

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

KATEDRA MATERIÁLU A STROJÍRENSKÉ METALURGIE

DISERTAČNÍ PRÁCE

k získání akademického titulu doktor v oboru

Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

**Zrychlené mikrostrukturní děje
při nových procesech tepelného
a termomechanického zpracování**

Autor: **Ing. Daniela Hauserová**

Vedoucí práce: **Dr. Ing. Zbyšek Nový**

Plzeň, 2014

PODĚKOVÁNÍ

Především děkuji vedoucímu této disertační práce Dr. Ing. Zbyškovi Novému a kolegovi Ing. Jaromírovi Dlouhému za odborné rady, připomínky, čas a ochotu, kterou mi věnovali během řešení této práce.

Dále děkuji všem pracovníkům Katedry materiálu a strojírenské metalurgie ZČU v Plzni a pracovníkům výzkumné organizace COMTES FHT a.s., kteří mi byli nápomocni a ochotně mi umožnili přístup k potřebným přístrojům a měřicím zařízením.

Disertační práce vznikla ve spolupráci se Západočeským materiálově metalurgickým centrem, reg. číslo CZ.1.05/2.1.00/03.0077 spolufinancovaným Evropským fondem regionálního rozvoje - ERDF.

ANOTACE

V současné době je snaha zefektivňovat stávající procesy a technologie z důvodu zvýšení konkurenceschopnosti na trhu, časové a energetické náročnosti. Sferoidizace karbidů je z důvodu difúze velice časově a energeticky náročný proces, proto se tato disertační práce zabývala zrychlenými mikrostrukturními ději při nových procesech tepelného a termomechanického zpracování za účelem sferoidizace karbidů.

Literární rešerše byla věnována především mechanismům a teoriím spojených se sferoidizací karbidů v ocelích. Velká část rešerše se zabývala činiteli, které ovlivňují sferoidizaci karbidů v průběhu termomechanického a tepelného zpracování.

Experimentální program této práce byl zaměřen na zrychlené mikrostrukturní jevy při termomechanickém a tepelném zpracování středně uhlíkové konstrukční oceli C45 a ložiskové oceli 100CrMnSi6-4. Proces, který byl v této práci vyvíjen, byl ve výzkumné organizaci COMTES FHT a.s. patentován a byl nazván ASR procesem (Accelerated Spheroidisation and Refinement). Důležitým faktorem byla časová úspora, tedy snaha o nahrazení konvenčních dlouhodobých procesů tepelného zpracování významně kratšími režimy zpracování. Hlavním cílem experimentálního programu byla optimalizace parametrů zpracování a sledování vlivu těchto parametrů na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti oceli. Pro provedení experimentů termomechanického zpracování byly použity hydraulický kovací lis a laboratorní válcovací stolice. Optimalizovanými parametry byly průběh teploty a intenzita vložené deformace. Tepelné zpracování bylo provedeno v termomechanickém simulátoru, indukčním ohřevem v kalicím dilatometru nebo ve středofrekvenčním měničů kmitočtu. Optimalizovanými parametry zpracování byla především teplota ohřevu, délka teplotní prodlevy, počet teplotních cyklů, rychlost ohřevu a rychlost ochlazování. V experimentálním tepelném zpracování byla také pozornost věnována mikrostrukturám a vlastnostem finální součásti ložiskové oceli po kalení a popouštění. Sledován byl vliv velikosti karbidů a původního austenitického zrna po ASR procesu na finální vlastnosti oceli v porovnání s konvenčním zpracováním.

V případě vhodně zvolených parametrů zpracování, bylo dosaženo homogenní struktury s jemnými globulárními karbidy ve feritické matici během několika jednotek minut. Jemné karbidy a menší velikost původního austenitického zrna, v porovnání s konvenčním zpracováním, zajistily vznik jemnějšího martenzitu po kalení a popouštění. To se projevilo v menším opotřebením a výrazně vyšší životnosti finální ložiskové součásti.

Klíčová slova: Termomechanické zpracování, tepelné zpracování, zrychlená sferoidizace karbidů, zjemnění zrna, ocel C45, ocel 100CrMnSi6-4.

ANNOTATION

Current efforts to boost competitiveness and reduce time and energy demands in production lead to improved efficiency of existing processes and technologies. Carbide spheroidisation is a very time-consuming and energy-intensive process due to its underlying diffusion mechanism. The present dissertation explores accelerated microstructural phenomena during heat treatment and thermomechanical processing for the purpose of carbide spheroidisation.

The literature search aimed predominantly at mechanisms and theories related to spheroidisation of carbides in steels. A major part of the literature search is devoted to the factors which govern carbide spheroidisation during thermomechanical processing and heat treatment.

The experimental programme focused on accelerated microstructural phenomena during thermomechanical processing and heat treatment of the C45 medium-carbon structural steel and the 100CrMnSi6-4 bearing steel. The process developed as part of this dissertation was patented by the research organisation COMTES FHT a.s. and named the ASR process (Accelerated Spheroidisation and Refinement). An important aspect of this effort involved the time savings resulting from the replacement of conventional long-time heat treatment processes with shorter processing schedules. The main goals of the experimental programme were optimization of processing parameters and mapping of the effect of these parameters on the microstructure and mechanical properties of steels. The experimental thermomechanical processing was carried out using a hydraulic forging press and a laboratory rolling mill. The parameters optimized were the temperature profile and the applied deformation. Heat treatment was carried out in a thermomechanical simulator, in a quenching dilatometer equipped with induction heating or in a medium-frequency converter. The main processing parameters optimized were the heating temperature, the soaking time, the number of thermal cycles and the heating and cooling rates. In the experimental heat treatment process, attention was paid to the resulting microstructure and to the properties of the part of bearing steel after quenching and tempering. The effect of carbide size and prior austenite grain size after the ASR processing on the final properties of steel was monitored and compared with the conditions after the conventional process.

Once the suitable processing parameters were found, the process only took several minutes and led to a uniform final microstructure with fine globular carbides in the ferritic matrix. When compared to the conventional process, finer carbides and smaller prior austenite grain provided fine martensite after quenching and tempering. As a result, the final bearing component showed notably low wear and long life.

Keywords: thermomechanical processing, heat treatment, accelerated carbide spheroidisation, grain refinement, C45 steel, 100CrMnSi6-4 steel.

OBSAH

1	Úvod.....	6
2	Sferoidizace karbidů v ocelích	7
2.1	Mechanismy sferoidizace cementitu	7
2.1.1	Rayleighova teorie nestability	7
2.1.2	Mullinsova a Nicholsova modifikovaná teorie nestability	8
2.1.3	Teorie tepelného reliéfu.....	10
2.1.4	Teorie migrace poruch.....	12
2.1.5	Teorie kombinovaných mechanismů.....	13
2.1.6	Sferoidizace při austenitizaci perlitu	14
2.1.7	Mechanismus rozdělené eutektoidní transformace.....	15
2.2	Ostwaldovo zrání.....	17
3	Činitele ovlivňující sferoidizaci karbidů.....	19
3.1	Difúze	19
3.2	Koncentrace vakancí	20
3.3	Další poruchy.....	20
3.4	Výchozí mikrostruktura.....	23
3.5	Mechanická deformace.....	23
3.5.1	Vliv teploty deformace na sferoidizaci.....	23
3.5.2	Vliv velikosti vložené deformace na sferoidizaci.....	27
3.5.3	Vliv rychlosti deformace	28
3.5.4	Distribuce cementitu.....	30
4	Kalení a popouštění oceli	31
5	Experimentální program	34
5.1	Termomechanické zpracování.....	35
5.1.1	Úvod k experimentálnímu programu termomechanického zpracování – ocel C45	35
5.1.2	Zrychlená sferoidizace karbidů oceli 100CrMnSi6-4 na laboratorní válcovací stolici	44
5.1.3	Shrnutí termomechanického zpracování	57
5.2	Tepelné zpracování.....	58
5.2.1	Úvod k experimentálnímu programu zrychlené sferoidizace karbidů – ocel C45 ..	58
5.2.2	Zrychlená sferoidizace karbidů v oceli 100CrMnSi6-4 v kalicím dilatometru	59
5.2.3	Zrychlená sferoidizace karbidů oceli 100CrMnSi6-4 ve středofrekvenčním měniči kmitočtu	74
5.2.3.1	Zkouška obrobiteľnosti	94
5.2.4	Kalení a popouštění oceli 100CrMnSi6-4 v atmosférické peci a kalicím dilatometru	98
5.2.4.1	Zkouška odolnosti proti opotřeбенí metodou pin on disc	103
5.2.4.2	Zkouška životnosti ložiskových kroužků.....	105
5.2.5	Shrnutí tepelného zpracování	110
6	Diskuse výsledků	111
7	Závěr	117
8	Literatura.....	118
9	Seznam publikací	122

1 Úvod

V současné době je snaha zefektivňovat stávající procesy a technologie, případně nacházet nové postupy a technologie pro zvýšení konkurenceschopnosti na trhu. Důležitým faktorem je ušetření času a nákladů.

Tepelným zpracováním ocelí se rozumí řízené cílevědomé ovládání a využívání fázových a strukturních přeměn v tuhém stavu řízením vnějších podmínek s cílem získat požadované mechanické, technologické, či jiné vlastnosti výrobků nebo polotovarů. V průběhu tepelného zpracování se ve většině případů využívá řízených změn teploty (vlastní tepelné zpracování – TZ), změn chemického složení povrchových vrstev a teploty (chemicko tepelné zpracování – CHTZ) nebo změn teploty v důsledku plastické deformace (tepelně mechanické zpracování, neboli termomechanické zpracování – TMZ) anebo jejich kombinacemi.

Technologie zpracování vycházejí z teorie fázových přeměn ocelí v tuhém stavu, avšak nelze je uvažovat odděleně od řady problémů, jež mají často převážně technologický ráz. Je nutné zohledňovat i konkrétní velikost a tvar zpracovávaných součástí, požadavky na kvalitu povrchu (okujení, oduhličení apod.), rozměrovou a tvarovou stabilitu a tak dále. Důležitým se stává faktor vnitřních pnutí, který může způsobit až vznik trhlin. V širokém rozsahu se používá různých způsobů žihání, kalení, popouštění, chemicko-tepelného zpracování, termomechanického zpracování, které se často označují jako „konvenční“ a jsou v praxi běžné po dlouhou řadu let. Poznání substruktury, pochopení vlivu strukturních defektů na vlastnosti ocelí a vlivu jejich interakce na průběh přeměn i povahu jejich produktů ale vedlo k zavedení nových způsobů tepelného zpracování. V současné době je snaha o kombinaci těchto základních tepelných zpracování. Často jde o kombinaci tváření a tepelného zpracování, kdy je snaha o efektivní využití poznatků o podstatě fázových a strukturních přeměn k praktickým cílům, jimiž mohou být např. vysoká pevnost, houževnatost, nebo optimální vztah mezi pevnostními a tvárnými vlastnostmi [1][2].

Tato práce se zabývá zrychlenými ději při nových procesech tepelného a termomechanického zpracování a hlavním cílem bylo dosažení jemnozrnné struktury složené z feritické matrice a sferoidizovaných karbidů za výrazně kratšího času než při konvenčních způsobech tepelného zpracování.

Proces zrychlené sferoidizace karbidů a případně současné dosažení zjemnění feritické matrice, byl nazván ASR (Accelerated Spheroidisation and Refinement). Jevu ASR lze u ocelí efektivně dosáhnout jak tepelným, tak termomechanickým zpracováním, případně jejich vhodnými kombinacemi.

Podstata této práce byla zaměřena na sledování vlivu optimalizovaných parametrů procesu na mikrostrukturní změny a finální mechanické vlastnosti oceli. Hlavním cílem bylo dosáhnout transformace původní feriticko perlitické struktury s lamelárním perlitem na výslednou mikrostrukturu s výskytem sferoidizovaných karbidů rovnoměrně distribuovaných ve feritické matrici. Jako experimentální materiál byla použita středně uhlíková konstrukční ocel C45 a ložisková ocel 100CrMnSi6-4.

V literární rešerši byla nejprve pozornost věnována mechanismům sferoidizace perlitických lamel cementitu z termodynamického hlediska. Následovala kapitola, která se věnovala činitelům ovlivňující sferoidizaci karbidů, především difúze, poruchy a parametry mechanické deformace. Experimentální část byla rozdělena do dvou hlavních kapitol, a to, termomechanického a tepelného zpracování. V kapitole tepelného zpracování byla, vedle sferoidizace karbidů, věnována pozornost kalení a popouštění ložiskové oceli.

2 Sferoidizace karbidů v ocelích

Sferoidizaci karbidů lze dosáhnout různými cestami tepelného a termomechanického zpracování. Ve většině případů však je v praxi toto zpracování z důvodu difúze velice zdoluhavé a nákladné [3]. Konvenční způsob přípravy sferoidizovaných karbidů ve feritické matici je několikahodinové žihání oceli na teplotách pod transformační teplotou A_{c1} . Podstatně rychleji se globulární perlit vytvoří žiháním při teplotách nad A_{c1} s následným pomalým plynulým ochlazováním. Proces je založený na austenitizaci perlitu bez přílišné homogenizace austenitu pro vznik co nejvíce zárodků, z nichž se při ochlazování vylučují jemné a rovnoměrně distribuované globulární karbidy. Urychlení procesu je také možné teplotním kolísáním kolem teploty A_1 [4][5].

Je-li výchozí struktura martenzitická či bainitická, vylučují se a shlukují se karbidy při této teplotě poměrně rychle. Je-li však výchozí mikrostruktura lamelární perlit, sbalování lamel probíhá poměrně pomalu, a tím pomaleji, čím jsou lamely hrubší [4].

Sferoidizace karbidů snižuje napětí a zvyšuje houževnatost v ocelích změnou morfologie karbidické fáze do globulárních částic. Změna v morfologii karbidů je termodynamicky řízena poklesem mezifázové energie ferit / karbid [6].

Pro pochopení konkrétních mechanismů, které se uplatňují během sferoidizace a kinetik procesu sferoidizace byla provedena následující rešerše. Hlavním cílem bylo zkrácení času sferoidizace karbidů, kdy je důležité pro optimalizaci parametrů sferoidizace pochopit vliv faktorů, které urychlují difúzi: parametry tepelného zpracování, výchozí mikrostruktura, velikost a rychlost deformace, koncentrace vakancí a další poruchy.

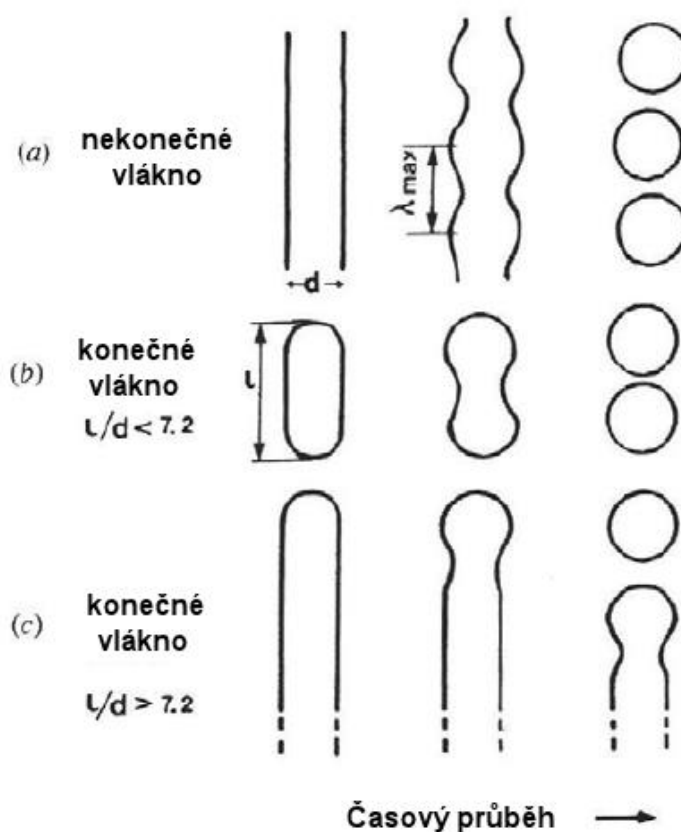
2.1 Mechanismy sferoidizace cementitu

Existuje více mechanismů sferoidizace cementitu, ale za nejrozšířenější se považuje vysvětlení v rámci čtyř obecně přijímaných teorií:

- Rayleighova kapilárně indukovaná teorie nestability,
- Mullinsova a Nicholsova modifikovaná poruchová teorie
- Teorie tepelného reliéfu
- Teorie migrace poruch [7].

2.1.1 Rayleighova teorie nestability

Rayleighova teorie nestability předpokládá, že u válcového karbidu dojde v důsledku kapilárního působení s časem ke vzniku sinusoidální poruchy. Bude-li maximální vlnová délka λ_{max} větší než určitá kritická vlnová délka λ_c , budou tyto poruchy s časem stále výraznější. Hodnoty těchto vlnových délek závisí na řídicím mechanismu přenosu hmoty. Při trvalém nárůstu poruch se válec nakonec rozpadne na řadu kulových útvarů vzdálených od sebe právě λ_{max} [7]. Na Obr. 1 je schematické znázornění Rayleighovy teorie morfologické nestability lamelární struktury [7].



Obr. 1 Schématické znázornění Rayleighovy teorie morfologické nestability lamelární struktury pro válce různých délek [7]

Na Obr. 1 je zobrazen časový průběh nestability cementitu směrem zleva doprava. Na začátku, zcela vlevo, existuje částice ve tvaru přímého válce. S postupem času na válci dochází k poruchám o vlnové délce λ_{\max} . Válec se následně rozpadá na malé globulární částice zobrazené zcela vpravo. Na Obr. 1 je rovněž patrný vliv štíhlostního poměru na poruchy. Na Obr. 1a je nekonečně dlouhé vlákno, na němž dochází po celé délce k poruchám. Obr. 1b ukazuje částici se štíhlostním poměrem menším než 7,2, která se rozpadá na dva globulární útvary. U válce se štíhlostním poměrem větším než 7,2 porucha vznikne na jednom konci, načež se válec postupně rozpadne na globulární částice. Problémem Rayleighovy teorie sferoidizace perlitu je předpoklad válcovité morfologie, který je v rozporu s deskovitým (lamelárním) tvarem skutečného perlitu. Desková morfologie perlitu obsahuje rozsáhlé rovné povrchy, které jsou stabilní vůči poruchám vyvolaným kapilárním působením [7]. Jelikož je výchozí morfologie karbidů v perlitu desková, byla Rayleighova teorie nestability později upravena W.W. Mullinsem a F.A. Nicholsem tak, aby pokryla i deskovou morfologii [8].

2.1.2 Mullinsova a Nicholsova modifikovaná teorie nestability

Mullinsova a Nicholsova modifikovaná teorie nestability se někdy popisuje jako teorie hranové sferoidizace [9]. Mullins a Nichols si všimli, že rovinné povrchy desek jsou ve srovnání s válcovitým povrchem velmi stabilní. Hrany desek jsou však zakřivené, a mají tedy vyšší chemický potenciál než jejich ploché stěny [7].

