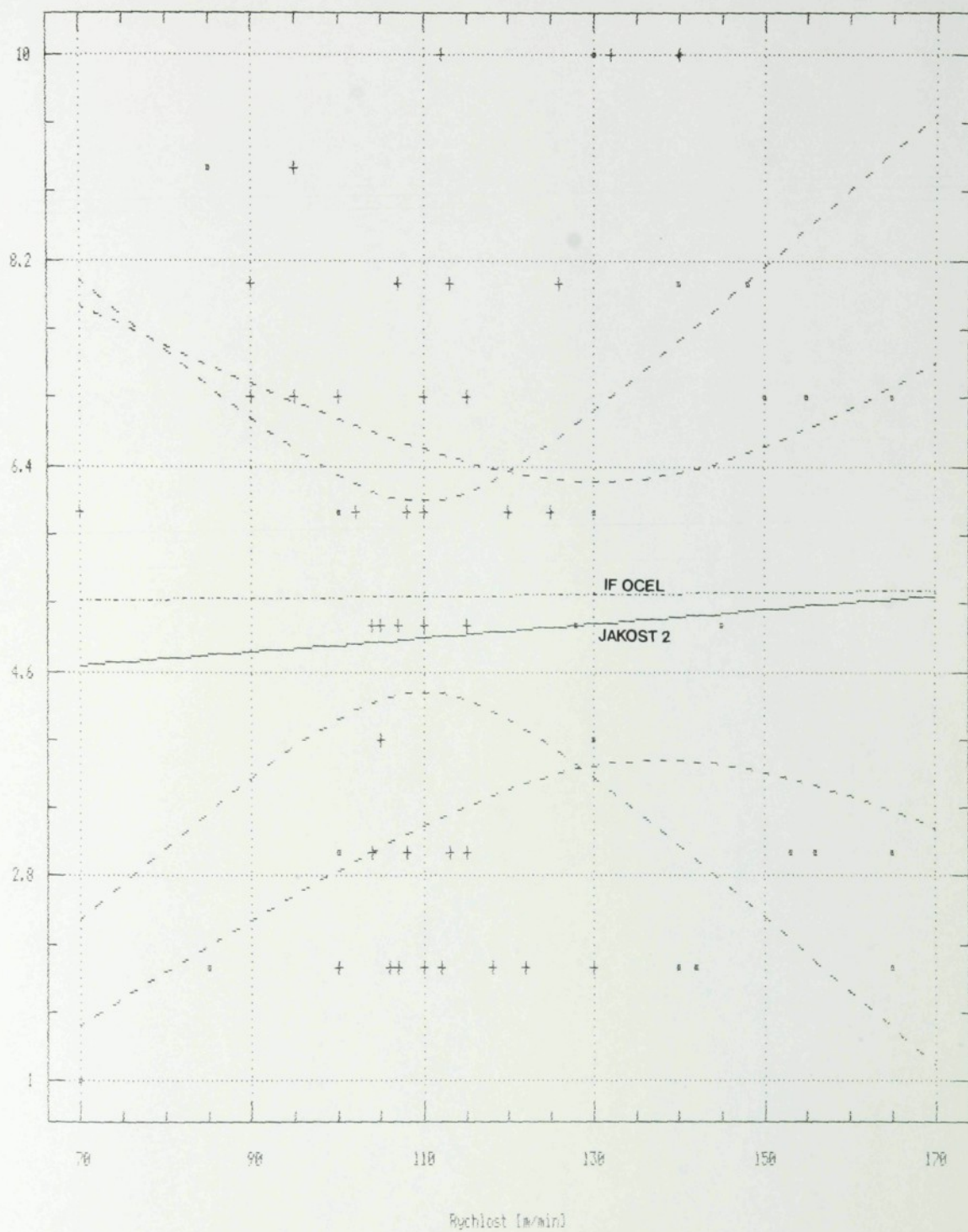
Porovnání koeficient hustoty trhlin



Obr. 23 : Závislost hustoty trhlin na rychlosti

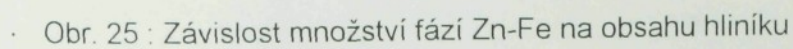
