

**ISPITIVANJE MOGUĆNOSTI ODMAŠĆIVANJA BAKARNIH
TANKIH TRAKA I FOLIJA U KOTURU TERMIČKIM
TRETMANOM U ZAŠTITNOJ ATMOSFERI**
**TESTING OF DEGREASING COPPER THIN STRIPS
AND FOILS IN COILS BY HEAT TREATMENT
IN THE PROTECTIVE ATMOSPHERE**

SNEŽANA JOVANOVIĆ, ZORKA TRMČIĆ, LJUBINKO PANTELIĆ

Valjaonica Bakra Sevojno, Sevojno

Primljeno: 10. 11. 2003.

ABSTRAKT

Proces proizvodnje bakarnih tankih traka i folija, kvalitet F24 /DIN 17660/ sa zahtevom suva površina, uključuje : završno valjanje – odmašćivanje-završno rasecanje. Valjaonica Bakra Sevojno ne raspolaže uređajem za odmašćivanje posle hladnog valjanja za debljine < 0,2mm. U cilju postizanja navedenog kvaliteta, izvršena su ispitivanja odmašćivanja traka u koturu termičkim tretmanom u zaštitnoj atmosferi.

Analiza rezultata je pokazala , da posle dvostepenog zagrevanja /300°C, 60min i 330°C, 30 min/, koristeći valjačko ulje sa tačkom destilacije <300°C, trake ostaju u zahtevnom polutvrdom kvalitetu sa svetlom površinom i ostatkom ulja < 0,32 mg/dm².

Ključne reči: bakarna folija, valjačko ulje, odmašćivanje

ABSTRACT

Contemporary production of half hard copper thin strips and foils of dry surface, temper F24 /DIN 17660/ consists of: final rolling -degreasing - final slitting. Copper and Brass rolling mill Sevojno does not feature degreasing device after cold rolling process for thickness under 0,2 mm. So, in order to achieve above mentioned temper, tests were made to degrease strips in coils by heat treatment in the protective atmosphere.

Analysis of results showed, that after two-stage heating /300° C, 60 min and 330° C, 30 min /,using rolling oil with boiling range < 300° C, strips remain in requested half hard temper with bright surface and residual oil up to 0,32 mg/dm².

Key words:copper foil, rolling oil, degreasing

UVOD

Proizvodnja tankih traka i folija debljine < 0.2 mm, kvalitet F24 /DIN 17660/ sa zahtevom suva površina predstavlja tehničko-tehnološki problem u Valjaonici Bakra Sevojno.

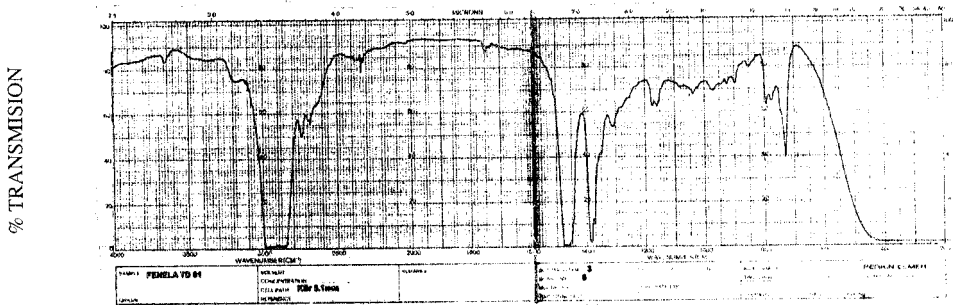
Valjačko ulje, koje se primenjuje u završnoj operaciji proizvodnje traka i folija F24 kvaliteta, zadovoljava sa svojom niskom temperaturom destilacije osnovni zahtev termičkog tretmana: lako isparavanje, odnosno dobijanje svetle i čiste površine. Takodje, u tom temperaturnom intervalu pretpostavilo se da neće doći do strukturnih promena karakterističnih za rekristalizaciju dezoksidisanog bakra. Time bi se zahtev za suvom površinom F24 kvaliteta postigao bez uredjaja za odmaščivanje.

METODA ISPITIVANJA

Korišćeno je polusintetičko valjačko ulje Shell Fenella TD801, sledećih fizičko-hemijskih osobina:

gustina na 15 °C, kg/ m ³	ASTM D 1298	804
kin. viskozitet na 40°C, mm ² /s	ASTM D 445	2.21-2.79
temperatura destilacije, °C	DIN 51751	240-278
raspored ugljovodonika, %	IR - metod	C _A = 0 C _P = 52,25 C _N = 47,75

IR spektar korišćenog ulja (slika 1), određen je na aparatu PERKINELMER 682 (apsorpcione trake za arome 1612 cm⁻¹, za parafine 725 cm⁻¹).