Vliv zakřivení na hodnotu chemického potenciálu ukazuje Gibbsova-Thompsonova rovnice [10][11]

$$\ln \frac{a_c}{a_e} = \left(\frac{2\gamma V_m}{rRT} \right), \quad (1)$$

$$\text{resp. } X_{eq_r}^\alpha = X_{eq_\infty}^\alpha \exp\left(\frac{2\gamma V_m}{rRT}\right), \quad (2)$$

a_c aktivita rozhraní částice a matrice

a_e rovnovážná aktivita

$X_{eq_r}^\alpha$ maximální rozpustnost uhlíku ve feritu při zakřivení lamely cementitu o poloměru r ,

$X_{eq_\infty}^\alpha$ maximální rozpustnost uhlíku ve feritu při rovinné lamelle cementitu, poloměr je nekonečný,

T teplota,

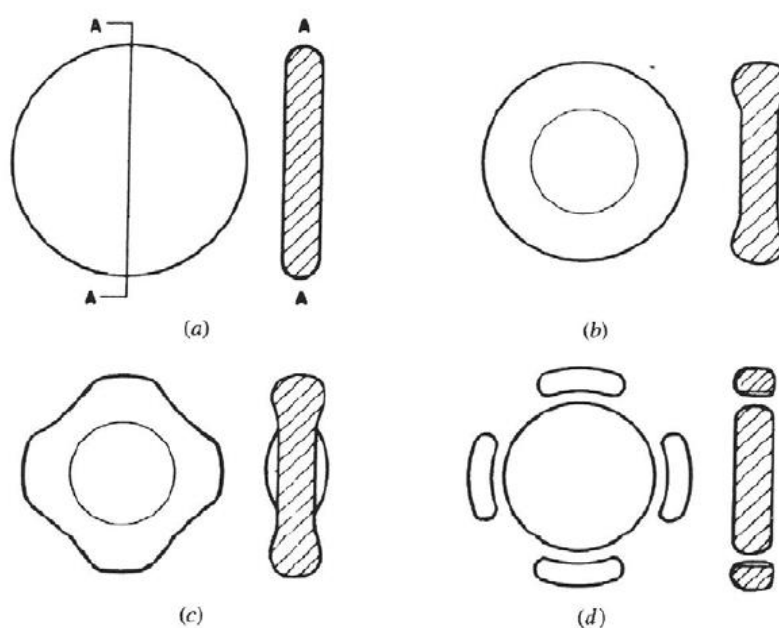
γ povrchová energie rozhraní (ferit cementit),

R molární plynová konstanta,

V_m molární objem částice,

r poloměr zakřivení mezifázového rozhraní.

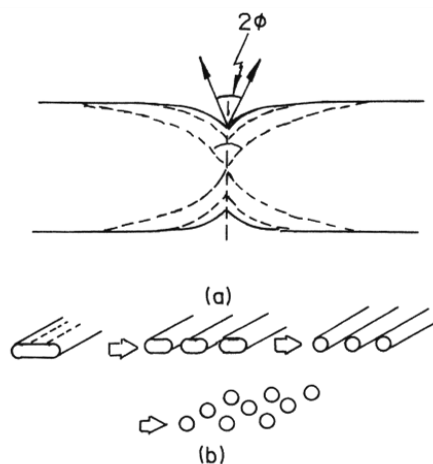
Tento rozdíl chemických potenciálů je termodynamickou hnací silou difúze. Vlivem difúze ze zaoblené hrany na vnější plochu desky se podél vnější hrany vytvoří zesílený val [12]. Tento val lze pak považovat za zakřivenou formu válce, který je náchylný na poruchy vyvolané kapilárním působením. Obr. 2 ilustruje rozpad desky mechanismem podle Mullinsovy a Nicholsovy modifikované teorie nestability. Výchozí desková morfologie je uvedena na Obr. 2a. Na Obr. 2b došlo k zesílení hran ploché desky vlivem gradientu potenciálu mezi rovinou a zakřivením hrany. Na Obr. 2c jsou patrné poruchy vznikající po obvodu desky. Poruchy se nakonec rozpadají na menší kulovitější částice v části obrázku Obr. 2d [7].



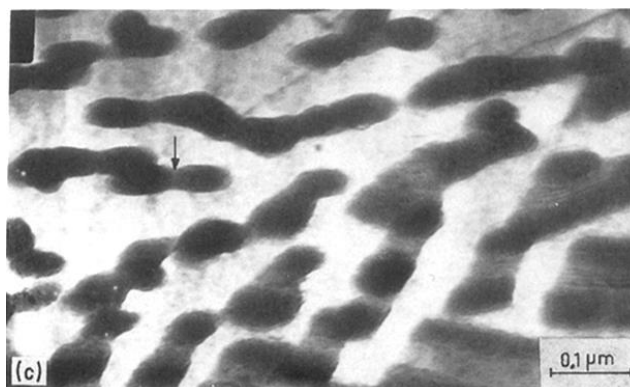
Obr. 2 Schématické znázornění Mullinsovy a Nicholsovy modifikované teorie nestability. (a) karbidická deska (b) na hranách ploch destičky narůstá materiál vlivem rozdílných chemických potenciálů, (c) na zesíleném vnějším okraji dochází k sinusoidálním poruchám, (d) kruhový útvar se rozpadá na menší částice [7]

2.1.3 Teorie tepelného reliéfu

Teorie tepelného reliéfu, tedy štěpení hranic, předpokládá, že se cementitické desky rozpadají difúzním mechanismem podél svých hranic subzrn [7]. Štěpení hranic je důsledkem přítomnosti sub-hranic, které vznikají buď v důsledku rekrystalizace deformované lamelární struktury, nebo procesů s fázovými přeměnami (přeměna austenitu na perlit). Hranice pak tvoří křivky trojných bodů na rozhraní mezi feritem a cementitem. Při rovnováze povrchových napětí v trojném bodu se hranice zrna v cementitické destičce změně v zakřivenou vpadlou drážku [9]. Zakřivení této drážky má za následek rozdíl v chemickém potenciálu, jak uvádí Gibbsova-Thompsonova rovnice (1)(2) [11]. Rozdíl mezi chemickými potenciály pak vede k difúzi materiálu z drážky, a tedy k jejímu rozšiřování. Drážka se pak rozšiřuje, až se deska rozpadne na menší částice. Pokud je úhel drážky (2Φ) v trojném bodu ($2 \cos\Phi = \gamma_b/\gamma_s$ povrchové napětí mezifázového rozhraní γ_b a povrchové napětí hranic subzrn γ_s) menší než π , pak dojde ke štěpení hranic (Obr. 3) [9].



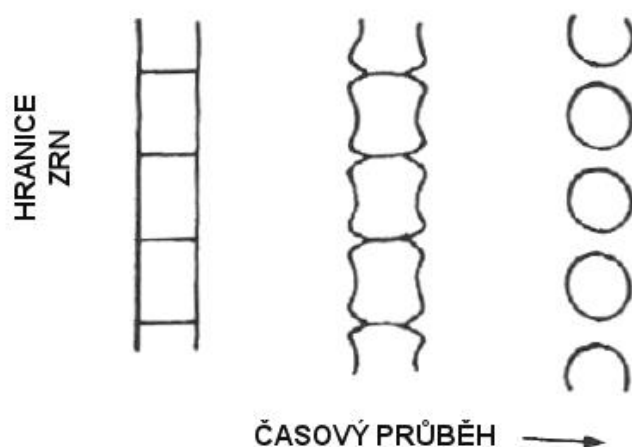
Obr. 3 Ilustrace procesu štěpení hranic. (a) Bilance povrchového napětí mezifázového rozhraní v trojném bodu
(b) Rozdělení desky způsobeno přítomností vnitřních hranic subzrn [9]



Obr. 4 TEM snímek. Šipka znázorňuje trojný bod [13]

Na Obr. 4 je zobrazena struktura normalizované středně uhlíkové oceli, kde je šipkou znázorněn trojný bod [13].

Na Obr. 5 je znázorněn rozpad desky podle teorie tepelného reliéfu [7]. Schematické vyobrazení v levé části Obr. 5 ukazuje cementitickou desku, v níž se nachází několik hranic subzrn. S přibývajícím časem (směrem doprava) se hranice subzrn tvořené trojnými body začínají rozšiřovat a oddělovat. Pravá část Obr. 5 pak ukazuje konečné sferoidizované karbidy vzniklé rozšířením a rozpadem podél hranic subzrn [7].

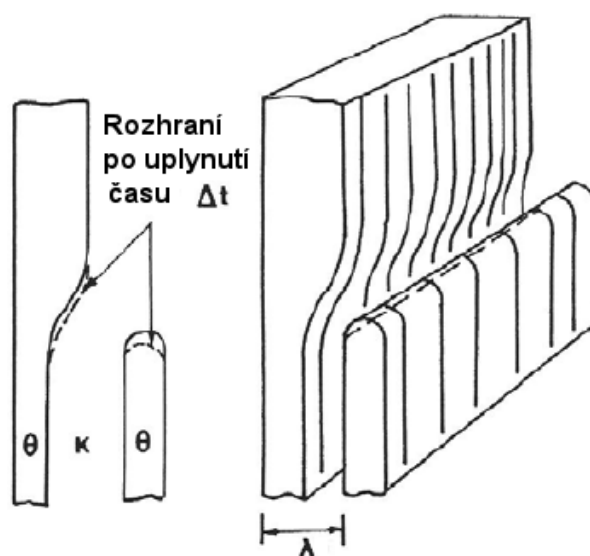


Obr. 5 Schématické znázornění mechanismu rozpadu částic při sferoidizaci podle teorie tepelného reliéfu [7]

Tvorbu hranic podporuje deformace materiálu za studena před či během sferoidizace. Pravidelně rozložené dislokace vzniklé v průběhu deformace pak představují krátké difúzní dráhy. Dislokace rozložené v pravidelných vzdálenostech na rozhraní popsal Chattopadhyay, ale nezjistil žádnou vnitřní dislokační strukturu v deformovaných cementitických deskách, která by podporovala představu o rozpadu podél hranic subzrn [12]. Tian a Kraft však v cementitických deskách pozorovali různé pásy ve struktuře, např. série vrstevných chyb. Tyto poruchy mohou umožňovat vznik subzrn, na kterých se pak projeví mechanismus tepelného reliéfu [7][8].

2.1.4 Teorie migrace poruch

Teorie migrace poruch se namísto jediné desky zabývá řadou střídavě uspořádaných desek. Podle teorie migrace poruch vzniká chemický potenciál v důsledku blízkosti zakřiveného konce jedné desky a rovného povrchu desky sousední. Vytváří se tak termodynamická hnací síla difúze [7][9]. Ze zakřiveného konce desky bude materiál ubývat, následkem čehož se bude zvětšovat tloušťka ploché části sousední desky. Teorie migrace poruch je schematicky znázorněna na Obr. 6 [7]. Na Obr. 6 jsou sousedící cementitické destičky. Konec destičky ležící vpravo je posunut oproti destičce vlevo. Plošší povrch levé destičky bude následkem rozdílných chemických potenciálů růst na úkor zaobleného konce destičky vpravo. Tian a Kraft navrhli teorii migrace poruch rozšířit tak, aby počítala nejen se sousedními lamelami, ale i s jinými poruchami uvnitř cementitické lamely [7].

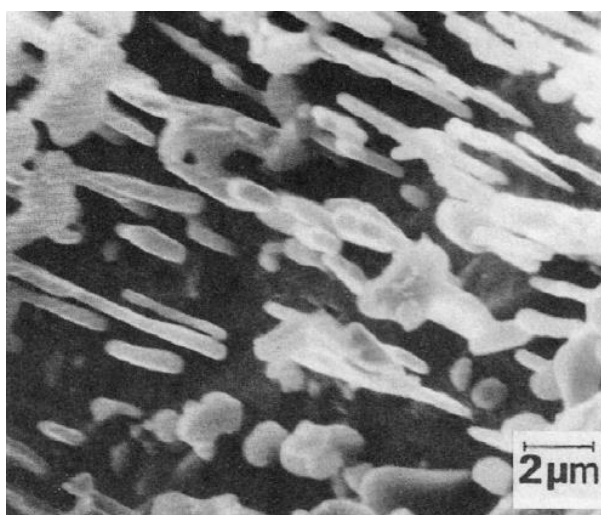


Obr. 6 Schématické znázornění mechanismu rozpadu částic při sferoidizaci podle teorie migrace poruch [7]

2.1.5 Teorie kombinovaných mechanismů

Tian a Kraft navrhli hypotézu, podle které v raných fázích sferoidizace dochází k rozpadu desek s trhlinami podle teorie tepelného reliéfu, hlavní střední části procesu sferoidizace dominuje tloušťnutí desek a zmenšování otvorů a prasklin podle teorie migrace poruch, a na konci nastává rozpad válcových tyčinek podle Rayleighova modelu nestability.

Obr. 7 dokládá přítomnost těchto válcových tyčinek v eutektické oceli o vysoké čistotě [7]. Chattopadhyay však předpokládá, že celý proces probíhá podle Mullinsovy a Nicholsovy modifikované teorie nestability [12].



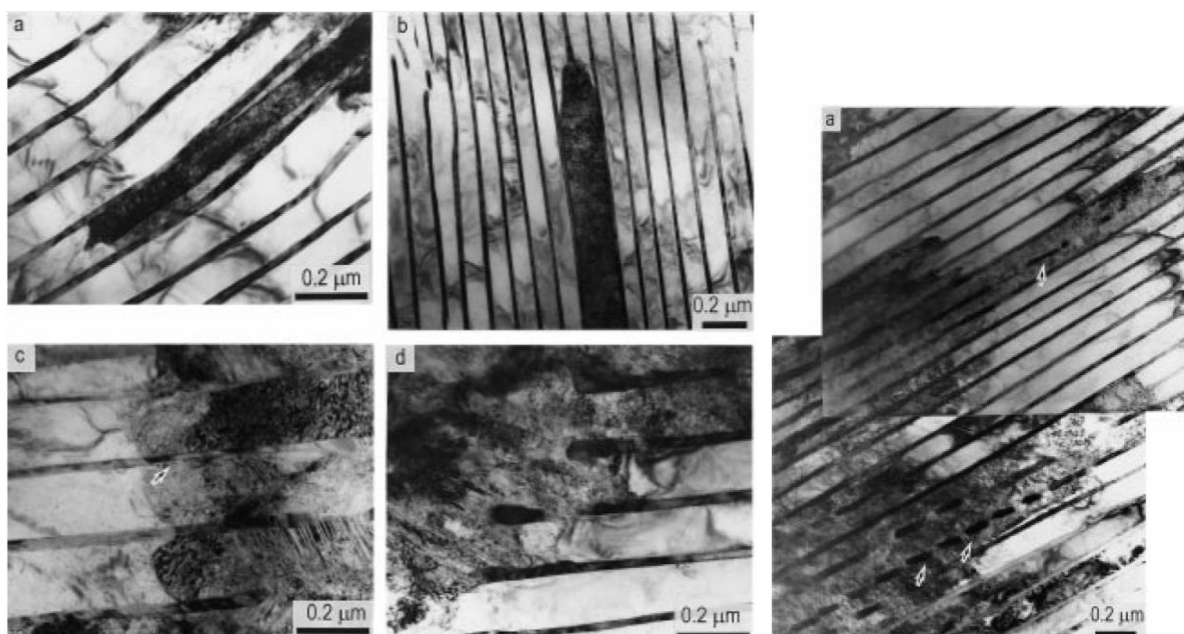
Obr. 7 Válcové částice cementitu vykazující stopy mechanismu podle Rayleighovy teorie nestability ve vysoce čisté eutektické oceli sferoidizované při teplotě 700°C po dobu 100 hodin [7]

Zohlednění rychlých nerovnovážných dějů při procesu sferoidizace způsobených fázovou transformací je uvedeno v následujících kapitolách věnovaných austenitizaci perlitu a následné rozdělené eutektoidní transformaci.

2.1.6 Sferoidizace při austenitizaci perlitu

Austenitizace perlitu spočívá v přeměně feritických lamel na austenit za současného rozpouštění lamel cementitu. Tento děj je řízen difúzí uhlíku a u legovaných ocelí ovlivňuje jeho kinetiku i difúze legujících prvků. K nukleaci austenitu dochází nejčastěji na hranicích perlitických kolonií.

Při rychlém ohřevu materiálu dochází k nukleaci i růstu austenitu za teplot výrazně vyšších než je rovnovážná teplota A_1 . Shtansky a kolektiv [14] popisují ve své práci austenitizaci nízkolegované chromové oceli s 0,95 % C, 2,61 % Cr, 0,03 % Si, 0,02 % Mn. Po rychlém ohřevu na teplotu v rozmezí 800-870°C byla studována morfologie rozhraní austenit-perlit a morfologie rozpouštějících se cementitických lamel. Byly pozorovány tři odlišné morfologie cementitických lamel (A, B, C) v blízkosti rozhraní ferit-austenit. Cementitické lamely A zůstaly téměř nerozpuštěny i poté, co okolní ferit byl plně přeměněn na austenit (Obr. 8 a, b). Cementitické lamely B se dokonale rozpustily v austenitu již těsně za postupujícím rozhraním austenit-ferit (Obr. 8 d). Cementitické lamely C se za postupujícím rozhraním ferit-austenit rozpadaly na řadu globulárních nebo tyčinkovitých částic (Obr. 9).



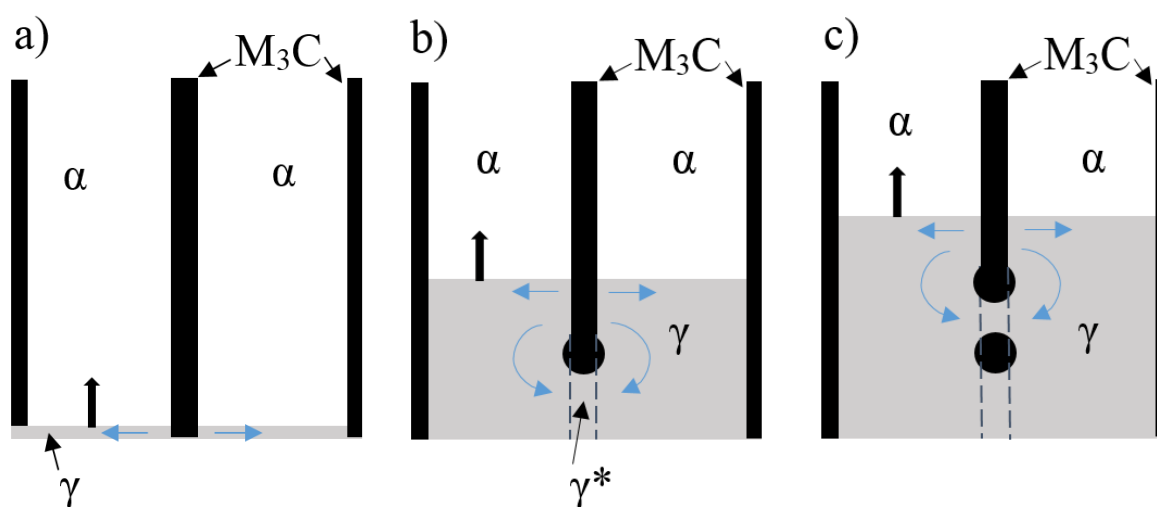
Obr. 8 TEM – austenitizace perlitu po ohřevu na 800°C s různým časem na teplotní výdrži: a) 8 s; b) 20 s; c) 10 s; d) 20 s [14]

Obr. 9 TEM – austenitizace perlitu po ohřevu na 800°C s teplotní výdrží 20 s [14]

Dominantní bylo rozpouštění cementitických lamel z jejich hran. Rozpouštění z jejich bočních ploch probíhalo při austenitizaci znatelně pomalejší rychlostí. Stabilita cementitických lamel i po austenitizaci perlitického feritu je vysvětlena jako důsledek stabilizace cementitu chromem. Vysoký obsah chromu v cementitu, který dosahoval až 15 %, způsobil, že rozpouštění cementitické lamely nebylo řízeno pouze difúzí uhlíku, ale i difúzí chromu [14]. Difuzivita chromu v austenitu je řádově menší než difuzivita uhlíku [15]. Z tohoto důvodu chrom funguje jako stabilizátor cementitu, čili je zpomalen jeho rozpouštění.