Závislost křehkosti na rychlosti

Porovnání koeficient křehkosti



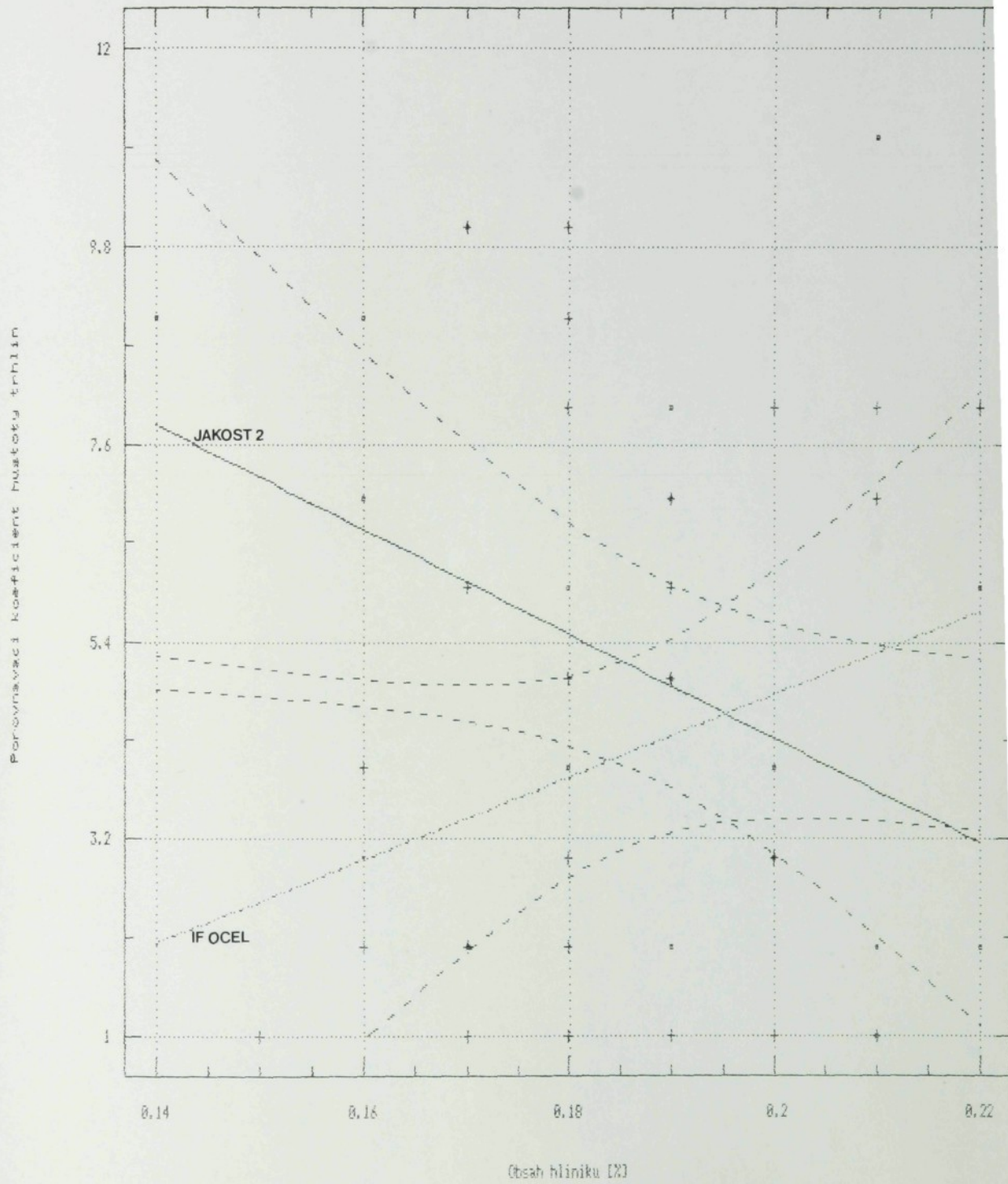
Obr. 24 : Závislost křehkosti na rychlosti