Slika 1 - IR spektar ulja FENELLA TD 801

Figure 1 - IR spectar FENELA TD 801 oil

Za određivanje ostatka podmaziva korišćena je nestandardna metoda uzorkovanjem trake poznate površine i tretmanom sa CCl₄ visoke čistoće. Mineralna ulja, dobijena ovom metodom su ugljovodonici koji se mogu ekstrahovati i odrediti na IR spektru u talasnom opsegu 2100cm⁻¹ do 2700cm⁻¹.

Proračun koncentracije ulja vrši se po formuli:

$$C_M = \frac{1.4 \cdot V_r}{p \cdot d} (0.12E_1 + 0.11E_2)$$

gde je:

C_M – koncentracija ulja, mg/dm²,

p – površina uzorka, dm²

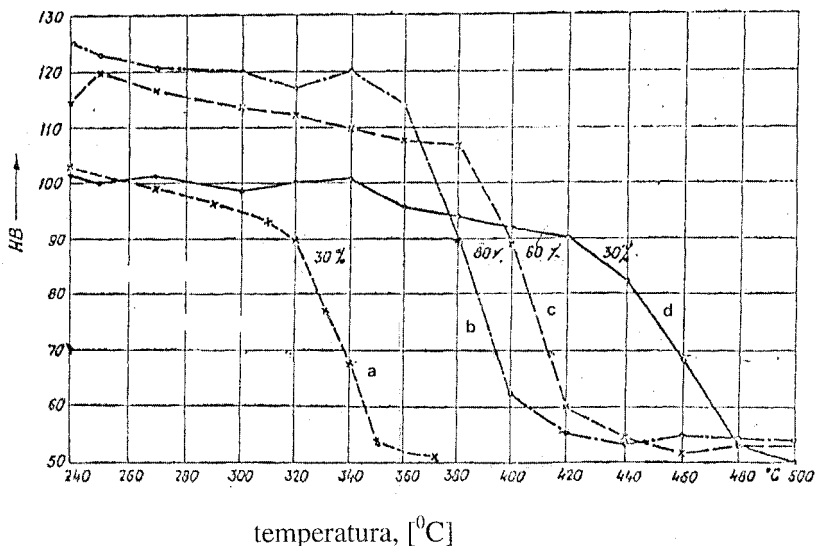
V_1 – zapremina CCl_4 , ml

d – debljina uzorka, cm

E_1 – CH_3 traka 2959 cm^{-1}

E_2 – CH_3 traka 2924 cm^{-1}

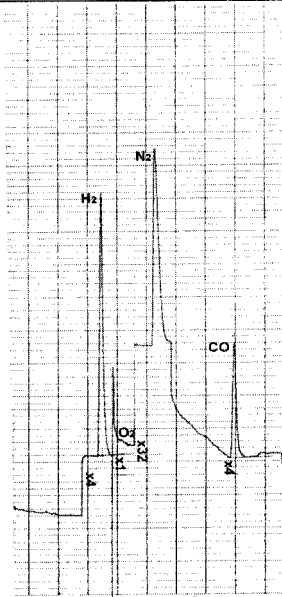
Navedena temperatura destilacije valjačkog ulja ($240\text{--}278^\circ\text{C}$) je osnov eksperimenta za odmašćivanje površine, pošto u tom temperaturnom intervalu dezoksidisani bakar ima lagani pad tvrdoće, odnosno pokazuje početak rekristalizacije (slika 2). Takođe, mnogi publikovani radovi potvrđuju, da temperatura početka rekristalizacije dezoksidisanog bakra raste sa porastom primesa u čvrstom rastvoru. Za vreme zagrevanja, tokom toplog valjanja, bakarni blokovi imaju temperaturu iznad 800°C . Posle toplog valjanja, trake se brzo hlade, tako da prime se ostaju u čvrstom rastvoru. Rezultat je porast temperature početka rekristalizacije, što odgovara našem eksperimentu.



Slika 2 - Temperatura rekristalizacije za OFHC - bakar (a) i dezoksidisani bakar (b,c,d) za različite stepene deformacije koje prethode žarenju [1]. Vreme na temperaturi žarenja je 25 min.

Figure 2 - Temperature recrystallization for Oxygen free copper (a) and deoxidized copper (b,c,d) for different deformation percentage, Time of annealing 25min.

Redukciona atmosfera za žarenje se dobija u gas-generatoru iz propan-butan smeše. Za žarenje bakra se primenjuje gasna smeša sledećeg sastava: H_2 -1.5-1.8%; O_2 - max 0.005 %; CO -2.5-3.0 % ; CO_2 ~12%; N_2 -ostatak. Hemijska analiza redukcionne atmosfere vrši se na uređaju PERKINELMER F17 metodom gasne hromatografije (slika 3).