Na Obr. 10 je znázorněn postup rozhraní austenit-ferit kolem cementitické lamely, která prochází procesem fragmentace při částečném jejím rozpouštění. Obr. 10 a) znázorňuje cementitickou lamelu obklopenou lamelami feritu. Rozhraní austenit-ferit se nachází u hrany lamely. Při postupu rozhraní austenit-ferit dochází k rozpouštění lamely přednostně z její hrany

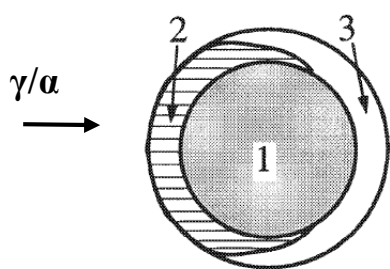
(Obr. 10 b). Při tom vzniká v místě rozpuštěné cementitické lamely oblast austenitu s vysokou koncentrací chromu (γ^*). Uhlík z místa rozpuštěné lamely difundoval do austenitu a směrem k rozhraní austenit-ferit a umožnil tak postup tohoto rozhraní. Chrom díky své řádově nižší difuzivitě zůstal na místě, kde před tím byla původní cementitická lamela. Díky postupu rozhraní austenit-ferit je nově se tvořící austenit (γ) v kontaktu s plochou cementitické lamely a zároveň austenit obohacený chromem (γ^*) tvoří rozhraní s rozpouštějící se hranou cementitické lamely. Mezi rozhraními cementit- γ a cementit- γ^* existuje výrazný spád aktivity uhlíku. Na rozhraní cementit- γ je aktivita uhlíku zhruba o dva řády vyšší a dochází proto k difúzi uhlíku z tohoto rozhraní z boku lamely ke hraně lamely k rozhraní cementit- γ^* . Zároveň je potřeba pro další postup rozhraní austenit-ferit, aby proběhla difúze uhlíku z boku lamely k tomuto rozhraní. To vytváří zúžení lamely. Při dalším postupu rozhraní se tento postup opakuje a vytváří se sled těchto zúžených míst (Obr. 10 c). V perlitu je pak možné pozorovat řádku částic globulárního nebo tyčinkového tvaru za rozhraní austenit-ferit (Obr. 9).



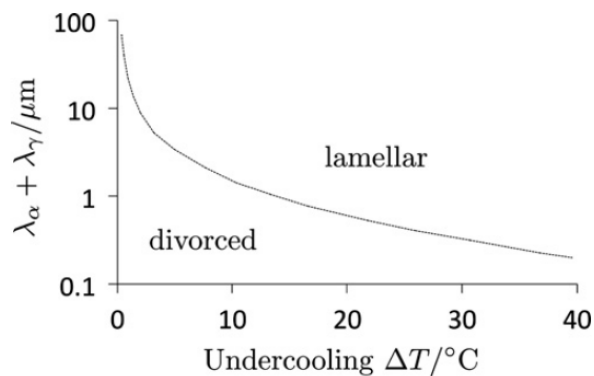
Obr. 10 Postup rozhraní austenit-ferit v perlitu (γ – austenit, α – ferit, M_3C – cementit, γ^* - austenit v místě, kde byl cementit, difúze uhlíku \rightarrow) [14]

2.1.7 Mechanismus rozdělené eutektoidní transformace

Pokud se ocel ohřeje do fázové oblasti austenitu a cementitu ($\gamma + \theta$), přítomnost dostatečného množství cementitických částic v austenitické matici může zabránit vzniku lamelárního perlitu a dojde při ochlazení k rozdělené eutektoidní transformaci. Tato přeměna se vyznačuje tím, že nevzniká lamelární perlit, ale uhlík rozpuštěný v austenitu je při přeměně austenitické matrice na ferit vyloučen jako cementit na již existujících cementitických částicích (Obr. 11). Rozdělená eutektoidní transformace se vyskytuje při vhodné kombinaci velikosti cementitických částic a velikosti podchlazení pod teplotou A_{e1} (Obr. 12). Atomy uhlíku musí mít dostatečný čas k tomu, aby mohly v blízkosti postupujícího fázového rozhraní ferit-austenit difundovat k cementitickým částicím [16]. Na Obr. 11 je znázorněna původní cementitická částice, která je označena jako 1. Rozhraní austenit-ferit (γ/α) postupuje zleva, částice roste do oblasti značené 2, a pokud přejde toto rozhraní přes původní částici 1, proběhne difúze uhlíku zpět k částici a to v nově vzniklé feritické matici se zaplněním oblasti označené 3 [17]. V případě, že rychlost postupu fázového rozhraní ferit-austenit je příliš velká, dojde ke vzniku lamelárního perlitu, protože uhlík nemá dostatek času difundovat do již existujících částic cementitu [16].

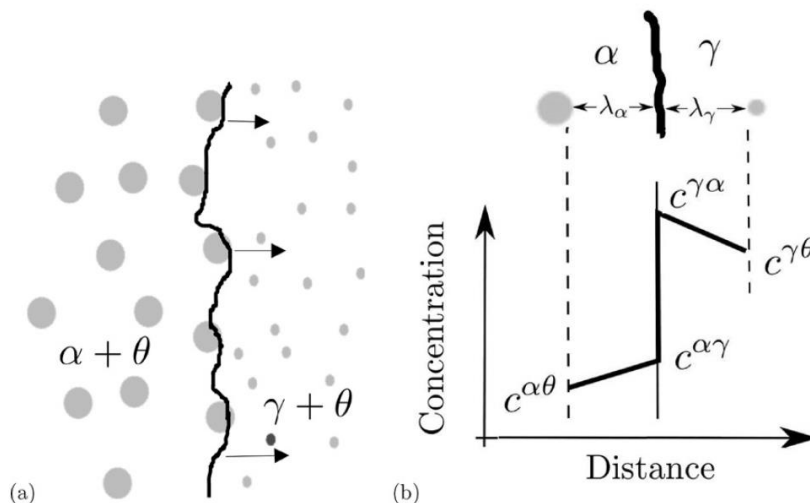


Obr. 11 Předpokládaná změna tvaru částice po rozdělené eutektoidní transformaci [17]

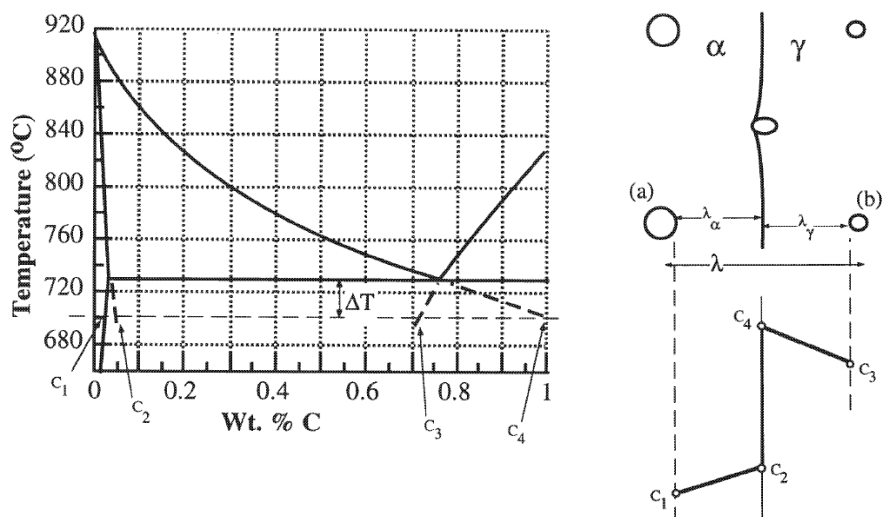


Obr. 12 Rozdělená eutektoidní transformace – pomalé podchlazení a jemné karbidy ve struktuře [16]

Na Obr. 13a je schematicky znázorněn postup rozhraní ferit-austenit. Při postupu rozhraní dochází ke zvyšování koncentrace uhlíku v austenitu před tímto rozhraním, což vyústí v difúzi uhlíku k cementitickým částicím v austenitu. Koncentrace na fázových rozhraních znázorněných na Obr. 13b jsou získány protažením hranic oblastí feritu a austenitu v diagramu Fe-Fe₃C pod teplotu A₁ na teplotu rozdělené perlitické transformace (teplotu podchlazení) (Obr. 14) [17].



Obr. 13 a) Mechanismus rozdělené perlitické transformace směsi austenitu (γ) a jemného cementitu (θ)
b) Schematické znázornění koncentrace uhlíku [16]



Obr. 14 Protážení hranic v diagramu Fe-Fe₃C a koncentrace uhlíku [17]

V literatuře [18] autoři experimentálně zkoumali různé teploty austenitizace a rychlosti ochlazování pro ocel 102Cr6 (1,03 % C; 0,3 % Mn; 0,23 % Si; 1,28 % Cr). Rozdělená eutektoidní transformace naprosto dominovala při austenitizačních teplotách 830°C a nižších a rychlostech ochlazování maximálně 500°C/h.

V literatuře Shepelyakovskii a kol. [19] byla experimentálně zkoušena teplota austenitizace v rozmezí 820 až 880°C u oceli 102Cr6 (1 % C; 0,26 % Mn; 0,3 % Si; 1,37 % Cr). Cílem bylo austenitizovat celý objem materiálu tak, aby v austenitické matici zbylo dostatečné množství jemných nerozpuštěných karbidů. Jako optimální byla nalezena austenitizace na teplotě 850°C po dobu 30 sekund. Následně byl materiál rychle ochlazen na teplotu izotermické výdrže, která se pohybovala od 700 do 500°C. Na této teplotě byla teplotní výdrž až do doby ukončení perlitické transformace. V Tab. 1 jsou vidět inkubační doby trvání vlastní přeměny a výsledná tvrdost materiálu v závislosti na teplotě izotermické výdrže. Výsledná mikrostruktura byla tvořena feritickou maticí a cementitickými částicemi globulárního či protáhlého tvaru.

Tab. 1 Inkubační doby přeměny s tvrdostí oceli 102Cr6 v závislosti na teplotě izotermické výdrže [19]

Izotermická výdrž [°C]	Inkubační doba přeměny [s]	Čas kompletní transformace [s]	Tvrdost HB
700	80	3600	217
680	40	1020	223
640	18	300	293
600	8	120	285
550	4	60	293
500	6	90	341

2.2 Ostwaldovo zrání

Proces Ostwaldova zrání spočívá v růstu velkých částic na úkor zániku malých částic a hybnou silou je snížení celkové mezifázové energie. Kvantitativní popis je dobře známý díky Lifshitzovi a Slyozovi [20] a Wagnerovi [21], a je nazýván „LSW“ teorie [22]. Podle teorie LSW, průměrný rozměr částic se lineárně zvyšuje s třetí odmocninou času. LSW je teorie,

ve které vývoj precipitátů probíhá prostřednictvím jejich difúzního vzájemného působení s koncentračním polem rozpuštěné látky. Pokud uvažujeme kulovité částice precipitátů, koncentrace rozpuštěné složky v matici na rozhraní precipitát-matrice je dána Gibbs-Thomsonovým vztahem (1)(2) [11]. Vývoj daných precipitátů je výsledkem rovnováhy mezi Gibbs-Thomsonovou koncentrací a střední koncentrací rozpuštěné látky v okolní oblasti. Existuje vždy rádius, zvaný kritický rádius, ve kterém tyto koncentrace mají přesně stejné hodnoty, a výsledkem je, že precipitáty s tímto rozměrem nerostou nebo se nerozpouštějí. Precipitáty s větším než kritickým rádiusem porostou, zatímco ty menší se rozpustí [23][12].

Výzkumem bylo zjištěno, že po rozpadu šedesáti procent cementitu na kulovité částice je dominantním procesem Ostwaldovo zrání [12][13]. Ostwaldovo zrání je proces, při němž větší kulovité útvary rostou na úkor menších. Hnací silou Ostwaldova zrání je snížení celkové povrchové energie systému při zachování rovnovážného objemového podílu karbidů [24]. Malé částice mají velký poměr povrchu k objemu, kdežto u větších částic je tento poměr menší. Vliv velikosti částice na chemickou aktivitu uvádí opět Gibbsova – Thompsonova rovnice (2). Podle této rovnice lze vypočítat kritickou velikost částice, při které nebude docházet ani k jejímu růstu, ani k rozpouštění. Za předpokladu, že koncentrace (C_i) přibližně odpovídá aktivitě (a_i) a že koncentrace na rozhraní C_e se rovná koncentraci v matici C_m , se dosazením těchto hodnot do Gibbsovy-Thompsonovy rovnice (2) získá vztah

$$\ln \frac{C_m}{C_e} = \frac{2\gamma\mathcal{W}_m}{RT r_{crit}} \quad (3)$$

Řešením rovnice (3) pro kritický poloměr je

$$r_{crit} = \left(\frac{2\gamma\mathcal{W}_m}{RT} \right) \left(\ln \frac{C_m}{C_e} \right)^{-1} \quad (4)$$

S růstem teploty poroste i rovnovážná koncentrace C_e , čímž se bude zvyšovat i kritický poloměr [10].

Za předpokladu, že je rychlost hrubnutí řízena reakcí na rozhraní cementitu a feritu, Lifshitz-Wagner-Greenwoodova teorie stanovuje kvadratickou závislost poloměru podle rovnice

$$r^2 - r_o^2 = \frac{8\gamma\Omega D k C_e}{9RT} * t \quad (5)$$

kde r je poloměr částice, r_o je počáteční poloměr částice, γ je povrchová energie, Ω je atomový objem částice, D je difúzní koeficient, k reakční konstanta rozhraní, C_e rovnovážná koncentrace uhlíku ve feritu, R je plynová konstanta, T teplota a t je čas [25]. Atasoy a kol. uvádějí, že to může být tato reakce na rozhraní, která určuje rychlost Ostwaldova zrání během sferoidizace [13].

Má-li být rychlost hrubnutí řízena difúzním mechanismem, pak Lifshitz-Wagner-Greenwoodova teorie udává mocninou závislost na poloměru

$$r^3 - r_o^3 = \frac{8\gamma\Omega D C_e}{9RT} * t \quad (6)$$

Podle řady autorů je právě difúze řídicím mechanismem Ostwaldova zrání během sferoidizace [25][26][8].

3 Činitele ovlivňující sferoidizaci karbidů

Mezi hlavní činitele, které ovlivňují proces sferoidizace karbidů v ocelích, patří: mechanická deformace, stav výchozí mikrostruktury, koncentrace vakancí a dalších mikrostrukturních poruch. Změny těchto parametrů mají vliv na průběh difúze v oceli. Protože se sferoidizace pokládá za proces řízený difúzí, všechny vlivy, které difúzi urychlují, budou zkracovat i dobu tepelného nebo termomechanického zpracování s cílem dosažení sferoidizované struktury.

3.1 Difúze

Sferoidizace je proces řízený difúzí, ale dosud není zcela jasné, který z difúzních procesů řídí jeho rychlost. Většina autorů tvrdí, že řídicím mechanismem určujícím rychlost procesu je difúze železa v matici železa [25][26]. Další autoři prosazují názor, že rychlost procesu závisí na difúzi železa na rozhraní železo-uhlík [13]. Všichni autoři se však shodnou na tom, že do jisté míry je řídicím faktorem právě difúze železa. V Tab. 2 jsou uvedeny aktivační energie různých řídicích procesů souvisejících s difúzí železa. Tian a kol. experimentálně zjistili hodnoty aktivační energie v rozmezí 210-315 kJ/mol (50-75 kcal/mol), z čehož odvodili, že řídicím procesem je objemová difúze atomů železa v železe [26]. Další autor Atasoy však experimentálně zjistil hodnoty aktivace v okolí 170 kJ/mol (40 kcal/mol), což ho vedlo k domněnce, že rychlost je řízena difúzí železa po hranicích zrn [13]. Chattopadhyay [12] navrhl výpočet efektivního difúzního koeficientu uhlíku se zahrnutím difúze železa podle

$$x_c D_c^{eff} = \frac{x_c D_c x_{Fe} D_{Fe}}{\left(\frac{V_{Fe3C} - 3V_{Fe}}{V_{Fe}} \right)^2 x_c D_c + x_{Fe} D_{Fe}} \quad (7)$$

kde x_c a x_{Fe} jsou molární zlomky uhlíku a železa, D_c a D_{Fe} jsou jejich difúzní koeficienty a V_{Fe3C} a V_{Fe} jsou molární objemy cementitu a železa. Rovnice bere v potaz to, že tloušťka cementitické destičky musí růst a rozhraní s feritem se musí posouvat, aby vznikl prostor pro nový cementit [12].

Tab. 2 Aktivační energie železa a uhlíku [26]

Soustava	Aktivační energie kJ/mol (kcal/mol)
Objemová difúze Fe v Fe	254-268 (60,7-64,0)
Difúze Fe po hranicích zrn	167-174 (40,0-41,5)
Objemová difúze C v Fe	80-84 (19,2-20,1)

Tvorba sferoidizovaných částic cementitu byla pozorována podél bývalých perlitických lamel. Podle Chattopadhyay a Sellars [12], přebytek vakancí (bodových poruch), které vznikají během deformace, podporuje difúzi uhlíku, a to zejména v blízkosti ohybu lamely, které jsou charakteristické pro deformovaný perlit [27][28]. Důležitým faktorem pro zrychlený proces sferoidizace může být lokální rozdíl mezi koncentracemi rovnovážného uhlíku ve feritu v blízkosti povrchu deformované lamely s různými poloměry zakřivení, podle Gibbs-Thompsonovy rovnice [11]. Jak bylo uvedeno v [11][29][30], rovnovážná koncentrace uhlíku ve feritu v okolí lamel s malým poloměrem zakřivení je vyšší než s větším. Po velké deformaci perlitu mnohé dislokační ohyby lamely se vyskytují u malých poloměrů, a tak rovnovážná

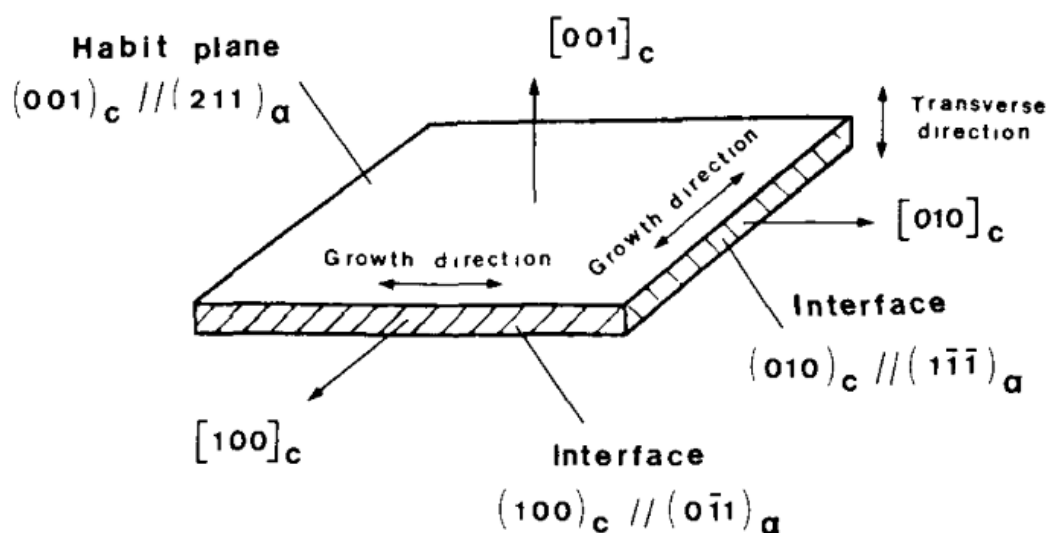
koncentrace uhlíku ve feritu blízko dislokačního ohybu je vyšší ve srovnání s téměř plochými částmi lamel. Spolu s vysokou hustotou vady vede difúze uhlíku k rychlému rozpuštění ohybu lamel a současnému ukládání uhlíku v rovinné lamele cementitu [31].