kliniku



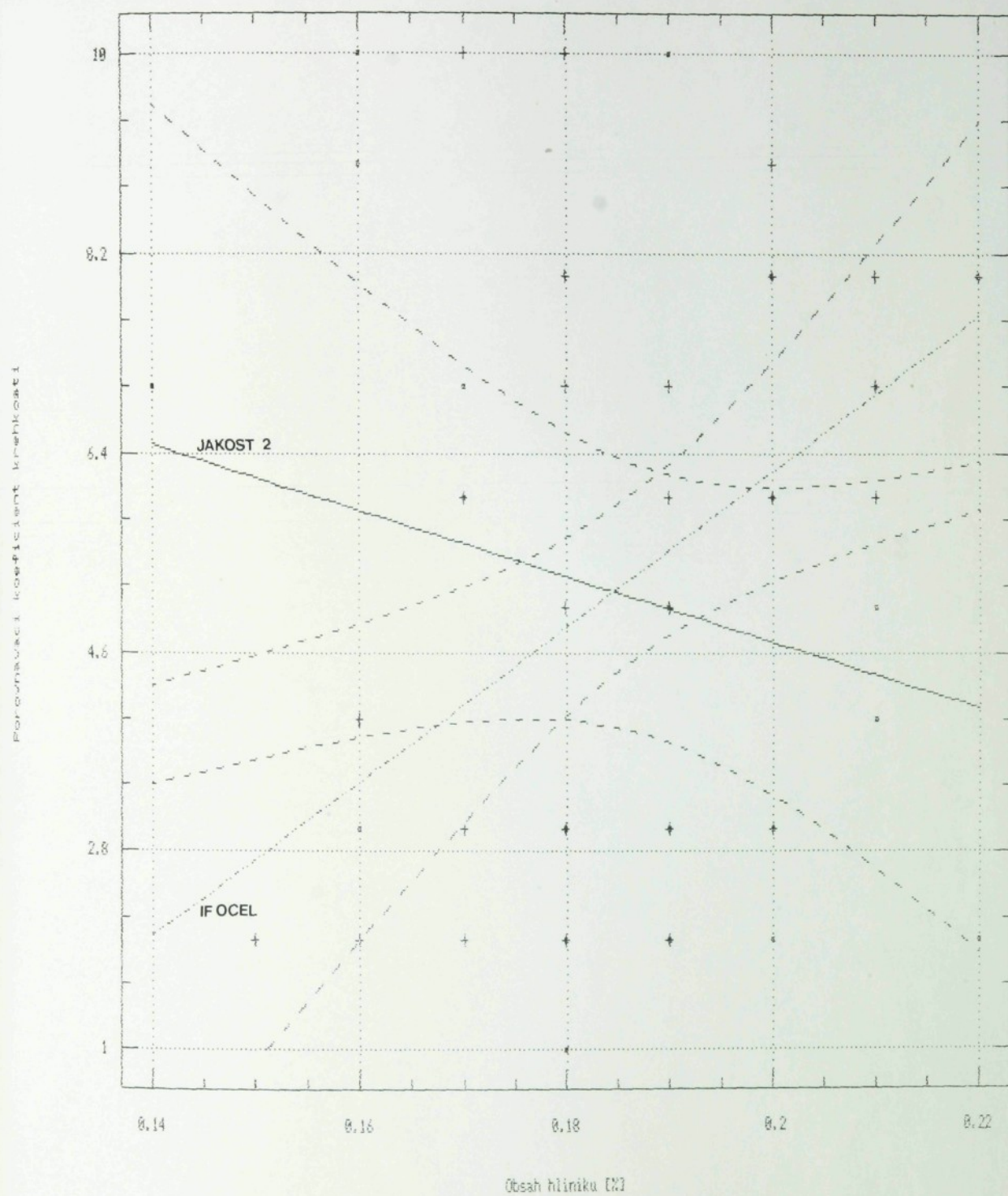
Závislost hustoty trhlin na obsahu

hliníku



Obr. 26 : Závislost hustoty trhlin na obsahu hliníku

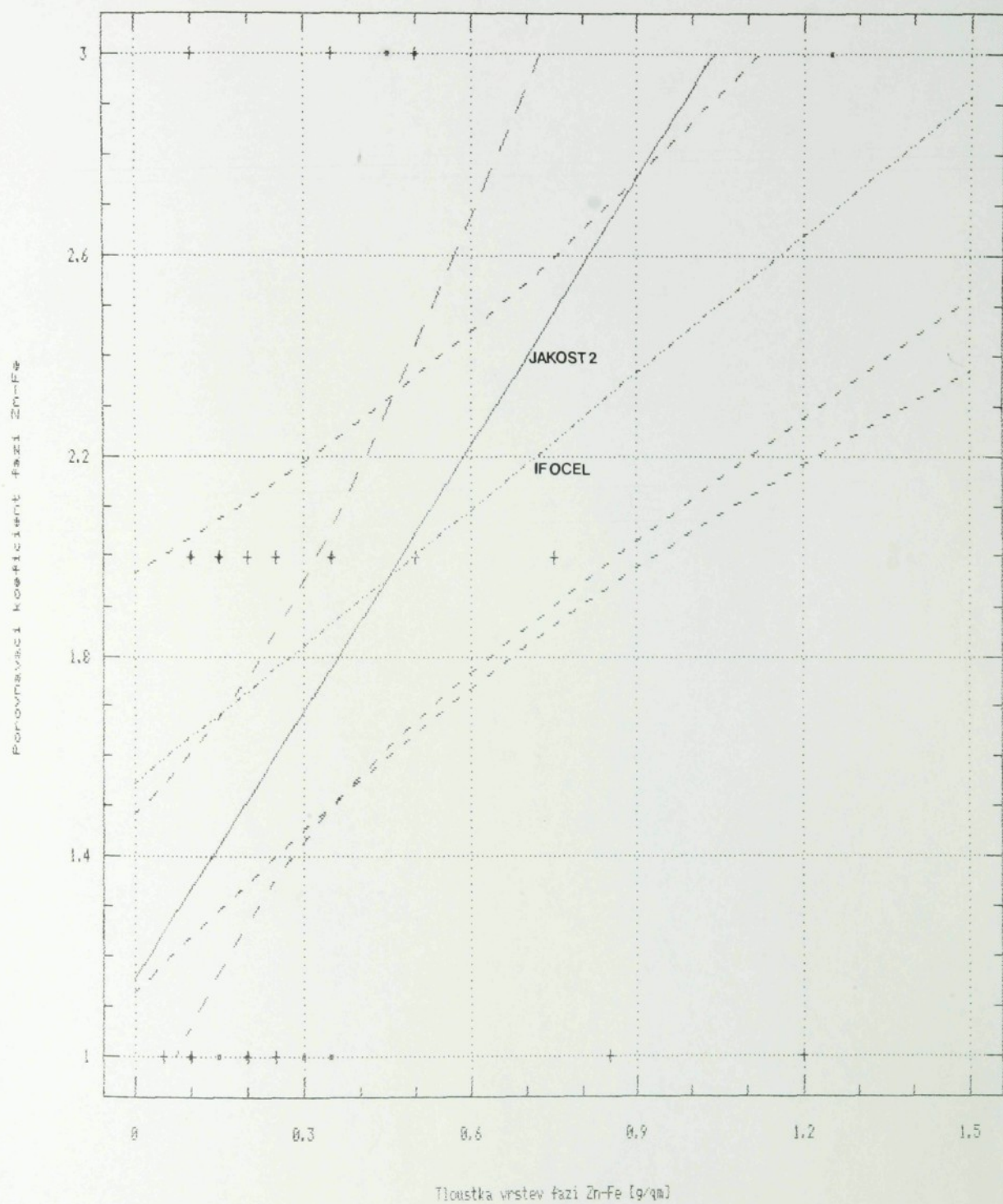
Závislost křehkosti na obsahu hliníku



Obr. 27 : Závislost křehkosti na obsahu hliníku

Korelace mezi porovnávacím koeficientem

a tloušťkou vrstev fází Zn-Fe (SUMETAL)



Obr. 28 : Korelace mezi porovnávacím koeficientem a tloušťkou fází Zn-Fe (SUMETAL)