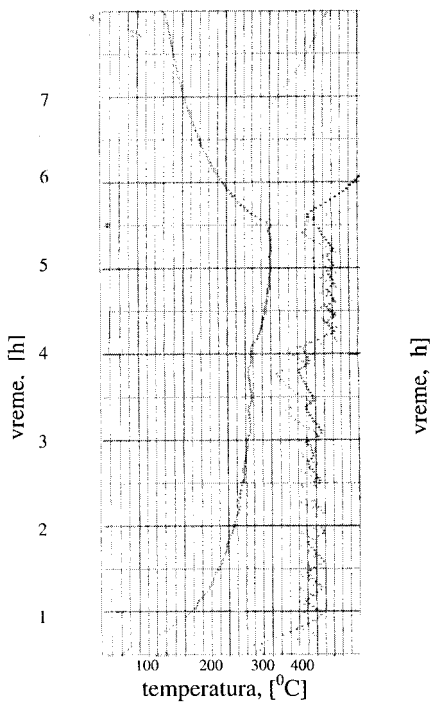
Slika 3 - Gasni Hromatogram redukcione atmosfere (60/80 Molekularno sito 5A; HW 100⁰ C; Program: T_i=30⁰ C, 4min i T_f=140⁰ C; Sens H₂ x 16; O₂ X 1; N₂ x 32; CO x 4) Sastav: H₂-1,8 %; O₂=0,006 %; Ar< 1%; CO= 3.5%; CO₂= 11.2%. N₂-ostatak

Figure 3 - Gas Chromatogram of reduction atmosphere(60/80 Molecular Sieve SA; HW 100⁰ C; Program: T_i-30⁰ C, 4min and T_f-140⁰ C;Sens H₂ X 16; O₂ X 1; N₂ X 32; CO X 4 Composition: H₂-1,8 %; O₂-0,006 %; Ar< 1%; CO= 3.5%;CO₂= 11.2%.N₂-

REZULTATI I DISKUSIJA

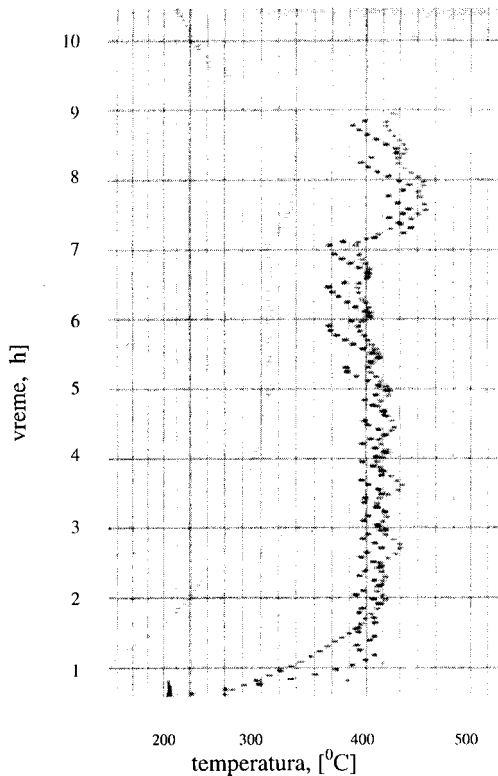
Prema zahtevu kupca (debljine trake 0,14 mm do 0,18 mm), za eksperiment je izabrana traka 0,18 mm debljine i širine 300 mm. Posle završnog valjanja na polutvrđi kvalitet ispitivana traka je termički tretirana u zvonastoj peći sa zašitnom atmosferom. Uslovi i rezultati eksperimenta su prikazani u tabeli 1. Dijagram žarenja koji se registruje na peći prikazan je na slika 4 i 5. Temperatura zona je za 100⁰C (I-zona) i 120⁰C (II-zona) viša u odnosu na zadatu temperaturu materijala. IR spektar ostatka ulja posle termičkog tretmana prikazan je na slikama 6 i 7.

U prvom delu eksperimenta, na T=200⁰C i vremenu zagrevanja 30 min, ostatak ulja je bio vizuelno vidljiv(uzorci br.1 i 2 u tabeli 1).U drugom delu eksperimenta, prešlo se na dvostepeno zagrevanje (uzorci br.3; 4 i 5 u tabeli 1). Koncetricija ulja je smanjena do 2.2 mg/dm².Daljim porastom temperature, uz zadržavanje dvostepenog zagrevanja, u trećoj fazi eksperimenta (uzorci br.6 i 7 u tabeli 1) postignuta je suva površina uz zadržavanje mehaničkih osobina za F24 kvalitet.