3.2 Koncentrace vakancí

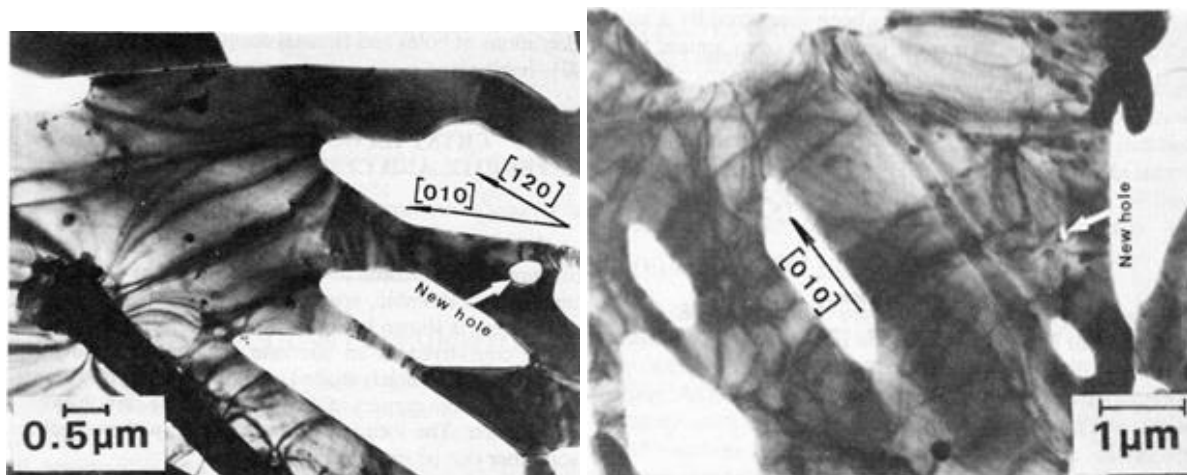
Vakance hrají v difúzi železa klíčovou roli. Nárůst koncentrace vakancí železa v důsledku vyšší teploty tepelného zpracování může urychlit kinetiku sferoidizace. Mechanickým ovlivněním materiálů během sferoidizačního žíhání se zvyšuje koncentrace vakancí. Deformace vede k nárůstu koncentrace vakancí železa a může urychlit autodifúzi v železe [12]. Urychlením autodifúze železa lze urychlit i kinetiku sferoidizace.

3.3 Další poruchy

Kinetiku rozpadu na základě migrace poruch mohou podporovat dvě významné poruchy cementitu: 1) zalomený či zakřivený tvar lamel 2) otvory. Zalomené či zakřivené lamely mohou vzniknout následkem změny směru růstu během přeměny austenitu na perlit. Při růstu perlitické lamely se může směr růstových rovin měnit v reakci na termodynamické poruchy. Tato změna směru pak znamená, že již nerostou ve směru a rovině habitu s nejnižší energií (Obr. 15). Lamely se pak postupně vrací ke své orientaci habitu, což vede k jejich zalomenému či zakřivenému tvaru. Záhyby pak představují nejen zakřivené povrchy vyvolávající rozdíl v chemickém potenciálu, ale fungují i jako zárodky dalších vad. Otvory v cementitu je obtížné nalézt pomocí konvenčních metalografických metod, protože se na běžných snímcích jeví jako zakončení lamel. Pouze v případě, že je ferit zcela odleptán a zůstanou trojrozměrně uspořádané cementitické desky, lze otvory správně určit [7]. Na Obr. 16 je typický otvor v cementitické desce. Je patrné zakřivení v okolí otvoru, který může vyvolat gradient chemického potenciálu s následkem difúze a rozpadu cementitu. Na Obr. 16 je rovněž patrné, že otvor má v cementitické mřížce preferenční krystalografickou orientaci [010] a [120] [7].

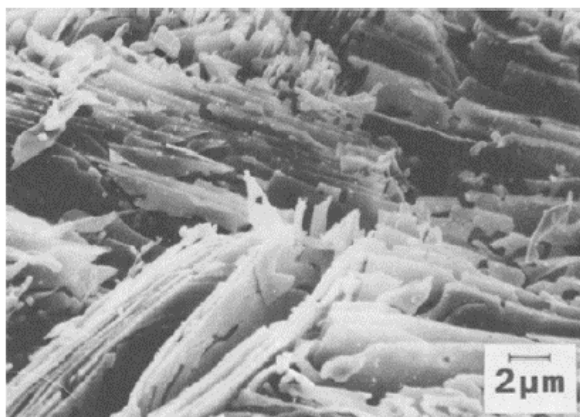


Obr. 15 Krystalografický vztah mezi feritem a cementitem v perlitu [7]

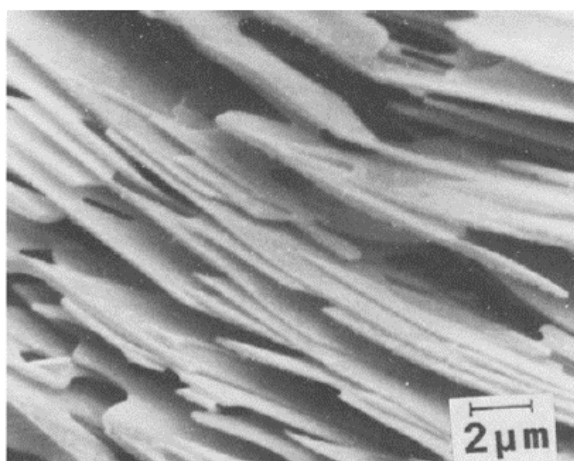


Obr. 16 TEM - Růst dutin a trhlin v cementitické desce eutektické oceli s vysokou čistotou vykazují přednostní krystalografickou orientaci [7]

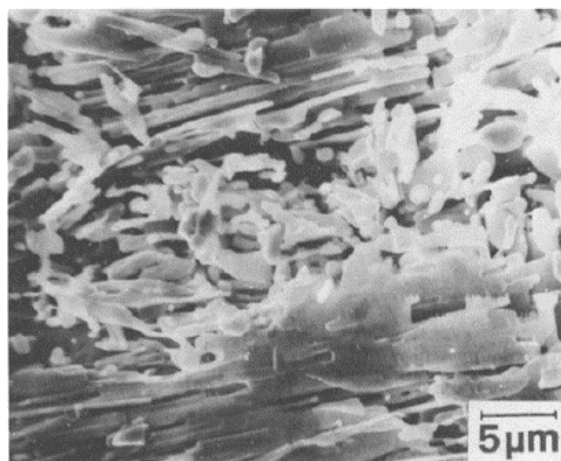
Na následujících metalografických snímcích pořízených na řádkovacím elektronovém mikroskopu (SEM) je vidět tvar lamel cementitu během procesu sferoidizace. Na Obr. 17 je zobrazena výchozí struktura cementitických desek nesferoidizovaného perlitu v eutektické oceli o vysoké čistotě. Je zajímavé, že většina otvorů se zdá být orientována podle prioritní krystalografické orientace. Obr. 18 ukazuje, že otvory rostou a expandují v počáteční fázi sferoidizace (žihání při 700 po dobu 3 hodin). Obr. 19 je mikrostruktura po 10 hodinách sferoidizace. Ukazuje se, že růst otvorů se uskutečňuje opět podél společné orientace, a že propojení mezi těmito otvory vedlo k rozpadu velkých cementitických desek do menších. Po 30 hodinách žihání, většina cementitických desek je rozbitých na relativně malé kousky, nebo na dlouhé úzké pásy (Obr. 20). Na Obr. 21 je zobrazena struktura po 100 hodinovém žihání. Pásy cementitu se postupně vyvinuly do válcovitého tvaru a některé z nich se dělí na řadu sferoidizovaných globulárních karbidů [7].



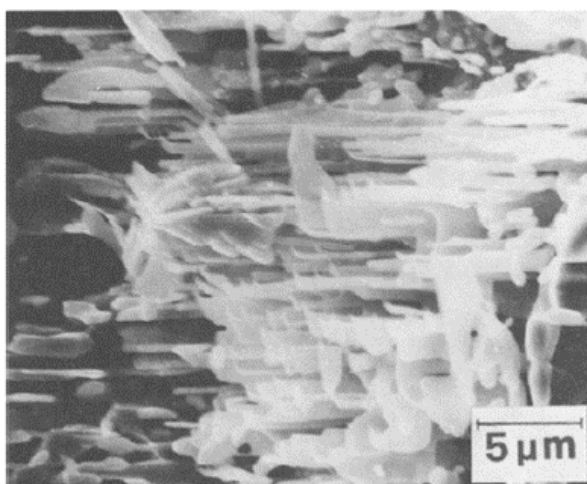
Obr. 17 Mikrostruktura původních cementitických lamel před sferoidizací ve vysoce čisté eutektoidní oceli [7]



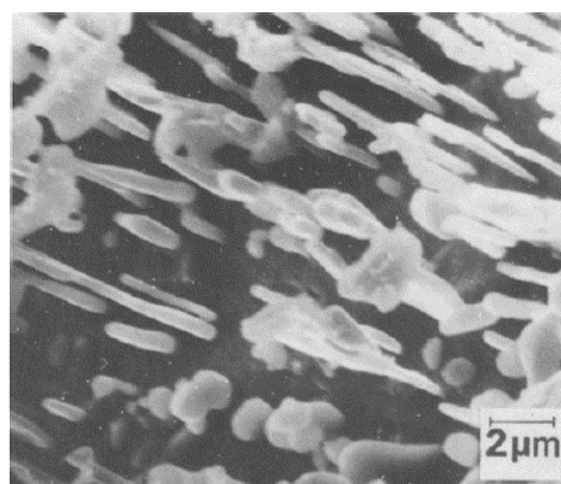
Obr. 18 Mikrostruktura cementitických lamel po 3 hodinách žhání na 700 °C [7]



Obr. 19 Mikrostruktura cementitických lamel po 10 hodinách žhání na 700 °C [7]



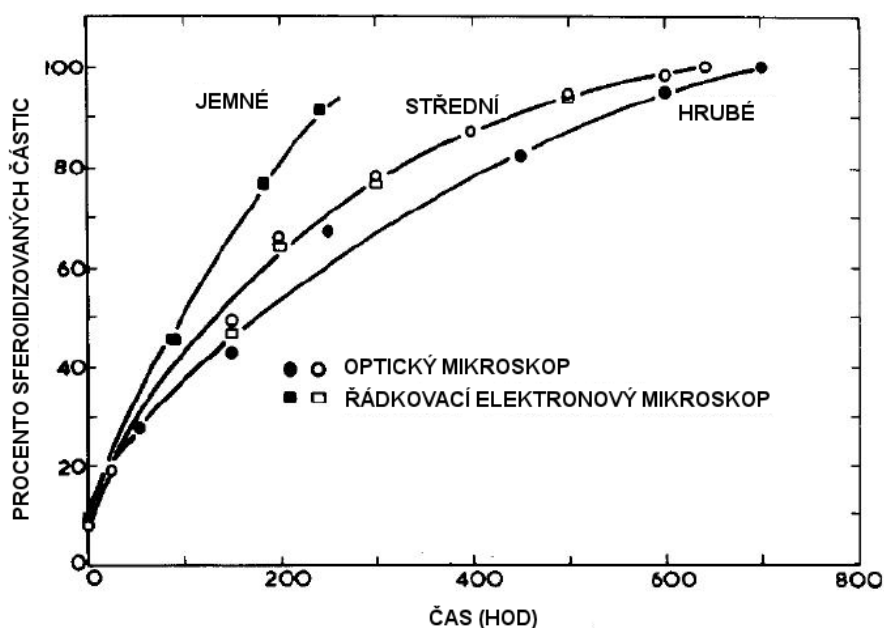
Obr. 20 Mikrostruktura cementitických lamel po 30 hodinách žhání na 700 °C [7]



Obr. 21 Mikrostruktura cementitických lamel po 100 hodinách žhání na 700 °C [7]

3.4 Výchozí mikrostruktura

Je obecně známo, že sferoidizace jemného perlitu probíhá rychleji, než u perlitu hrubého. Jemný perlit má kratší difúzní dráhy, a proto je jeho sferoidizace rychlejší než u struktury hrubozrného perlitu [13][32][33]. Obr. 22 uvádí doby sferoidizace pro perlitické struktury s různými vzdálenostmi strukturálních prvků. Je zřejmé, že sferoidizace jemného perlitu v eutektoidní oceli proběhla za dobu mírně delší než 300 hodin, kdežto u hrubého perlitu v eutektické slitině došlo ke sferoidizaci po téměř 700 hodinách [32]. Karadeniz porovnával sferoidizaci normalizované perlitické struktury v oceli AISI 4140 se sferoidizací martenzitické mikrostruktury v téže oceli AISI 4140. Kulovité karbidy precipitovaly v martenzitické struktuře oceli velmi rychle a ta měla následně vyšší hodnoty deformace do lomu, než normalizovaný materiál. Hodnoty Brinellovy tvrdosti u plně sferoidizovaného materiálu z výchozího martenzitického a perlitického stavu se jen velmi málo lišily [8][33].



Obr. 22 Doby sferoidizace pro perlit s malou, střední a velkou mezilamelární vzdáleností v uhlíkové oceli s obsahem uhlíku blízkém eutektoidní úrovni žíhané při 700°C [32]

3.5 Mechanická deformace

Existuje velké množství literárních prací, které dokládají příznivý vliv deformace na sferoidizaci karbidů. Vložení intenzivní plastické deformace výrazně urychluje sferoidizaci cementitických lamel ve srovnání s žíháním bez deformace [34][35]. Příznivý účinek deformace lze pozorovat při aplikování téměř libovolné deformace. Jsou však vysledovány souvislosti mezi teplotou deformace, velikostí a rychlostí deformace na jedné straně a mírou sferoidizace na straně druhé. Následující odstavce popisují vliv uvedených parametrů deformace na podíl sferoidizované struktury a případně na další mikrostrukturní charakteristiky.

3.5.1 Vliv teploty deformace na sferoidizaci

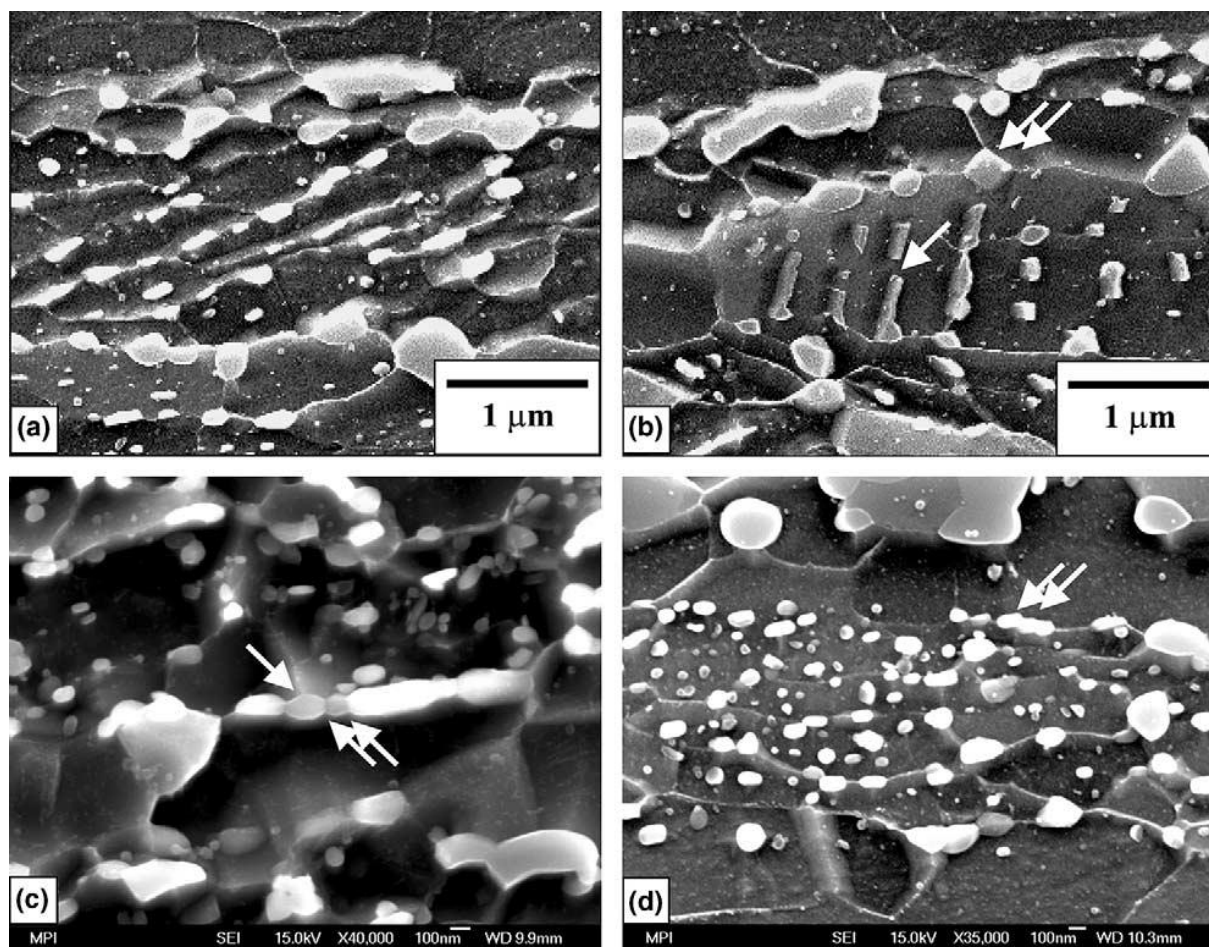
Je dobře známo, že deformace oceli za nižších teplot vede k tvorbě vyšší hustoty defektů, především ve formě dislokací, než deformace za vyšších teplot [35]. Jinými slovy, více deformační energie bylo uloženo ve vzorcích deformovaných při nižší teplotě.

Literatura [36] popisuje, jak u nízkouhlíkové nelegované konstrukční oceli RSt37-2 ve stavu po tažení za studena s lamelární morfologií cementitu byly provedeny experimenty pro sferoidizaci karbidů při různých teplotách deformace. Jednalo se o teploty 700, 720, 740 a 760°C. Rychlost ohřevu byla 30°C/s. Na teplotě ohřevu byla provedena prodleva 10, resp. 100 sekund. Těsně před začátkem volného ochlazování na vzduchu byla provedena dvojnásobná inkrementální deformace tlak-tah. Celková logaritmická deformace byla $\varphi = 0,83$. Bylo zjištěno, že při nižších teplotách ohřevu a deformace 700 a 720°C zůstávají perlitické útvary převážně lamelární. Od teploty 740°C byly ve struktuře pozorovány sferoidizované karbidické útvary, podíl sferoidizované struktury byl v tomto případě výrazně vyšší. Deformace ve všech případech spustila zotavovací procesy a ve struktuře vznikala subzrna v deformovaných feritických zrnech [36]. V případě zvolené teploty 700°C a inkrementální deformace tah-tlak o hodnotě $\varphi = 2,1$ došlo ke zjemnění feritické matrice a vyřádkování struktury. Struktura však nebyla sferoidizovaná. Vložení teplotní prodlevy 500 sekund po vnesené deformaci způsobilo sferoidizaci karbidů, zhrubnutí feritického zrna a redistribuci cementitu i do feritických zrn [37].

U středně uhlíkové oceli s obsahem uhlíku 0,36 % C, 0,53% Mn, 0,22% Si, 0,011% P a 0,002% S byly zkoumány režimy, které se skládaly z deformace (skutečná 0,3) při teplotě 900°C a následného chlazení rychlostí mezi 2 a 20°C/s [31]. Další deformace byla vložena při 600-710°C, a to pomocí vícezkrokové deformace, 4x 0,4 s mezičasem 0,5 sekundy. Následovala simulace navíjení při stejných teplotách 600-710°C. Sferoidizace cementitu byla při všech teplotách deformace téměř dokonalá, byl sledován spíše vliv na distribuci cementitu do původních feritických oblastí a odpevnění feritického zrna [31].

Fragmentace lamel (Obr. 23b, jedna šipka) v perlitické kolonii s lamelami orientovanými kolmo ke směru válcování může také urychlit sferoidizaci. Fragmenty z původní lamely umístěné na hranici austenitu (viz Obr. 23b, dvojitá šipka) mohou snadno hrubnout kvůli rychlé difuzi podél hranice. Zásadní vliv na sferoidizaci může mít také substruktura perlitických lamel. Jak bylo uvedeno v [30], rozhraní ferit-cementit v kontaktu se subhranicí v cementitické lamele vyvolává rychlé rozpuštění uhlíku, které vede k lokálnímu oddělení lamely (dvojitá šipka v Obr. 23c). Tento pochod popisuje teorie tepelného reliéfu (viz. kapitola 2.1.3).