PROCESNÍ PARAMETRY

JAKOST 2

Nr.	KB-Nr.	Dicke [mm]	Temp. [°C]	Al [%]	B.-geschw. [m/min]
1	38082	0,76	442	0,19	145
2	70251	0,76	453	0,21	140
3	76101	0,76	462	0,21	130
4	72719	0,76	471	0,19	140
5	33818	0,76	486	0,22	140
6	16171	0,77	513	0,2	100
7	60666	0,76	457	0,14	150
8	60234	0,71	461	0,16	85
9	28083	0,76	469	0,17	100
10	73663	0,76	457	0,18	70
11	53531	0,76	462	0,19	140
40	36015	0,74	452	0,21	165
41	26178	0,76	456	0,16	130
42	28770	0,76	460	0,22	165
43	46611	0,73	465	0,18	165
44	36359	0,76	467	0,18	142
56	47425	0,76	452	0,16	153
57	47473	0,76	456	0,19	165
58	46894	0,76	457	0,17	155
59	50570	0,76	464	0,21	128
60	50281	0,76	458	0,2	130
61	51435	0,76	461	0,2	148
62	62727	0,76	454	0,2	156
63	67339	0,76	459	0,2	85

tabulka 1

PROCESNÍ PARAMETRY

IF OCEL

Nr.	KB-Nr.	Dicke [mm]	Temp. [°C]	Al [%]	B.-geschw. [m/min]
20	66676	0,75	458	0,19	100
21	71216	0,78	463	0,15	112
22	60266	0,76	469	0,18	95
23	58124	0,77	474	0,18	100
24	71218	0,78	479	0,18	105
25	20610	0,78	483	0,18	115
26	58150	0,79	488	0,2	95
27	58151	0,77	496	0,2	70
28	10757	0,78	466	0,19	110
29	3937	0,78	473	0,2	107
30	73340	0,81	485	0,18	110
31	65179	0,78	491	0,18	90
32	16154	0,8	512	0,19	90
33	68594	0,78	470	0,16	105
34	4828	0,8	473	0,17	110
35	10239	0,78	472	0,18	115
36	10212	0,78	467	0,19	120
37	76113	0,78	480	0,2	115
38	67697	0,7	489	0,21	115
39	4856	0,78	480	0,22	113
45	24412	0,78	453	0,18	112
46	27466	0,72	457	0,18	107
47	25575	0,72	461	0,16	107
48	45867	0,78	464	0,17	132
49	34175	0,8	469	0,23	140
50	31254	0,78	471	0,17	125
51	33756	0,78	475	0,17	118
52	33685	0,78	479	0,18	106
53	41146	0,78	482	0,18	110

Nr.	KB-Nr.	Dicke [mm]	Temp. [°C]	Al [%]	B.-geschw. [m/min]
54	46844	0,78	485	0,19	115
55	47214	0,72	491	0,21	126
64	52517	0,78	471	0,19	130
65	52523	0,78	481	0,17	113
66	53128	0,78	479	0,18	104
67	53159	0,78	479	0,19	104
68	53129	0,78	473	0,19	122
69	55771	0,78	470	0,19	108
70	57768	0,78	476	0,19	108
71	63768	0,78	485	0,21	102

tabulka 2

VYHODNOCENÍ METALOGRAFICKÝCH ZKOUŠEK PODLE ŘAD 1 - 3

JAKOST 2

Nr.	Fe-Zn-Leg-Kennwert	Haftungskennwert	OF-Beschaffenheit
1	1	5	7
2	1		2
3	2	4	11
4	1	2	8
5	2	8	6
6	3	3	3
7	1	7	9
8	2	9	7
9	1	6	10
10	2	1	4
11	3	10	5
40	1	7	1
41	1	10	9
42	2	2	2
43	1	3	6
44	2	2	6
56	1	3	3
57	1	3	2
58	1	7	2
59	2	5	2
60	1	6	3
61	1	8	3
62	1	3	4
63	3	2	4

tabulka 3

VYHODNOCENÍ METALOGRAFICKÝCH ZKOUŠEK PODLE ŘAD 1 - 3

IF OCEL

Nr.	Fe-Zn-Leg-Kennwert	Haftungskennwert	OF-Beschaffenheit
20	1	2	1
21	2	2	1
22	3	7	9
23	1	7	9
24	5	5	1
25	2	3	1
26	5	9	1
27	6	6	1
28	2	7	7
29	1	8	8
30	2	2	2
31	1	8	8
32	4	7	7
33	1	4	4
34	1	6	6
35	1	3	3
36	1	6	6
37	1	3	3
38	1	7	7
39	1	8	8
45	1	10	1
46	1	5	1
47	2	2	1
48	2	10	1
49	2	10	2
50	1	6	1
51	1	2	1
52	2	2	1