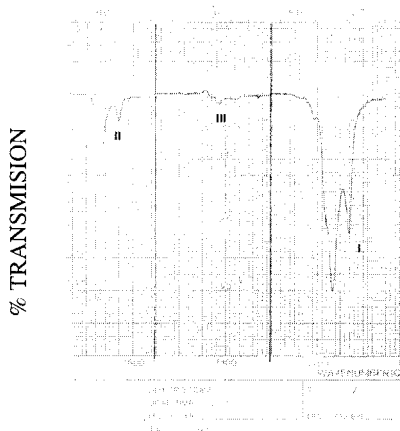
Slika 4 - Dijagram žarenja SF-Cu trake 0.18x300m (260⁰C; 60 min-prva i 300⁰C 30 min-druga faza)

Figure 4 - Furnace diagram for annealing copper strip 0.18 X300 mm (260⁰C; 60 min -first step and 300⁰C;30 min second step)



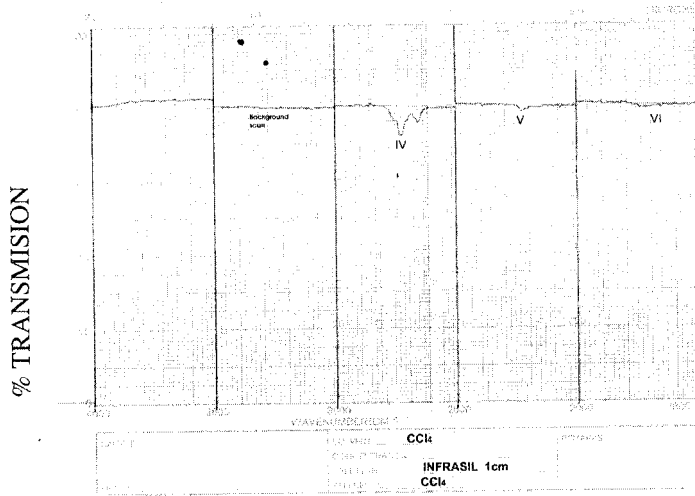
Slika 5 - Dijagram žarenja SF-Cu trake 0.18x300mm(300⁰C; 60 min-prva i 330⁰C 30 min-druga faza)

Figure 5 - Furnace diagram for annealing copper strip 0.18 X300 mm (300⁰C; 60 min -first step and 330⁰C 30 min second step)



Slika 6 - IR spektar ostatka ulja posle termičkog tretmana (260⁰C; 60 min-prva i 300⁰C; 30 min-druga faza)

Figure 6 - IR spectar of oil after heat treatment (260⁰C; 60 min -first step and 300⁰C;30 min - second



Slika 7 - IR spektar ostatka ulja posle termičkog tretmana (300^oC; 60 min- prva i 330^oC ;30 min-druga faza)

Figure 7 - IR spectar of oil after heat treatment (300^oC;60 min -first step and 330^oC;30 min - second step)

Tabela 1 - Uslovi i rezultati eksperimenta: T- temperatura zagrevanja; τ - vreme

Table 1 - Conditions and results of experiments ; T- Annealing temperature; τ - time on Annealing temperature

Uslovi eksperimenta	T=2000 C, τ = 10 min		T=2600 C, τ = 1h T=3000 C, τ = 30 min			T=3000 C, τ = 1h T=3300 C, τ = 30 min	
	1	2	3	4	5	6	7
No. uzorka	1	2	3	4	5	6	7
Rm, N/mm ²	-	-	294,5	298,6	293,0	301,1	298,3
A, %	-	-	35,0	34,0	35,5	30,5	29,5
HV0,3	78,8	93,8	55,5	55,6	66,6	94,1	87,1
Kz / mm ²	deform. strukt.		deformisana struktura			deformisana struktura	
Ostatak ulja, mg/dm ²	ostatak ulja vidljiv vizuelno		2,2-26.6 (slika 6)			0-0.32 (slika 7)	

ZAKLJUČAK

Na osnovu dobijenih rezultata i vizuelnog zapažanja izgleda površine, zaključeno je da tehnološki proces koji u završnoj fazi uključuje termički tretman dezoksidisanog bakra (300°C; 60 min – prvi stepen i 330°C, 30 min – drugi stepen), određuje postizanje zahtevane suve površine na kvalitetu F24, koristeći valjačko ulje sa temperaturom destilacije <300 °C.

LITERATURA

- [1] Kurt Dies, Kupfer und Kupferlegierungen in der Technik, Springer- Verlag 1967.
- [2] J.M. Boechat, Z. Metallkde.76(1985) H3. p.185-191.
- [3] M.R. Atwood.,R.W. Hannah., M. V. Zeller, Determination of oil in water by infrared spectroscopy PERKIN ELMER, Bulletin 11.
- [4] Annual Book of ASTM Standards D3 p.921-985.
- [5] Analysis of Permanent Gases and Light Hydrocarbons-SUDELCO p.1883.
- [6] Hugoeskart Gernard Keil „Karl Heinz Zentrop, Freiber ISO , Chem.Tech. 14.Heft 5/6.