Začátek sferoidizace cementitických lamel byl také pozorován v sousedství feritických hranic subzrn [38] (viz Obr. 23c, jedna šipka). V tomto případě hranice subzrna usnadňuje ukládání uhlíku do kontaktního místa s lamelou. Tento mechanismus nevyvolává z hlediska sferoidizace karbidů zásadní efekt u ocelí, které byly deformovány za tepla. EBSD studie ukázala, že procesy sferoidizace a přerozdělení cementitu probíhají již v deformovaném feritu, kdy hranice subzrna dosud neexistují. Vzhled typické původní perlitické kolonie na konci sferoidizace je uveden v Obr. 23d. Podél původní hranice lamel může být pozorována feritická hranice s cementitickými řetízky. Ferit mezi řetízky je podlouhlý a patrně deformovaný. Některé cementitické částice mají prodloužený tvar. Na Obr. 23d, dvojitá šipka, je také pozorována sferoidizace posledních zalomených lamel [31].



Obr. 23 Sferoidizace perlitu: (a) cementitické částice podél bývalé lamely, (b) fragmentace lamely (jedna šipka) a fragmenty lamel na hranici austenitického zrna austenitu (dvojitá šipka), (c) posílení vlivu feritické hranice (jedna šipka) a hranice subzrna cementitu (dvojitá šipka) na začátku sferoidizace, (d) bývalá kolonie perlitu (dvojitá šipka ukazuje sferoidizaci z ohybu lamely) [31]

Další literární zdroj [35] ukazoval vliv termomechanického procesu na sferoidizaci vysokouhlíkové oceli s obsahem 1,11 % C, 0,28 % Si, 0,66 % Mn, 0,002 % S a 0,007 % P. Aby bylo možné porozumět vlivu deformace na vývoj sferoidizace, byl nejprve proveden experiment bez deformace. Po austenitizaci na teplotě 1150 po dobu 1 minuty byly vzorky ochlazovány na teplotu 700°C rychlostí 20°C/s, kdy byl austenit v podchlazeném stavu, a dále se vzorky ochlazovaly rychlostí 0,2°C/s na různé teploty až do 600°C, poté následovalo kalení do vody. S klesající teplotou a zvyšující se dobou ochlazování se zvyšovalo množství rozpadlého austenitu. Výsledná struktura byla tvořena lamelárním, nikoliv sferoidizovaným cementitem. Z toho tedy vyplynulo, že je obtížné sferoidizovat vysokouhlíkové oceli pomalým ochlazováním bez vložené deformace [35]. Cílem bylo studovat efekt uložené deformační energie na vývoj sferoidizace. Vzorky byly austenitizovány při teplotě 1150°C po dobu jedné minuty, ochlazený na 700°C rychlostí 20°C/s (austenit), poté nastala deformace a pomalé ochlazování na různé teploty rychlostí 0,2°C/s a následné zakalení do vody. Po té, co byly vzorky deformovány redukcí 60% při teplotě 700°C, ochlazený na 690°C, se velké množství podchlazeného austenitu transformovalo a vzniklo velké množství proeutektoidního cementitu a feritu. Proeutektoidní cementit precipitoval na hranicích austenitických zrn a vytvořil zárodek pro růst cementitických lamel perlitu. Po ochlazení na 690°C stále ještě zbýval malý podíl netransformovaného austenitu. Část cementitických útvarů byla sferoidizována. Velikost cementitických částic byla okolo 30 nm. V průběhu deformace a ochlazování se perlit tvořil podél proeutektoidního cementitu ve všech směrech do vnitřku austenitického zrna, což může

vést ke křížení různých perlitických kolonií ve středu a tedy cementit uprostřed zrna náleží k několika perlitickým koloniím. Jeho tvorba může být zapříčiněna zbytkovým napětím. Efektem zbytkového napětí se tvoří několik perlitických kolonií uvnitř zrna zároveň a nakonec je cementit formován v podobě globulárních částic. Co se týče sferoidizace proeutektoidního cementitu a perlitu, jsou dva mechanismy. První spočívá v tom, že se nejprve austenit transformuje do proeutektoidního cementitu a perlitu v průběhu deformace a potom se cementitické útvary fragmentují pohybem uhlíkových atomů a dislokací v průběhu pomalého ochlazování. Druhým mechanismem je sferoidizace přímo v průběhu deformace [35].

Sferoidizace během deformace nebo při ochlazení po deformaci

Mikrostruktura vzorku austenitizovaného při teplotě 1150°C ochlazovaného rychlostí 20°C/s na teplotu 690°C a deformovaného s redukcí 60% s následným okamžitým zakalením obsahuje rovněž několik cementitických globulí. Velikost těchto částic byla okolo 100 nm, což je větší velikost než při deformaci na teplotě 700°C, ochlazení na 690°C a následném zakalení. U tohoto režimu vznikl cementit nad teplotou 690°C, zatímco při deformaci na 690°C cementit vznikal během deformace nebo během kalení pod teplotou 690°C. V průběhu pomalého ochlazování perlit inklinuje ke sferoidizaci.

Je jisté, že v průběhu deformace se může při určitých podmínkách tvořit cementit v podobě globulí, a že velikost těchto částic není velká. Pokud byl vzorek deformován při 700°C s redukcí 60% následovanou ochlazením na 550°C rychlostí 0,2°C/s, byl obdržena dokonale sferoidizovaný cementit. Tento cementit byl vytvořen z částic cementitu, fragmentovaného proeutektoidního cementitu a perlitu. Kvůli tomu, že vznikaly různé formy cementitu, finální velikost sferoidizovaných cementitických částic nebyla homogenní.

U vzorku, který byl austenitizován při teplotě 1150°C po dobu 1 min., ochlazen rychlostí 20°C/s na 750°C, deformován 60% redukcí s rychlostí deformace 1 s⁻¹, ochlazen na 730°C rychlostí 0,2°C/s, zakalen do vody, bylo vytvořeno pouze malé množství proeutektoidního cementitu. Cementit nebyl sferoidizován. Z porovnání s výsledky s deformací na 700°C a ochlazení na 690°C s rychlostí 0,2°C/s lze vyvodit, že uložená deformační energie a chemická hnací síla hrají důležitou roli při určování tvaru cementitu a v množství transformovaného austenitu. Čím nižší je deformační teplota, tím větší je chemická hnací síla a tím větší deformační energie je uložena ve vzorku. To vše ovlivňuje vývoj sferoidizace [35].

S poklesem deformační teploty se chemická hnací síla a uložená deformační energie zvyšují a v průběhu deformace se odehrává více perlitické transformace. Z experimentu, kdy deformace byla realizována při různých teplotách, vyplynulo, že se více sferoidizovaného cementitu a perlitu tvoří při 700°C než při 750°C s redukcí o 60% následované pomalým ochlazováním. Výskyt transformace při 700°C vyžaduje přibližně 30 J/mol uložené deformační energie. S poklesem deformační teploty se zmenšuje nutné množství uložené energie potřebné k vyvolání transformace a tak může být v průběhu deformace velké množství fáze transformováno. Deformační teplotu není vhodné snižovat pod teplotu A_{rcm} , neboť není žádoucí vznik sekundárního cementitu a perlitu před provedením deformace. Zároveň deformační teplota by neměla být nad A_{cm} , protože energie potřebná k indukování transformace je pak příliš vysoká [35].

Další výzkum byl prováděn na vysoce uhlíkové oceli pro železniční kola tvářené za tepla, která obsahuje 0,67 % C, 0,27 % Si, 0,78 % Mn, 0,010 % P, 0,008 % S. Deformace byla vložena o jmenovitém napětí 0,7 rychlostí 1 s⁻¹ v teplotním rozmezí 400-700 °C. Následné tepelné zpracování pro ověřování tepelné stability mikrostruktury bylo provedeno při teplotě stejné jako deformační teplota [39]. Tyto podmínky byly zvoleny na základě výsledků jemné mikrostruktury pozorované v okolí povrchu skutečných železničních kol [40]. V případě

vložené deformace při 600°C a 700 °C, byl cementit kompletně sferoidizován a následně zhrubl během žhání při teplotách stejných jako deformační teploty. V případě vložení deformace při teplotě 400 a 500°C lamely cementitu se příliš nelišily od počátečního stavu a žhání po dobu 1 h vedlo k rozpuštění a fragmentaci cementitických lamel [39].

3.5.2 Vliv velikosti vložené deformace na sferoidizaci

Kromě vhodného zvolení teploty deformace, je nutné také vhodně zvolit intenzitu deformace. V literatuře [36] byly popsány experimenty s různou intenzitou plastické deformace na nízkouhlíkové nelegované konstrukční oceli RSt37-2 ve stavu po tažení za studena s lamelární morfologií cementitu. Zvýšení počtu inkrementálních deformací z 2 postupně na 4, 6 a 8 ($\varphi = 0,83; 1,6; 2,5; 3,4$) kroků nebyly pozorovány výrazné změny ve struktuře. Struktura obsahovala sferoidizované karbidy v jemné feritické matici. K intenzivnímu zjemnění struktury, rozdrobení perlitických útvarů a k rozptýlení sferoidizovaných karbidů došlo až následkem vložení dvoukrokové deformace s velmi intenzivní tlakovou deformací o celkové logaritmické deformaci 2,1. Velikost feritických zrn se pohybovala v tomto případě okolo 2 μm . Velmi podobná struktura s nově nukleovanými subzrny v deformované feritické matici, byla dosažena i v případě 60-ti násobné deformace zakončené intenzivní tlakovou deformací ($\varphi = 6,7+1,1$). Pokud byla u obou typů posledních dvou uvedených deformačních strategií aplikována po deformaci ještě výdrž 300 s na teplotě, bylo pozorováno hrubnutí feritických zrn a výrazná rekrytalizace struktury, která se projevila i markantním snížením hodnot tvrdosti [36].

V literatuře [34] autoři prováděli výzkum na vysoko uhlíkové oceli s obsahem uhlíku 0,81 %, 0,23 % Si, 0,3 % Mn, 0,009 % S a 0,011 % P. Termomechanické zpracování se skládalo z austenitizace při teplotě 1000°C, následného chlazení rychlostí 30°C/s na teplotu deformace 650°C a event. následného žhání po dobu 30 minut. Při zvolené deformaci 0,36 a rychlosti deformace 0,1 s⁻¹, struktura vykazovala především lamelární cementit s menším množstvím sferoidizovaného cementitu. V případě vložení větší deformace se zvýšilo množství sferoidizovaného cementitu. Dynamická transformace podchlazeného austenitu byla kompletní při deformaci 0,69. Mikrostruktura obsahovala částice cementitu v různých stádiích fragmentace s četnými sferoidizovanými částicemi. Při zvýšení deformace na hodnotu 1,6 byla sferoidizace karbidů téměř dokonalá [34].

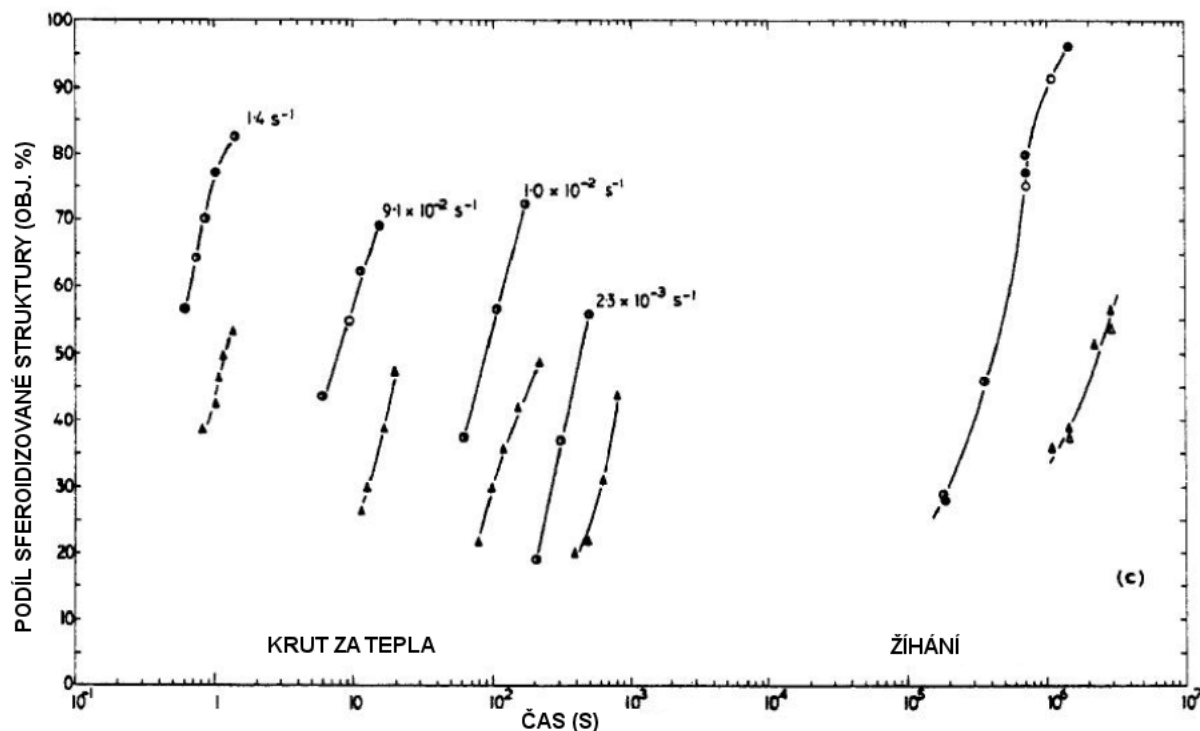
V případě vysokouhlíkové oceli [35] s obsahem 1,11 % C, 0,28 % Si, 0,66 % Mn, 0,002 % S a 0,007 % P, byla austenitizace na teplotě 1150°C po dobu 1 minuty, následovalo ochlazení na teplotu 700°C rychlostí 20°C/s a vložení deformace 20 % na teplotě 700 °C. Následné ochlazení na 600°C proběhlo rychlostí ochlazování 0,2°C/s. Kolem hranice zrna došlo k rozdrobení cementitu. Uvnitř zrna austenit transformoval na lamelární perlit. Pokud byla vložena deformace 40%, pak proeutektoidní cementit, který se vytvořil na hranici zrna i cementit z perlitu kolem hranice zrna a deformačních pásů transformovaly na globulární cementit. S nárůstem deformace došlo tedy k vyššímu podílu sferoidizovaného cementitu. Je to proto, že nastalo více perlitické transformace během deformace ve vzorku. Hranice zrn mohou nabídnout nukleační pozice a jeho energie je větší než uvnitř zrna, takže k perlitické transformaci nejprve došlo na hranicích zrn. Ale v případě, že deformační napětí je dostatečně velké, vytvoří se deformační pás a perlit začne růst i v deformačním pásu. S nárůstem deformace vznikne větší počet deformačních pásů. [41]. Větší část transformace proběhla během deformace. Dříve vytvořený proeutektoidní cementit a perlit bude i nadále pokračovat ve vývoji za přítomnosti zbytkových poruch. Tedy perlit, který nebyl sferoidizován během deformace, bude sferoidizován při pomalém ochlazování [35].

Díky deformaci se v nově vytvořeném cementitu tvoří dislokace. Tedy čím větší je redukce, tím méně stabilní je nově utvořený cementit. V průběhu pomalého ochlazování atomy uhlíku mají dostatek času pohybovat se do stabilních poloh díky zbytkové energii, nakonec se vytvoří stabilní tvar částic. Uhlíkové atomy na špičkách ohnutých a rozdělených cementitických lamel a uhlíkové atomy v okolí poruch, dislokací, se pohybují nejprve, což bylo diskutováno autory Tianem a Wayne Krafem [7]. Pokud je čas dostatečný, uhlíkové atomy se budou pohybovat, dokud se nevytvoří kulové částice cementitu. Můžeme předpokládat, že s větší deformací se fragmentuje více cementitických lamel v průběhu deformace. V průběhu ochlazování rychlostí menší než $0,2^{\circ}\text{C/s}$ se snadno karbidy sferoidizují. Pokud transformace neproběhne v průběhu deformace, existence zbytkových dislokací podpoří transformaci austenitu v průběhu pomalého ochlazování, protože může poskytnout dodatečnou energii pro transformaci cementitu v porovnání s nedeformovaným vzorkem. To ovšem vyžaduje delší čas a sferoidizace probíhá pomaleji v porovnání s podpořenou fází. [35].

Doba deformace vzorku se prodlužuje s rostoucí redukcí. Napětí může podpořit vytvoření většího množství nové fáze a více defektů se v této nové fázi objevuje s rostoucím časem deformace (rostoucí redukcí). Některé globulární částice cementitu se mohou tvořit v průběhu deformace s redukcí 60 %. Pomalé ochlazování však způsobuje větší sferoidizaci sekundárního cementitu a perlitu. Pokud je redukce menší než 20% při teplotě 700°C , nevyskytuje se téměř žádný sferoidizovaný cementit poté, co je vzorek ochlazen na 600°C , protože se vytvořilo málo cementitu a perlitu v průběhu deformace a zbytková energie nemůže způsobit pohyb atomů uhlíku do stabilních poloh v průběhu doby ochlazování. Ve výsledku při dané teplotě deformace a dané koncové teplotě ochlazování, výskyt plně sferoidizované struktury vyžaduje určitou kritickou redukcí a čas. Podle tohoto experimentu, pokud je redukce větší než 60 % a ochlazování rychlostí $0,2^{\circ}\text{C/s}$ na 550°C , pak se vyskytuje dokonale sferoidizovaná struktura [35].

3.5.3 Vliv rychlosti deformace

Sferoidizaci karbidů v oceli lze provádět za současného působení deformace s určenou deformační rychlostí. Zvýšením rychlosti deformace během tepelného zpracování lze urychlit rozpad desek cementitu. Na Obr. 24 jsou objemové procentní podíly sferoidizované struktury po jednotlivých časových úsecích tepelného zpracování za teplot 700°C (●) a 650°C (▲). Křivky v grafu představují různé úrovně rychlosti deformace použité při tepelném zpracování za účelem sferoidizace karbidů. Křivky zcela vpravo znázorňují výsledky konvenčního žíhání. Obr. 24 dokládá, že čas potřebný pro sferoidizaci lze použitím rychlosti deformace $1,4\text{ s}^{-1}$ zkrátit o 106 sekund [12]. Rozpad však je i v tomto případě silně závislý na teplotě a nikdy nezávisí pouze na rychlosti deformace, jak ukazují různé teplotní křivky pro danou rychlost deformace na Obr. 24 [12]. To naznačuje, že rychlost sferoidizace se působením rychlosti deformace pouze zvyšuje, ale není jí řízena. Zvýšení rychlosti deformace pouze urychluje řídicí mechanismus, což potvrzuje, že sferoidizace je proces řízený difúzí [12]. Mechanická deformace může přispět k urychlení kinetiky difúze, ale nemůže proces sferoidizace plně řídit.



Obr. 24 Vlivy různých rychlostí deformace na kinetiku sferoidizace jemného perlitu v eutektoidní oceli (● 700°C ▲ 650°C) [12]

Na nízkouhlíkové nelegované konstrukční oceli RSt37-2 ve stavu po tažení za studena s lamelární morfologií cementitu byly zkoušeny dvě různé rychlosti vložené deformace. Při inkrementální dvojnásobné deformaci o celkové intenzitě $\varphi = 2,1$ bylo zkoušeno snížení rychlosti deformace z 3 s^{-1} na $0,3 \text{ s}^{-1}$. Toto zpomalení rychlosti deformace nevedlo ke sferoidizaci lamelárního perlitu, ale pouze ke zjemnění struktury [37].

V literatuře [34] autoři prováděli výzkum na vysokouhlíkové oceli s obsahem uhlíku 0,81 %, 0,23 % Si, 0,3 % Mn, 0,009 % S a 0,011 % P. Termomechanické zpracování se skládalo z austenitizace při teplotě 1000°C , následného chlazení rychlostí 30°C/s na teplotu deformace 650°C a event. následného žihání po dobu 30 minut. Bylo dokázáno, že deformačně uložená energie deformací za tepla urychlila dynamickou transformaci podchlazeného austenitu a dynamickou rekrytalizaci feritu. Se zvyšující se rychlostí deformace, dynamická transformace postupovala rychleji. Je možné uvést, že dynamická sferoidizace z perlitu pokračovala mnohem rychleji při rychlosti deformace $0,1 \text{ s}^{-1}$ než při $0,01 \text{ s}^{-1}$ [34].