Nr.	Fe-Zn-Leg-Kennwert	Haftungskennwert	OF-Beschaffenheit
54	3	5	1
55	5	8	1
64	2	2	1
65	2	3	1
66	1	3	1
67	2	5	1
68	2	2	1
69	2	6	1
70	1	3	1
71	2	6	1

tabulka 4

SLLEDKY VYHODNOCENÉ ZARÍZENÍM SUMETAL

Ost 2

KB-Nr.	Dicke [mm]	Temp. [°C]	Al [%]	B.-geschw. [m/min]	Zn [g/m²]		Zn-Fe-Leg [g/m²]		Delta-Phase [g/m²]		Zn-Fe-Leg-Kennwert
					Oberseite	Unterseite	Gesamt	Oberseite	Unterseite	Gesamt	
38082	0,76	442	0,19	145	156,1	116	272,1	0,1	0,1	0,2	1
70251	0,76	453	0,21	140	79,9	71,7	151,6	0,2	0,5	0,7	1
76101	0,76	462	0,21	130	160,7	119,3	280,1	0,1	0,1	0,2	2
72719	0,76	471	0,19	140	184,6	164,2	348,8	0,1	0,1	0,2	1
33818	0,76	486	0,22	140	133	59,3	192,3	0,1	0,1	0,2	2
16171	0,77	513	0,2	100	112	252,8	364,7	0,1	2,4	2,5	3
60666	0,76	457	0,14	150	148	127,9	275,9	0,5	0,1	0,6	1
60234	0,71	461	0,16	85	136,7	117,6	254,3	0,1	0,1	0,2	2
28083	0,76	469	0,17	100	100,6	164,9	265,4	0,1	0,1	0,2	1
73863	0,76	457	0,18	70	147,5	130,3	277,8	0,1	0,1	0,2	2
53531	0,76	462	0,19	140	160,2	130,9	291	0,3	0,6	0,9	3
36015	0,74	452	0,21	165	158,9	113,3	272,1	0,1	0,1	0,2	1
26178	0,76	456	0,16	130	110,5	202,9	313,5	0,1	0,1	0,2	1
28770	0,76	460	0,22	165	67,5	46,6	114,1	0,2	0,1	0,3	2
46611	0,73	465	0,18	165	149,2	137,3	286,4	0,1	0,1	0,2	1
36359	0,76	467	0,18	142	169,8	119,1	288,9	0,1	0,1	0,2	2
47425	0,76	452	0,16	153	165,7	131,8	297,5	0,3	0,1	0,4	1
47473	0,76	456	0,19	165	187,7	99,4	287,1	0,1	0,1	0,2	1
46894	0,76	457	0,17	155	162,9	122	284,9	0,1	0,1	0,2	1
50570	0,76	464	0,21	128	165,6	112,6	278,2	0,6	0,1	0,7	2
50281	0,76	458	0,2	130	187	116,5	303,5	0,1	0,1	0,2	1
51435	0,76	461	0,2	148	153,4	118,1	271,5	0,1	0,1	0,2	1
62727	0,76	454	0,2	156	162,2	154,7	316,9	0,2	0,1	0,3	1
67339	0,76	459	0,2	85	147,5	105,3	252,8	0,9	0,1	1	3

ulka 5

VÝSLEDKY VYHODNOCENÉ ZAŘÍZENÍM SUMETAL

IF OCEL

Nr.	KB-Nr.	Dicke [mm]	Temp. [°C]	[Al] [%]	B.-geschw. [m/min]	Zn [g/m²]		Gesamt	Zn-Fe-Leg		Delta-Phase [g/m²]		Zn-Fe-Leg-Kennwert
						Oberseite	Unterseite		Oberseite	Unterseite	Oberseite	Unterseite	
20	66676	0,75	458	0,19	100	60,6	81,4	142	0	0,1			1
21	71216	0,78	463	0,15	112	74,3	64,6	138,9	0,1	0,4			2
22	60266	0,76	469	0,18	95	80,4	130,4	210,8	0,1	0,1			3
23	58124	0,77	474	0,18	100	162,8	169,1	331,9	0,1	0,1			1
24	71218	0,78	479	0,18	105	78,1	58,8	137	1,6	0,2	0,5	-	5
25	20610	0,78	483	0,18	115	86,6	55,9	142,5	0,4	0,1	0,2	-	2
26	58150	0,79	488	0,2	95	93	91	184	1,9	1,6	0,9	0,7	5
27	58151	0,77	496	0,2	70	83,6	60,1	143,7	6,3	0,1	3,3	-	6
28	10757	0,78	466	0,19	110	59,9	77	136,9	0,1	0,1			2
29	3937	0,78	473	0,2	107	51	50,6	101,6	0,1	0,1			1
30	73340	0,81	485	0,18	110	62,8	48,2	111	0,8	0,2	0,3	-	3
31	65179	0,78	491	0,18	90	66,7	37,5	104,2	2,3	0,1	1,3	-	1
32	16154	0,8	512	0,19	90	117,3	117,5	234,7	4	3,8	1,4	1,5	4
33	68594	0,78	470	0,16	105	91,5	76,9	168,4	0,1	0,1			1
34	4828	0,8	473	0,17	110	86,2	76,8	163	0,8	3,5	-	0	1
35	10239	0,78	472	0,18	115	55,3	33,7	89	0,1	0,1			1
36	10212	0,78	467	0,19	120	94	54,5	148,5	0,1	0,1			1
37	76113	0,78	480	0,2	115	125,2	186,8	312	0,1	0,4			1
38	67697	0,7	489	0,21	115	117,3	124,8	242,1	0,1	0,1			1
39	4856	0,78	480	0,22	113	43,7	52,2	95,9	0,1	0,1			1
45	24412	0,78	453	0,18	112	53,9	44	97,8	0,1	0,1			1
46	27466	0,72	457	0,18	107	36,9	59,1	96	0,1	0,3			1
47	25575	0,72	461	0,16	107	51,2	44,9	96,1	0,1	0,1			2
48	45867	0,78	464	0,17	132	54,7	50,4	105,1	0,1	0,1			2
49	34175	0,8	469	0,23	140	169,4	116,2	285,5	0,1	0,1			2
50	31254	0,78	471	0,17	125	99,3	89,1	188,2	0,1	0,3			1
51	33756	0,78	475	0,17	118	56,3	46,9	103,2	0,7	1	-	0,2	1
52	33685	0,78	479	0,18	106	55,4	46,5	101,9	0,6	0,9			2
53	41146	0,78	482	0,18	110	151,5	66,3	217,8	0,3	0,1			2
54	46844	0,78	485	0,19	115	50,1	36,5	86,6	0,6	0,1			3
55	47214	0,72	491	0,21	126	52,7	53,5	106,3	0,4	1			5
64	52517	0,78	471	0,19	130	56,6	48,8	105,4	0,2	0,1			2
65	52523	0,78	481	0,17	113	119,9	92	211,9	0,4	0,3			2
66	53128	0,78	479	0,18	104	119,7	111,6	231,3	0,1	0,1			1
67	53159	0,78	479	0,19	104	84,7	51,7	136,5	0,9	0,1			2
68	53129	0,78	473	0,19	122	48,3	54	102,4	0,1	0,1			2
69	55771	0,78	470	0,19	108	105,1	83,1	188,2	0,1	0,1			2
70	57768	0,78	476	0,19	108	116,6	97,2	213,8	0,3	0,1			1
71	63768	0,78	485	0,21	102	59,3	49,9	109,2	0,1	0,1			2

Program: HD3 - H.D IRON

Graphic analysis

		L. Edge	Center	R. Edge	Avg.
Zinc	Top	60.6			60.6
	Bot	81.4			81.4
	[g/sq.m]	142.0			142.0
Alloy	Top	0.0			0.0
	Bot	0.1			0.1
	[g/sq.m]	0.1			0.1
Iron	Top	0.0			0
	Bot	0.0			0
	[%]	0.0			0