Vyšší rychlosti deformace způsobí větší deformační napětí než nižší rychlosti deformace. V tomto experimentu v případě vysokouhlíkové oceli [35] s obsahem 1,11 % C, 0,28 % Si, 0,66 % Mn, 0,002 % S a 0,007 % P, největší rychlost deformace byla 10 s^{-1} a nejmenší $0,01 \text{ s}^{-1}$. Maximální deformační napětí vzorku s rychlostí deformace 10 s^{-1} bylo téměř dvakrát větší, než u vzorku s menší rychlostí deformace 1 s^{-1} . Čas strávený na transformaci během deformace s rychlostí 10 s^{-1} byl příliš krátký, podíl indukované (vyvolané) fáze vznikající při deformaci byl malý. Z tohoto důvodu byly zkoumány pouze režimy s rychlostí deformace 0,1 a $0,01 \text{ s}^{-1}$. Vývoj sferoidizace je difúzně řízený proces, který je založený na difúzi atomů uhlíku. Atomy uhlíku můžou plně difundovat s nárůstem deformačního času, protože deformační napětí může podpořit transformaci a difúzi atomů uhlíku. Pokud rychlost deformace překročí určitou mez, kdy uhlíkové atomy nemohou plně difundovat již v průběhu deformace, finální strukturou může být pouze lamelární perlit.

Pokud napětí a redukce jsou velmi velké v průběhu deformace, částice cementitu se také mohou tvořit tím, že se rozdělí lamelární perlit pod stálým napětím [35].

Menší rychlost deformace může prodloužit difúzi uhlíku během deformace oproti vyšší deformační rychlosti. Vzorek austenitizovaný na teplotě 1150°C a následně deformovaný redukcí 60% při teplotě 700°C s deformační rychlostí 0,01 s⁻¹ následované kalením do vody sferoidizoval lépe než vzorek deformovaný při teplotě 700 °C deformační rychlostí 0,1 s⁻¹ následovaný kalením vody. Cementit precipitoval podél hranic zrn původního austenitu a deformačních pásů. Pokud by transformace nastala během kalení, cementit by mohl precipitovat více či méně uvnitř původního austenitického zrna, ale tam nebyl téměř žádný precipitovaný cementit, což znamená, že cementit vznikl během deformace, nikoliv během kalení [35].

Ačkoli při malé rychlosti deformace je deformační napětí nízké, deformační a transformační čas je dlouhý. Uhlíkové atomy mají více času pro difúzi. Zároveň je pohyb uhlíkových atomů zrychlen deformací. Čím delší dobu trvá deformace vzorku, tím se uhlíkové atomy mohou pohybovat déle a tím se vytváří sferoidizace přímo při deformaci. Z tohoto experimentu lze usoudit, že pokud sferoidizace má proběhnout přímo při deformaci na 700°C, musí být rychlost deformace menší než 0,01 s⁻¹[35]. Mechanismus sferoidizace této metody spočívá v tom, že v průběhu deformace s rychlostí deformace větší než 0,1 s⁻¹ se vytvoří nestabilní cementit a perlit, který v průběhu pomalého ochlazování (pomalejšího než 0,2°C/s), se snadno sferoidizuje díky deformační energii uložené ve formě defektů. Pokud je rychlost deformace menší než 0,1 s⁻¹, některé cementitické lamely můžou sferoidizovat přímo při deformaci. Ve výsledku vhodný deformační proces může výrazně snížit čas sferoidizace a zredukovat náklady [35].

3.5.4 Distribuce cementitu

K intenzivnímu zjemnění struktury oceli RSt37-2 po tažení za studena, rozdrobení perlitických útvarů a k rozptýlení sferoidizovaných karbidů došlo následkem vyšší intenzity deformace $\varphi = 2,1$ ve dvou deformačních krocích při teplotě 740°C. Velikost feritických zrn se pohybovala okolo 2 μm . Velmi podobná struktura s nově nukleovanými subzrny v deformované feritické matici, byla dosažena i v případě 60-ti násobné deformace zakončené intenzivní tlakovou deformací ($\varphi = 6,7+1,1$) [36]. Rovnoměrnější rozptýlení karbidických částic také způsobila teplotní výdrž po dobu 300 sekund [37].

Homogenní distribuce cementitu po sferoidizaci karbidů ve feriticko-perlitické oceli s 0,36 % C, 0,53 % Mn, 0,22 % Si, 0,011 % P a 0,002 % S [31] znamená, že po vložené deformaci s následnou simulací navíjení lze také nalézt cementit i uvnitř původních proeutektoidních feritických oblastí. Byli pozorovány různé fáze redistribuce cementitu po ochlazení rychlostí 10°C/s a deformace /navíjení při teplotách 600 – 670°C. V případě vložené deformace / navíjení při teplotě 600°C, nedošlo k distribuci jemných cementitických částic o velikosti kolem 0,1 μm do feritických oblastí. Cementitické částice zůstaly v bývalých koloniích perlitu. Nicméně, během deformace /navíjení při vyšších teplotách, jemné částice cementitu se můžou rozpustit a některé atomy uhlíku difundují z oblastí původních kolonií perlitu po dislokačních kanálech do oblastí bez cementitu, tedy původního feritu. Poté dochází k hrubnutí. Výsledek je, že cementitické částice o velikosti asi 1 μm jsou distribuovány poměrně rovnoměrně ve feritické matici [31].

V těsném okolí cementitických částic je uloženo velké množství dislokací v průběhu deformace za tepla. Vazebná energie mezi atomy uhlíku a hranovými dislokacemi ve feritu je větší než mezi atomy uhlíku a atomy železa v cementitu. Ve výsledku cementitické částice se rozpouštějí a uhlíkové atomy v tuhém roztoku mohou velmi rychle difundovat dislokačními kanály z oblastí

původních perlitických kolonií do původně bezcementitických oblastí proeutektoidního feritu. Toto vede k přesycené feritické matici s vysokou koncentrací uhlíku [42]. Toto koresponduje dobře s prací A. Korznikova a kol. [43], kde je pozorováno úplné rozpuštění cementitických částic v oceli s 1,2 % uhlíku, které podsouply vysoký stupeň deformace.

Byl pozorován fenomén rozpuštění perlitické kolonie při žihání nízkouhlíkové oceli mikrolegované titanem po válcování za studena a nízkouhlíkové oceli mikrolegované vanadem po významné plastické deformaci [44][45]. V těchto případech mikrolegování prvků způsobuje zvýšení rekrytalizační teploty. Hlavní podmínkou pro redistribuci cementitu je pravděpodobně vysoká hustota dislokací v silně deformované původní perlitické kolonii, která se odhaduje řádově na 10^{16} m^{-2} [45]. V případě běžné nízkouhlíkové oceli s nízkou teplotou rekrytalizace, toto zpracování nevedlo k zániku perlitické kolonie. V této oceli se rekrytalizace zpomalí, nebo dokonce zastaví tento proces významnou redukcí hustoty dislokací. To znamená, že vyšší rekrytalizační teplota nabízí možnost, že i při poměrně vysokých teplotách, kdy již začíná zánik cementitu, probíhá pouze zotavení. V této situaci není hustota dislokací snížena velmi mnoho, takže redistribuce cementitu proběhne pomocí rychlé difúze po dislokačních kanálech. Na druhou stranu, v případě nízké rekrytalizační teploty rekrytalizace začíná před zahájením rozpuštění cementitu, hustota dislokací se významně sníží a rozpad kolonií se nekoná [42][44][45].

Hnací silou pro redistribuci cementitu může být gradient rozpuštěného uhlíku. Uvnitř původní kolonie okolo jemné částice cementitu je koncentrace uhlíku podstatně vyšší ve srovnání s proeutektoidním feritem. Vysoká hustota dislokací a volných míst (vakancí) v průběhu nebo po deformaci usnadňuje difúzi uhlíku do oblastí s nižší koncentrací uhlíku do proeutektoidního feritu, s následnou reprecipitací v nejvíce energeticky výhodných místech, jako jsou trojné body (tam, kde se stýkají 3 zrna – energeticky výhodná místa) feritických hranic zrn. Kromě toho, díky rychlejší difúzi hranic zrna, částice na hranicích zrn a trojných bodech budou mít velikostní výhodu v pozdějším procesu Ostwaldova zrání [31].

4 Kalení a popouštění oceli

Po operaci žihání (sferoidizaci karbidů) a obrobení součásti následuje kalení z austenitizační teploty do kalícího média a popouštění. Po popouštění součásti se již obvykle provádí pouze finální broušení či leštění.

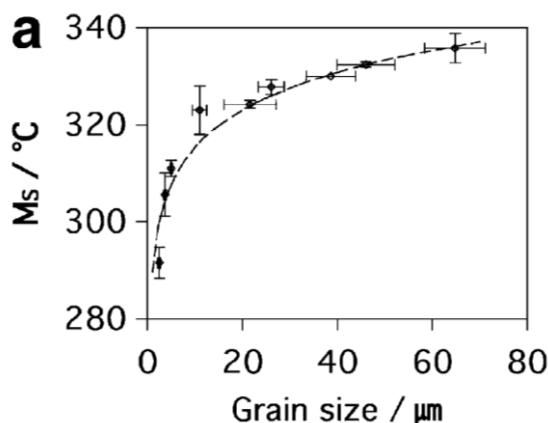
Kalení se skládá z ohřevu součásti na teplotu nad teplotu A_{c3} popř. A_{c1} , výdrž na této teplotě a ochlazování kritickou rychlostí, čímž se potlačí vznik feritu a perlitu a zachovaný nestabilní austenit při teplotách pod 500°C se přemění na bainit nebo martenzit. Z toho plyne, že kalící teplota musí ležet nad překrytalizačními teplotami oceli, aby struktura před kalením byla u podeutektoidních ocelí homogenním austenitem a u ocelí nadeutektoidních směsí austenitu a cementitu. Správné kalící teploty se u ocelí podeutektoidních obvykle volí 30 až 50°C nad A_{c3} [46]. Takto zvolená teplota odpovídá kompromisu mezi požadavkem dosažení homogenního austenitu v co nejkratším čase a zachování jemného austenitického zrna. U jemnozrnných ocelí lze použít vyšší teplotu austenitizace bez nebezpečí zhrubnutí původních austenitických zrn. Hrubé původní austenitické zrno má za následek hrubou strukturu martenzitu po zakalení, četnější výskyt kalicích mikrotrhlin a vzrůst úrovně vnitřních pnutí. Optimální teplota kalení u nadeutektoidních ocelí se volí nad teplotou A_{c1} . Struktura správně zakalené nadeutektoidní oceli je tvořena martenzitem s jistým podílem zbytkového austenitu a nerozpuštěného sekundárního cementitu. Optimální konečné vlastnosti zaručuje rovnoměrně rozložený sekundární cementit zajištěný předchozím žiháním na měkko [1]. Teplota kalení nad A_{cm} u nadeutektoidních ocelí se obvykle nevolí, sekundární cementit se rozpustí, zhrubne

austenitické zrna a zvýší se koncentrace uhlíku v austenitu, tedy následně v martenzitu. Výsledná struktura je měkčí, křehčí a méně teplotně stabilní, tedy nežádoucí [1] [46].

Růst martenzitu se uskutečňuje pohybem semikoharentního rozhraní austenit-martenzit, který je energeticky náročný a může se uskutečnit teprve při dostatečném přechlazení. Toto rozhraní je však pohyblivé a rychlost růstu martenzitu může dosahovat velkých hodnot. Délka desek je omezena překážkami, které kladou významný odpor dislokacím (hranice zrn, hranice vytvořených desek martenzitu, precipitáty apod.) Celková rychlost tvorby martenzitu tedy závisí především na rychlosti nukleace. Ta je podstatně závislá na teplotě přeměny. S klesající teplotou se podíl martenzitu zvětšuje, nikdy však nedosáhne 100 %, neboť ve výsledné struktuře zůstane určité množství zbytkového austenitu [47].

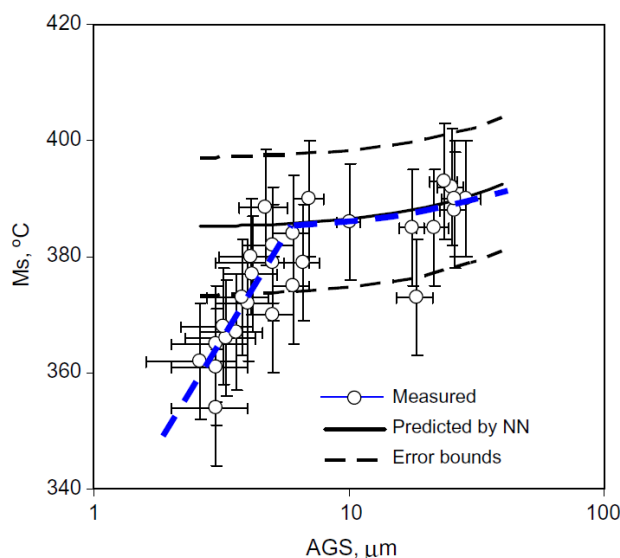
Hodnoty teplot M_s a M_f uhlíkových a nízkolegovaných ocelí jsou závislé především na chemickém složení austenitu. Pokud je uhlík a většina legur rozpuštěna v austenitu, snižuje teploty M_s a M_f [1].

Kromě vlivu uhlíku v austenitu má na výši teplot martenzit start (M_s) a finiš (M_f) velikost austenitického zrna. V [48] byl sledován vliv velikosti austenitického zrna na teplotu martenzit start ve vysokorychlostním dilatometru. Experiment byl proveden na nízkolegované oceli s obsahem uhlíku 0,12 %, 5 % Ni a 2,3 % Mn. Vzorky byly austenitizovány při teplotě 770-1100°C po dobu 30 sekund a pro získání největšího austenitického zrna proběhla austenitizace při teplotě 1100°C po dobu 600 sekund. Velikosti austenitického zrna byly vyhodnoceny lineární průsečikovou metodou [49]. Na Obr. 25 je vidět závislost velikosti zrna na teplotě M_s . S klesající velikostí austenitického zrna klesala teplota M_s .



Obr. 25 Závislost velikosti austenitického zrna na teplotě martenzit start (M_s) [48]

Vliv velikosti austenitického zrna na teplotu M_s byl také sledován v [50] u nízkolegované oceli experimentálně prováděné v dilatometru. Ocel obsahovala 0,15 % C, 1,9 % Mn, 0,2 % Si, 0,2 % Cr a 0,03 % Al. Pro vznik různé velikosti austenitického zrna byla teplota austenitizace zvolena v rozmezí 850 až 1200°C. Experimentálně bylo zjištěno, že teplota M_s je velmi citlivá i k malým změnám velikosti austenitického zrna. I malý nárůst austenitického zrna zhruba do velikosti 5 μm způsobil výrazné zvýšení teploty M_s . V případě velikostí austenitického zrna nad 5 μm zvýšení teploty M_s vlivem zvětšení austenitického zrna nebylo tak znatelné.



Obr. 26 Závislost velikosti austenitického zrna (AGS) na teplotě martenzit start (M_s) [50]

Hnací silou martenzitické přeměny je rozdíl volné energie b.c.c. mřížky (kubicky prostorově centrovaná mřížka) vůči f.c.c. mřížce (kubicky plošně centrovaná mřížka) při podchlazení pod teplotu A_1 . Energie uvolněná při martenzitické přeměně je částečně spotřebována na vytvoření nezbytně nutných mřížkových poruch v martenzitu i okolním austenitu a rozhraní martenzitických desek. Se zmenšující se velikostí austenitického zrna roste odpor austenitu k deformaci (Hall-Petchův vztah) a martenzitické desky musejí tedy překonávat větší odpor při svém vzniku a šíření. To vyžaduje snížení teploty martenzit start (M_s), aby byla k dispozici větší hnací síla martenzitické přeměny.

Pozorovaná ostrá změna citlivosti teploty martenzit start (M_s) na velikost austenitického zrna je vysvětlována dle autorů Umemoto a Owen [51], tím, že dochází v bodě změny strmosti závislosti křivky ke změně morfologie martenzitu. Toto chování bylo zkoumáno na oceli s 0,28 % uhlíku a 31 % niklu v rozsahu původního austenitického zrna o velikosti 8 až 450 μm . Byla pozorována obdobná závislost teploty M_s na velikosti původního austenitického zrna, jako na Obr. 26 s tím, že bod zlomu sklonu závislosti byl při velikosti austenitického zrna 150 μm . Při menší velikosti austenitického zrna byla morfologie martenzitu laťková, při větší velikosti austenitického zrna vznikala martenzit deskový.

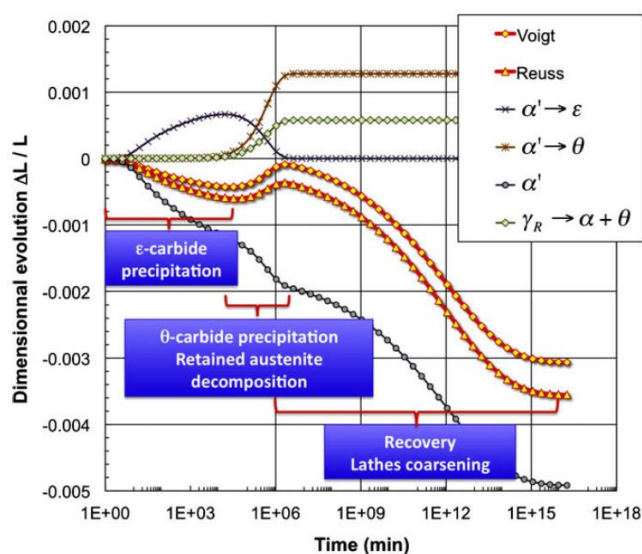
Po zakalení součásti následuje popouštění, jehož cílem je zmenšit úroveň vnitřních pnutí, která vznikla při zakalení, a upravit mechanické vlastnosti na požadované hodnoty. Popouštěním se rozumí ohřev na teploty nižší než A_{c1} , který následuje zpravidla bezprostředně po zakalení, neboť zákálná pnutí mohou způsobit porušení součásti nejen v průběhu kalení, ale také po jeho ukončení. Za rozhodující fázové přeměny při popouštění lze považovat precipitační rozpad tetragonálního martenzitu. Souběžně s rozpadem martenzitu dochází i k rozpadu zbytkového austenitu, k relaxaci vnitřních pnutí [1]. Obsah zbytkového austenitu závisí na obsahu uhlíku v oceli. K rozpadu austenitu dochází v ocelích, které obsahují více než 0,3 % uhlíku. [52][53].

Během popouštění dochází v různých stádiích k vývoji mikrostruktury [55]:

Segregace ($T < 100^\circ\text{C}$): atomy uhlíku migrují k dislokacím

1. stádium ($100^\circ\text{C} < T < 200^\circ\text{C}$): precipitace ϵ karbidů
2. stádium ($200^\circ\text{C} < T < 300^\circ\text{C}$): rozpad zbytkového austenitu na cementit (θ) a ferit
3. stádium ($200^\circ\text{C} < T < 350^\circ\text{C}$): precipitace cementitu (Fe_3C) na úkor existujících ϵ karbidů
4. stádium ($400^\circ\text{C} < T < 600^\circ\text{C}$): zotavení, růst martenzitu a rekrystalizace.

Na Obr. 27 jsou vidět vypočtené rozměrové změny příslušné jednotlivým fázovým transformacím, které nastávají v průběhu popouštění při teplotě 110°C ložiskové oceli 100Cr6. Dále jsou zobrazeny teoretické limitní hodnoty délkové změny vzorku dle Voigtova a Reussova mikromechanického modelu heterogenních materiálů. Během prvního stádia popouštění precipitovaly ϵ karbidy ($\alpha' \rightarrow \epsilon$), což způsobilo nárůst rozměrů (+0,07 %), martenzit ztratil svou tetragonalitu (α'), došlo ke zmenšení rozměrů (-0,13 %). To vedlo k celkové kontrakci -0,06 %. Během druhého a třetího stádia popouštění probíhala precipitace cementitu ($\alpha' \rightarrow \theta$) (+0,13 %), rozpad zbytkového austenitu ($\gamma \rightarrow \alpha + \theta$) (+0,05 %) a ztráta tetragonality martenzitu (-0,14 %), což vedlo k celkovému nárůstu rozměrů +0,04 %. Délkové změny skutečně naměřené na popuštěných vzorcích souhlasily s vypočtenými daty délkové roztažnosti na základě fázových přeměn [55].



Obr. 27 Rozměrové změny oceli 100Cr6 během popouštění při teplotě 110°C [55]

5 Experimentální program

V předkládané disertační práci byl vyvíjen nový způsob tepelného a termomechanického zpracování za účelem sferoidizace karbidů a zjemnění zrna v ocelích. Tento proces, zvaný ASR (Accelerated Spheroidisation and Refinement), byl ve firmě COMTES FHT a.s. patentován dvěma českými [56][57] a jedním rakouským patentem [58]. Příhláška patentu na „Způsob tepelného zpracování ložiskové oceli“ byla podána v roce 2014 [59].

V této disertační práci byla největší pozornost věnována vývoji zpracování ložiskové oceli 100CrMnSi6-4 z důvodu značného zájmu ze strany firem jak v ČR, tak i zahraničí.

Předkládaná disertační práce sledovala následující cíle:

- Nahrazení konvenčních způsobů tepelného zpracování
- Časová a energetická úspora při technologickém zpracování
- Zlepšení finálních vlastností součástí

Experimentální program byl zaměřen především na ložiskovou ocel o jakosti 100CrMnSi6-4, kdy návrhy režimů byly založeny na zkušenostech a poznacích z předchozího experimentálního programu na různých jakostech ocelí [60][61][62]. Zpracování ložiskové oceli bylo rozděleno do dvou hlavních etap, a to, termomechanické a tepelné zpracování.

Zpracování bylo prováděno za účelem sferoidizace karbidů a zjemnění zrna (ASR – Accelerated Spheroidisation and Refinement). V případě tepelného zpracování, kromě procesu sferoidizace, byla velká pozornost věnována vlastnostem finálních součástí po kalení a popouštění. Tepelné zpracování, resp. zrychlená sferoidizace, probíhalo indukčním ohřevem buď v kalicím dilatometru nebo ve středofrekvenčním měniči kmitočtu. Termomechanické zpracování ložiskové oceli bylo provedeno pomocí laboratorní válcovací stolice.

5.1 Termomechanické zpracování

V úvodu do experimentu jsou uvedeny vybrané výsledky z předchozího rozsáhlého experimentálního programu termomechanického zpracování na konstrukční oceli C45. Následoval experimentální program zrychlené sferoidizace karbidů na ložiskové oceli 100CrMnSi6-4, který byl realizován na laboratorní válcovací trati v COMTES FHT a.s.

5.1.1 Úvod k experimentálnímu programu termomechanického zpracování – ocel C45

Experimentální program ložiskové oceli byl navržen dle přechozích výsledků a zkušeností z rozsáhlého experimentu na konstrukční středně uhlíkové oceli C45. Experimenty byly realizovány buď pomocí hydraulického lisu v ZČU v Plzni [63] nebo na laboratorní válcovací stolici v COMTES FHT a.s. [64].

Řízené termomechanické zpracování oceli C45 na hydraulickém kovacím lisu

Výchozí mikrostruktura oceli C45 byla perliticko-feritická s lamelární morfologií perlitu s výrazným vyřádkováním ve směru axiální osy tyčového polotovaru (Obr. 35). Chemické složení je uvedeno v Tab. 3. Vzorky o průměru 50 mm a o délce 70 mm byly zpracovány v atmosférické peci a plastická deformace byla provedena pomocí rovných kovadel na hydraulickém lisu.

Pro experimenty termomechanického zpracování byly využity tyto přístroje a zařízení:

- Hydraulický kovací lis ŽĐAS s maximální silou 100 tun
- Atmosférické komorové pece
- Optický emisní spektrometr Bruker Q4 TASMAN
- Nikon Eclipse MA200D – metalografický světelný mikroskop s programem NIS ELEMENTS 3.2 pro obrazovou analýzu
- Jeol JSM 6380, Jeol 7400f – elektronové mikroskopy s detektory EDX a EBSD
- Steuers DuraScan – systém pro měření tvrdosti dle Vickerse s možností volby zatížení od HV0,01 do HV10
- MTS 810 - Servohydraulický zkušební systém (zkoušky pevnosti v tahu)
- WPM 50/30/15/6 J - Instrumentované kladivo (zkoušky vrubové houževnatosti)

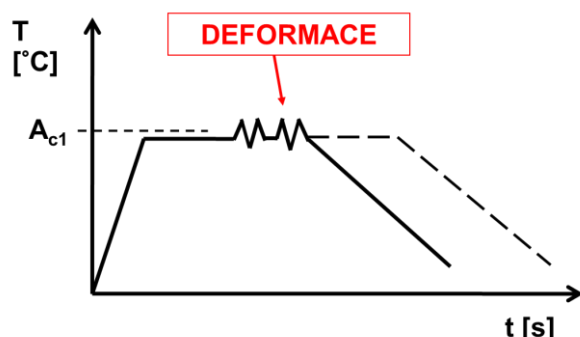
Tab. 3 Chemické složení oceli C45 [hm. %] pro termomechanické zpracování

C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Cu	Mo	Ti	V	W
0,42	0,24	0,69	0,019	0,016	0,12	0,16	0,12	0,02	0,002	0,004	0,01

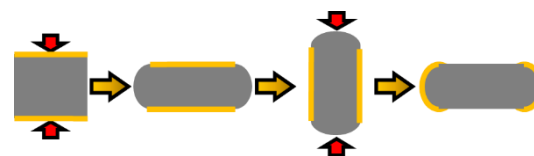
Zpracování bylo provedeno za účelem zjištění vlivu intenzity vložené plastické deformace a následné teplotní výdrže. Sledovány byly mikrostrukturní změny sferoidizace karbidů, velikosti feritického zrna a vliv parametrů zpracování na mechanické vlastnosti.

Režimy na oceli C45 se skládaly z ohřevu polotovaru v celém průřezu na teplotu těsně pod A_{c1} , hodinové výdrže na této teplotě, následně plastické deformace na lisu, případně další hodinové

teplotní výdrže. Ochlazení vzorku probíhalo na vzduchu (Obr. 28). Deformace byla vložena v jednom směru (pěchování) nebo ve dvou na sebe kolmých směrech vložených bezprostředně po sobě (Obr. 29). Teplota ohřevu polotovaru byla 710°C, vložená intenzita deformace e_{ef} u jednotlivých režimů byla spočtena pomocí numerické simulace.

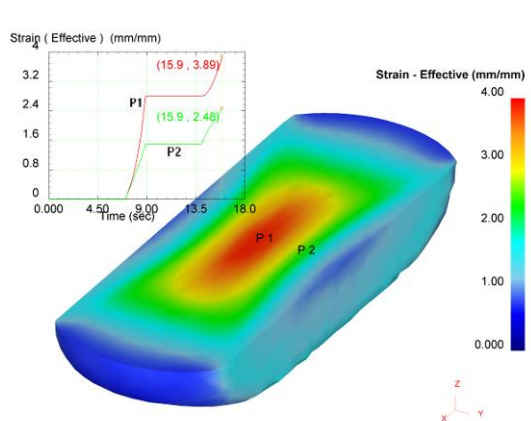


Obr. 28 Schéma termomechanického zpracování na hydraulickém lisu

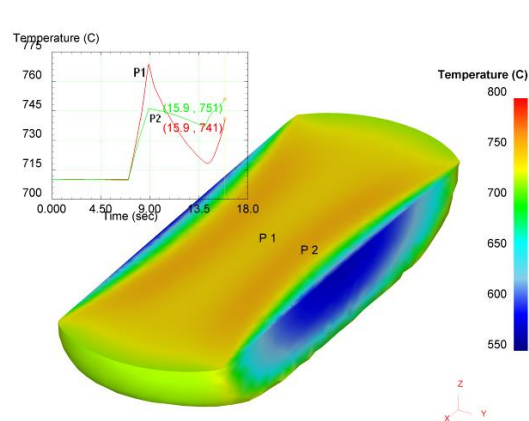


Obr. 29 Schéma deformace vzorku ve dvou úběrech na hydraulickém lisu

Numerická simulace termomechanického zpracování v programu DEFORM byla provedena pro zjištění rozložení deformace a teploty v celém průřezu vzorku. Sledována byla intenzita deformace (Obr. 30) a nárůst teploty v důsledku plastické deformace (Obr. 31).



Obr. 30 Rozložení intenzity deformace po druhé stlačení vzorku



Obr. 31 Rozložení teplotního pole ve vzorku po druhé deformaci

Struktury vzorků deformovaných v jednom směru (vzorky 1, 2 a 3) jsou zobrazeny pomocí světelné mikroskopie na Obr. 32, Obr. 33, Obr. 34. Ve středu vzorků K1, K2 a K3 bylo možné pozorovat homogenizaci rozložení karbidů se vzrůstající hodnotou intenzity deformace ($e_{ef} = 1; 1,7; 2,9$). Sferoidizace lamel cementitu ve středu vzorku K1 byla pouze částečná. Pro dokonalejší sferoidizaci by bylo potřeba vložení vyššího stupně plastické deformace. Již ve vzorku K2 bylo dosaženo podstatně vyššího stupně podílu sferoidizovaných karbidů. Ve středu vzorku byly pozorovatelné pouze izolované malé oblasti s částečně fragmentovanými lamelami (Obr. 33). U vzorku K3 proběhla téměř dokonalá sferoidizace spojená se zhomogenizováním hustoty karbidů v materiálu ve středu vzorku (Obr. 34). Současně došlo ke zjemnění feritického zrna jak ve feritických oblastech (na 4 až 20 μm), tak v místech s vysokou hustotou karbidů (na 1 až 3 μm). Velikost feritického zrna byla značně nehomogenní. V oblastech původních perlitických kolonií sferoidizované karbidy účinně bránily růstu zrna po dynamické rekrystalizaci a zrna bylo zde velmi jemné. V oblastech původních feritických

zrn bylo zrn hrubší, zde proběhl bez zábran jeho postdynamický růst. Rozdíly charakteru feritických zrn byly pozorovány pomocí EBSD mapy Obr. 37.



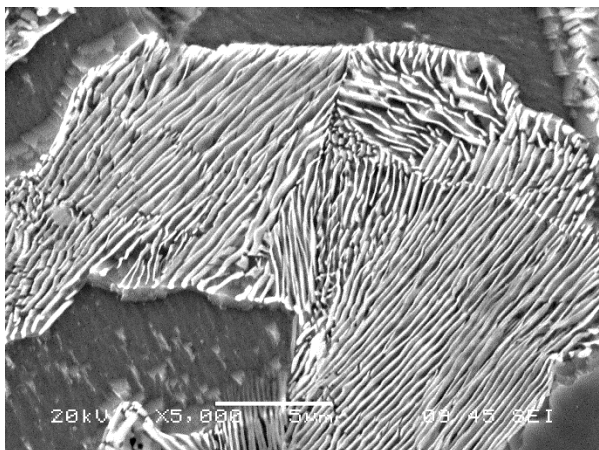
Obr. 32 Střed vzorku K1, $e_{ef} = 1$ Obr. 33 Střed vzorku K2, $e_{ef} = 1,7$ Obr. 34 Střed vzorku K3, $e_{ef} = 2,9$

Ve vzorcích byly pozorovány velké rozdíly mezi strukturou středu vzorku a strukturou v polovině vzdálenosti mezi středem a povrchem. Mikrostruktura mimo střed byla téměř bez změny oproti výchozímu stavu. V oblastech mimo střed vzorku docházelo pouze k částečné rekrytalizaci či vzniku subzrn ve feritu a k menšinové sferoidizaci karbidů.

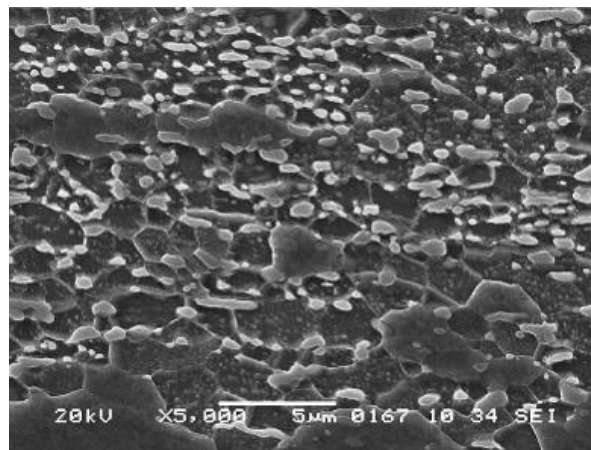
Zkouška tahem byla provedena na vzorcích o průměru těla 4 mm a délce těla 20 mm, zkouška vrubové houževnatosti na vzorcích o velikosti 3x4x27 mm s 1 mm hlubokým V vrubem. Mechanické vlastnosti těchto třech vzorků (K1, K2, K3) vykazovaly zřejmý trend. Se zvyšující se intenzitou vložené plastické deformace se zvyšovala mez kluzu v tahu, snižovala mez pevnosti v tahu a zvyšovala tažnost. Zvýšení meze kluzu bylo pravděpodobně způsobeno celkovým zjemněním feritického zrna a snížení meze pevnosti podílem sferoidizovaných karbidů. Současné přiblížení meze kluzu a meze pevnosti a zvýšení tažnosti bylo způsobeno tím, že struktura byla rekrytalizovaná a současně se významně zjemnilo zrn a sferoidizovaly karbidy. U vrubové houževnatosti nebyl zjištěn jasný trend (Tab. 4). Tvrdost se pohybovala okolo 180 HV.

Tab. 4 Mechanické vlastnosti oceli C45 po termomechanickém zpracování pomocí hydraulického lisu

	Hodnoty po první deformaci		Hodnoty po druhé deformaci		Teplotní výdrž po def.	HV30	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A_5 [%]	KCV [J/cm ²]
	e_{ef} [-]	T [°C]	e_{ef} [-]	T [°C]						
K1	1,0	737	-	-	Ne	179	470	642	18	47
K2	1,7	752	-	-	Ne	182	476	613	26	53
K3	2,9	770	-	-	Ne	181	483	596	27	46
K1+	1,0	737	-	-	Ano	170	415	580	20	47
K2+	1,7	752	-	-	Ano	175	421	575	22	57
K3+	2,9	770	-	-	Ano	175	432	570	23	-
K4	2,9	770	4,0	741	Ne	176	482	611	24	51
K4+	2,9	770	4,0	741	Ano	145	385	539	30	55



Obr. 35 Výchozí perliticko-feritická mikrostruktura oceli C45

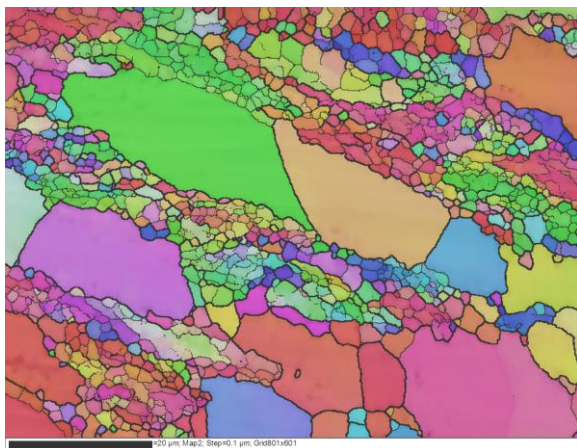


Obr. 36 Struktura po deformaci ve dvou směrech, střed vzorku K4, $\epsilon_f = 4$

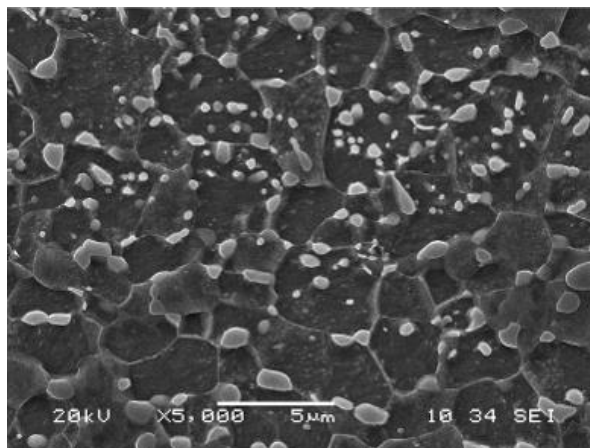
Režimy s hodinovou teplotní výdrží, vloženou po deformaci, na teplotě 710°C (K1+, K2+, K3+) byly navrženy za účelem homogenizace struktury, tedy distribuce cementitických částic do feritu, a dalšího odpevnění struktury. U takto zpracovaných vzorků nebyla pozorována významná homogenizace vzorku po jeho průřezu, ani sferoidizace karbidů nebyla významně podpořena. Vlivem teplotní výdrže došlo pouze k dalšímu odpevnění feritické matrice a ke zhrubnutí feritického zrna. Obdobně jako u vzorků K1, K2, K3 byl u těchto vzorků s teplotní výdrží pozorován stejný trend v mechanických vlastnostech. Se zvyšující se intenzitou vložené plastické deformace se zvyšovala mez kluzu v tahu, snižovala mez pevnosti v tahu a zvyšovala tažnost. To bylo dáno mírou zjemnění feritického zrna a sferoidizace karbidů. Tvrdost se pohybovala okolo 170 HV.

U vzorku K4, kde byly vloženy deformace ve dvou na sebe kolmých směrech vložených bezprostředně po sobě při teplotě 710°C, došlo stejně jako u vzorků 2 a 3 ke sferoidizaci karbidů a ke zjemnění feritického zrna (Obr. 36). Druhá deformace výrazně přispěla ke sferoidizaci karbidů i mimo střed vzorku. V oblasti u povrchu vzorku byla pozorována přibližně 50% sferoidizace cementitu. Homogenizace rozložení cementitických částic však proběhla opět pouze ve středu vzorku, tedy v místě největší plastické deformace. Ve feritických oblastech zůstala část zrn neporušena a v části zrn se vytvořila subzrna s malouhlovými hranicemi od 2 do 15°. V perlitických oblastech došlo kompletně ke vzniku subzrn, což bylo potvrzeno EBSD analýzou (Electron Back Scattered Diffraction) (Obr. 37).

Hodinová výdrž na teplotě 710°C, vložená po plastické deformaci, měla na tomto vzorku K4+ vliv jak na velikost feritického zrna, tak i na tvar cementitických částic. Feritické zrna v oblastech bez karbidů zhrublo na velikost přibližně odpovídající výchozímu stavu (okolo 20 μm). V oblastech s vysokou hustotou karbidů však zůstaly hranice jemných feritických zrn těmito karbidy fixovány a nedošlo k nežádoucímu zhrubnutí zrna (Obr. 38). Vlivem hodinové výdrže u tohoto vzorku K4+ došlo k významnému celkovému odpevnění. Toto odpevnění bylo způsobeno uzdravením mřížky feritu v zrnech a subzrnech. Projevilo se to zlepšením kvality difrakčních obrazců oproti vzorku K4 a zcela identickou orientací krystalické mřížky v celém objemu každého jednotlivého zrna či subzrna.



Obr. 37 Mapa EBSD analýzy vzorku K4
(Electron Back Scattered Diffraction)



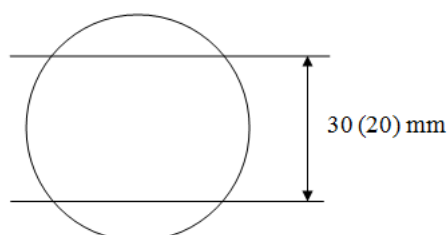
Obr. 38 Struktura po deformaci ve dvou směrech a
hodinové výdrž, střed vzorku K4+, $\epsilon_f = 4$

Každá barva odpovídá určité orientaci mřížky v daném zrna. Bylo tedy vidět zjemnění, resp. zhrubnutí zrna. Tlusté čáry odpovídají vysoko-úhlovým hranicím, tvoří zrna (úhel vzájemné orientace $> 15^\circ$), tenké čáry odpovídají nízko-úhlovým hranicím, tvoří tedy subzrna (úhel vzájemné orientace od 2° do 15°).