Rep. No. 40

Test No. 3

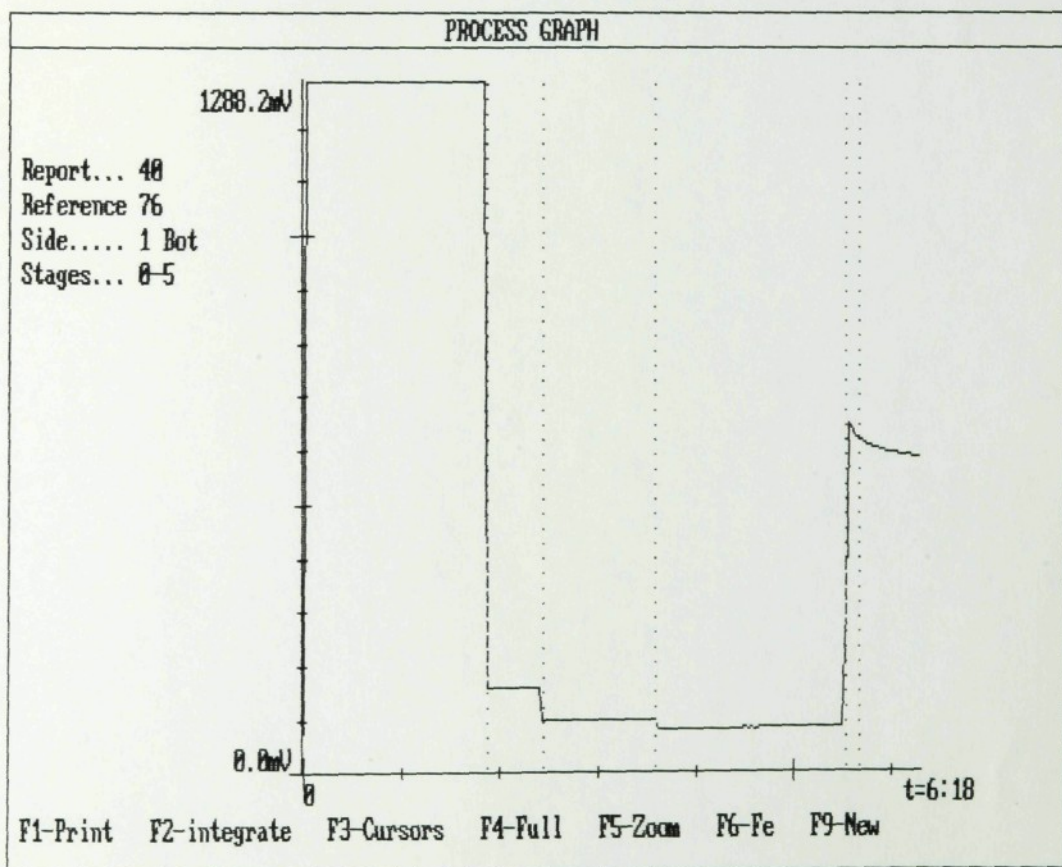
Ref. No. 76

(C) Copyright, 1992 Indel Industrial Electronics Ltd.

F1-Start F2-Continue F3-Statistics F4-Print result F5-Graphs
 F6-Mode F7-Fill form F8-Options F10-Quit Alt&F1-Help

INDEL LTD. SUMETAL - ZINC Zn Ver 3.31

Thu Jan 12 11:06:47 1995



Program: HD3 - H.D IRON

Graphic analysis

		L. Edge	Center	R. Edge	Avg.
Zinc	Top	83.6			83.6
	Bot	60.1			60.1
	[g/sq.m]	143.7			143.7
Alloy	Top	6.3			6.3
	Bot	0.1			0.1
	[g/sq.m]	6.4			6.4
Iron	Top	0.8			1
	Bot	0.0			0
	[%]	0.5			1

Rep. No. 40

Test No. 1

Ref. No. 65

(C) Copyright, 1992 Indel Industrial Electronics Ltd.

F1-Start F2-Continue F3-Statistics F4-Print result F5-Graphs

F6-Mode F7-Fill form F8-Options F10-Quit Alt&F1-Help

INDEL LTD. SUMETAL - ZINC Zn Ver 3.31

Wed Jan 11 11:13:47 1995