Mechanické vlastnosti vzorku 4 a 4+ jsou uvedeny v Tab. 4. U vzorku s teplotní výdrží došlo k významnému odpevnění struktury. Tvrdost poklesla ze 176 HV na 145 HV, mez kluzu v tahu z 482 MPa na 385 MPa, mez pevnosti z 611 MPa na 539 MPa. Tažnost stoupla na 30%.

Řízené termomechanické zpracování oceli C45 na laboratorní válcovací stolici

Termomechanické zpracování bylo provedeno ze stejného polotovaru oceli C45 jako experimenty prováděné pomocí hydraulického kovacího lisu (Obr. 35, Tab. 3). Polotovary byly ve tvaru tyče o průměru 50 mm. Vzorky pro válcování měly délku 330 mm a z důvodu lepšího záběru válců a stability vzorku během válcování byly na tyčích ofrézovány vrchlíky z průměru 50 mm na 30 nebo 20 mm (Obr. 39). Pro experimenty, které byly obdobné jako u hydraulického lisu, tedy ohřev pod teplotu A_{c1} a následná deformace, byly použity vzorky s výškou 20 mm. V případě experimentů, kdy byla aplikována kombinace válcování při vyšších teplotách v kombinaci s nízkoteplotní deformací, byly použity vzorky o výšce 30 mm. Experimentální program byl proveden pomocí laboratorní válcovací trati v COMTES FHT a.s. (Obr. 40).



Obr. 39 Příprava vzorků pro válcování z oceli C45 – frézování vrchlíků z tyčí



Obr. 40 Laboratorní válcovací trať v COMTES FHT a.s.

Laboratorní válcovací trať je navržena jako univerzální duo nebo kvarto. V případě válcování za tepla s použitím duo uspořádání je průměr pracovních válců 550 mm, maximální šířka válcovaných plechů pak 390 mm. Tloušťka za tepla válcovaných desek nebo plátů se pohybuje v rozmezí 100 mm až 5 mm. Teplota válcovaných polotovaru je měřena pomocí pyrometrů, které jsou umístěny v těsné blízkosti válců z každé strany. Součástí tratě je indukční příhřev a sekce s možností chlazení vodou. Chlazení má dvě provedení – sprcha a vyhazovač do nádrže s vodou (olejem). Jako příslušenství jsou u tratě k dispozici dvě pece, nístějová a válečková. Tyto pece slouží buď pro ohřev materiálu na požadovanou teplotu nebo jiné operace, např. meziohřev nebo následné tepelné zpracování. Válečková pec je dlouhá 4 metry a je vhodná především pro ohřev dlouhých plechů, které je možné po válečkovém dopravníku dopravit přímo do válcovací tratě. Trať je také vybavena hydraulickými nůžkami pro dělení polotovarů. Pro válcování za studena je možno využít přestavění válcovací tratě na kvarto s průměrem pracovních válců 240 mm a opěrných válců s průměrem 650 mm. Na stejném dopravníku, jako u válcování za tepla, lze válcovat plechy s tloušťkou menší než 10 mm. V případě dostatečné délky a šířky válcovaného plechu je trať vybavena navíjecími cívkami po obou stranách, které slouží k navíjení a odvíjení materiálu.

První experimenty byly provedeny obdobně jako režimy na hydraulickém lisu (Obr. 28). Skládaly se z ohřevu v atmosférické peci na teplotu 710°C, 30 minutové výdrže, deformace a chlazení na vzduchu nebo do vody.

Deformace jsou uvedeny jak ve formě jednotlivých úběrů válcování v mm, tak skutečné logaritmické, spočtené dle:

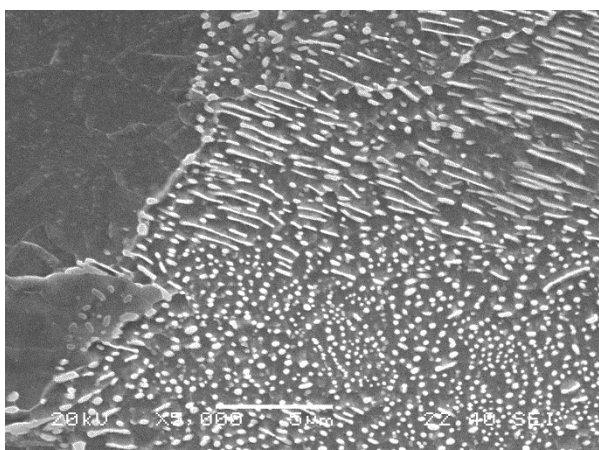
$$e_h = \ln \frac{h_0}{h_1} \quad (8)$$

kde:

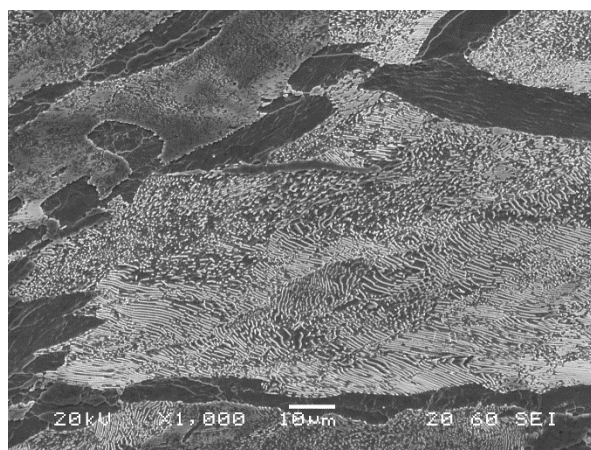
h_0 je výška výchozího polotovaru

h_1 je finální výška polotovaru po válcování [65].

Pro režimy, které ověřovaly účinnost experimentů z hydraulického lisu, byla zvolena deformace z výchozích 20 mm na 12 mm ($e_h = 0,5$) s rychlostí válcování 1,5 m/s, 0,9 m/s a 0,3 m/s. Na mikrostrukturách byla pozorována sferoidizace cementitu. Perlit byl tvořen dvěma morfologiemi cementitu – globulárními částicemi cementitu a částicemi cementitu tyčinkovitého charakteru (Obr. 41). Vliv rychlosti válcování nebyl vyzorován. Mikrostruktury po ochlazení do vody, bezprostředně po deformaci, nevykazovaly základní struktury (Obr. 42). Nedošlo tedy ve velké míře ke vzniku austenitu vlivem deformačního tepla při skutečné logaritmické deformaci $e_h = 0,5$.

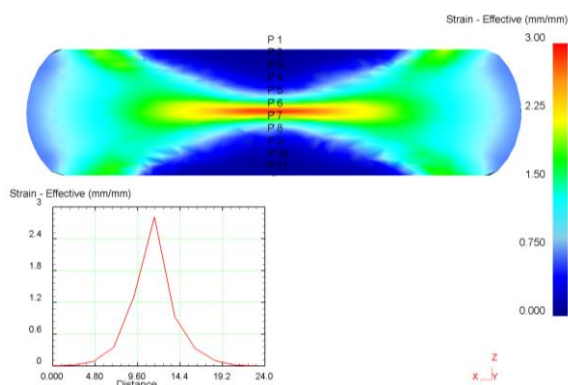


Obr. 41 Mikrostruktura oceli C45 po válcování při teplotě 710°C, ochlazení na vzduchu

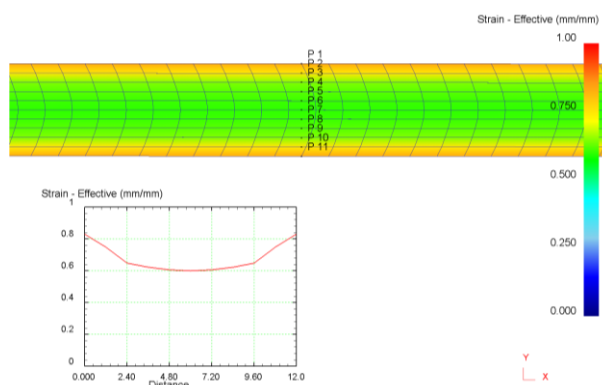


Obr. 42 Mikrostruktura oceli C45 po válcování při teplotě 710°C, ochlazení do vody

V případě zpracování pomocí hydraulického kovacího lisu byla struktura ve středu vzorku K3 (Tab. 4), který byl deformován při teplotě 710°C, sferoidizovaná. Struktura ve středu válcovaného vzorku, také při teplotě 710°C, byla sferoidizovaná pouze částečně. To bylo způsobeno především rozdílnou intenzitou deformace (e_{ef}) pronikající do středu vzorků. Pro přesný rozbor a porovnání byla provedena numerická simulace v softwaru DEFORM, kde byla spočtena intenzita deformace v celém průřezu vzorků v průběhu kování a válcování.



Obr. 43 Rozložení intenzity deformace e_{ef} ve vzorku po kování při teplotě 710°C



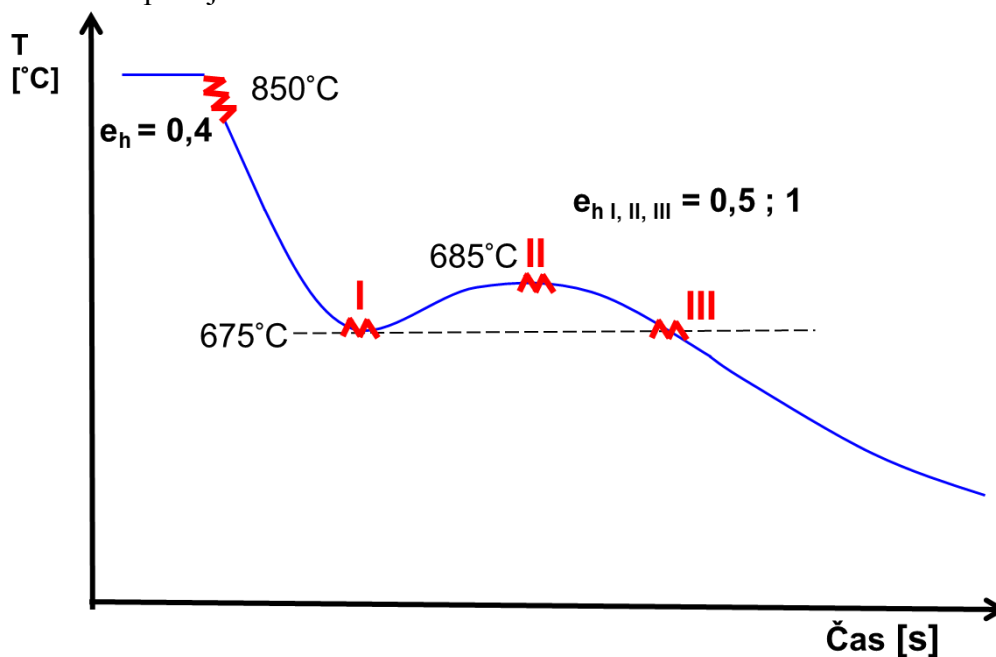
Obr. 44 Rozložení intenzity deformace e_{ef} ve vzorku po válcování při teplotě 710°C

Z Obr. 43 a Obr. 44 bylo vidět, že intenzita deformace ve středu vzorku K3 po kování byla $e_{ef} = 2,9$. Ve středu vzorku po válcování byla numerickou simulací spočtena intenzita deformace na $e_{ef} = 0,6$. Z tohoto důvodu došlo v průběhu válcování pouze k částečné sferoidizaci karbidů. V případě kování však byla pozorována značná nehomogenita po celém průřezu vzorku. U válcování byla vyšší intenzita deformace pouze na povrchu vzorku, jinak

byla intenzita deformace v průběhu válcování homogenní. To se projevilo také v mikrostrukturách, které byly homogenní v celém průřezu vzorku. Z tohoto pohledu je technologie válcování vhodnější.

V další etapě válcování byly experimenty navrženy pro simulaci reálného konvenčního válcování za tepla. Nejprve byly provedeny experimenty s první deformací na teplotě 1200°C. Tato vložená deformace při teplotě 1200°C neměla na výslednou strukturu vliv, proto byl sledován vliv deformace v oblasti běžných doválcovacích teplot (850°C) a vliv deformace v oblasti perlitické přeměny.

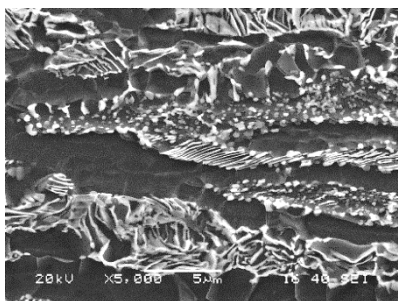
Režimy se tedy skládaly z austenitizace při teplotě 850°C, poté následovala deformace při této teplotě z výchozích 30 mm na 20 mm ($e_h=0,4$). Před vložením další deformace v interkritické oblasti vzorek chladnul na vzduchu. Tato deformace byla vložena buď v jednom, nebo ve dvou úběrech. Tato finální deformace probíhala v různém stádiu transformace z austenitu na perlit (I, II, III – Obr. 45). Teplota válcovaného polotovaru byla měřena pomocí pyrometrů, které jsou umístěny z každé strany válců. Teplota v místě I byla přibližně 675°C, v místě II 685°C a v místě III 675°C. Deformace při této nižší teplotě v různých stádiích perlitické transformace byla e_h 0,5 (jeden úběr 20→12 mm) nebo e_h 1 (dva úběry 20→12→7 mm). Rychlost válcování byla ve všech případech zvolena 1,5 m/s. Po posledním úběru následovalo chladnutí na vzduchu nebo zakalení do vody. Zakalení do vody bylo provedeno vodní sprchou bezprostředně po finálním úběru pro zjištění množství austenitu ve struktuře.



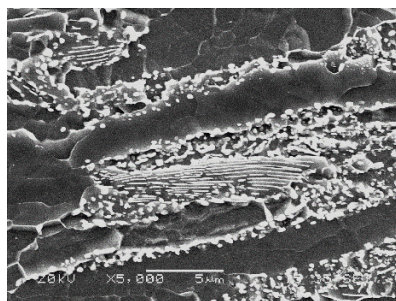
Obr. 45 Schéma režimů termomechanického zpracování oceli C45 s finální deformací v různých stádiích perlitické transformace

Metalografická analýza vzorků s deformací při teplotě 850°C, s finální deformací v různém stádiu transformace (I, II, III) a zakalením do vody, zřetelně ukázala měnící se podíl martenzitu ve struktuře. V průběhu poslední deformace bylo předpokládané množství austenitu ve struktuře pro režim s deformací v oblasti I cca 50%, v oblasti II cca 25% a v oblasti III max. 10%. Těmto uvedeným podílům odpovídal podíl lamelárního perlitu ve vzorcích chlazených na vzduchu. Lamelární perlit nevykazoval žádný stupeň sferoidizace či fragmentace lamel. Lze usuzovat, že tento lamelární perlit vznikl až po finální deformaci. Perlit přítomný ve struktuře při poslední deformaci vykazoval fragmentaci lamel na protáhlé útvary, méně často na globule. K úplné sferoidizaci došlo jen u malé části původních lamel perlitu.

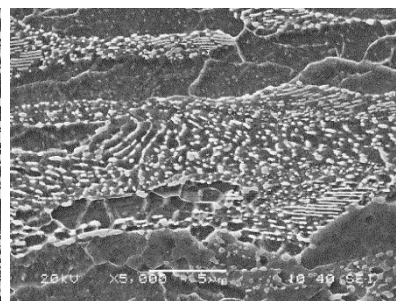
U režimů s deformací při teplotě 850°C, dvěma deformacemi při teplotách v různých stádiích transformace a chlazení na vzduchu, byly pozorovány také dvě morfologie perlitu. Lamelární perlit a perlitické oblasti obsahující globule a tyčinkovité částice cementitu. Podíl lamelárního perlitu klesal s pokročilejším stádiem transformace (Obr. 46, Obr. 47, Obr. 48), stejně jako podíl austenitu přítomný při plastické deformaci. Podíl austenitu byl zjištěn ze vzorků, které byly po finální deformaci ochlazeny do vody. Množství austenitu klesalo se snižujícím se podílem martenzitu ve struktuře (deformace v oblasti I, II, III). Deformace austenitu v místech transformace I či II vedla k jeho rozpadu na lamelární perlit stejně jako při transformaci neovlivněné deformací. Deformace lamelárního perlitu o velikosti $e_h = 0,5$ v místě I, II nebo III vedla k fragmentaci lamel a vzniku převážně protáhlých cementitických částic. Deformace o velikosti $e_h = 1$ (tedy dvou úběru o velikosti $e_h 0,5$) vedla k částečné sferoidizaci perlitických lamel při všech sledovaných stádiích perlitické transformace. Cementit byl přítomen ve formě globulí a tyčinkovitých částic. Vložení vyšší deformace tedy vedlo k vyššímu podílu fragmentovaných a sferoidizovaných částic.



Obr. 46 Mikrostruktura po deformaci $e_h=1$ v oblasti I

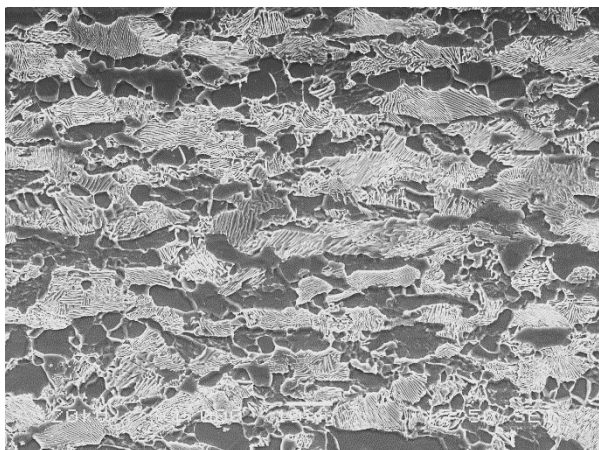


Obr. 47 Mikrostruktura po deformaci $e_h=1$ v oblasti II

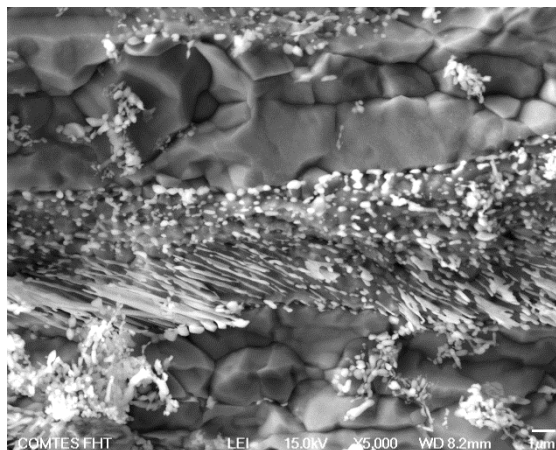


Obr. 48 Mikrostruktura po deformaci $e_h=1$ v oblasti III

Feritické zrna ve výsledné struktuře bylo silně ovlivněno tím, zda byla poslední deformace vložena v místech transformace I, II nebo III. Při vložení deformace o velikosti $e_h = 0,5$ v místě I došlo k rekrytalizaci cca 90 % feritických zrn. Velikost výsledného zrna byla do 8 μm (Obr. 49). Při deformaci o velikosti $e_h = 0,5$ v místech II a III došlo k rekrytalizaci pouze v malém podílu feritických zrn. Přibližně 80 % feritických zrn vykazovala deformační texturu (protažení, výskyt deformačních subzrn). Velikost deformovaných feritických zrn byla cca 20 μm . Při vložení deformace o velikosti $e_h = 1$ nebyl patrný tak velký rozdíl mezi stavem feritického zrna mezi režimy v místě I, II a III. Větší deformace způsobila rekrytalizaci cca 50 % feritických zrn i po deformaci v místě III. Velikost rekrytalizovaných zrn u režimů s deformací $e_h = 1$ v místech I, II a III byla do 4 mikrometrů, ojediněle se vyskytovala rekrytalizovaná zrna o velikosti cca 10 mikrometrů (Obr. 50).



Obr. 49 Mikrostruktura po deformaci $e_h=0,5$ v oblasti I



Obr. 50 Mikrostruktura (hloubkové leptání) po deformaci $e_h=1$ v oblasti III

5.1.2 Zrychlená sferoidizace karbidů oceli 100CrMnSi6-4 na laboratorní válcovací stolici

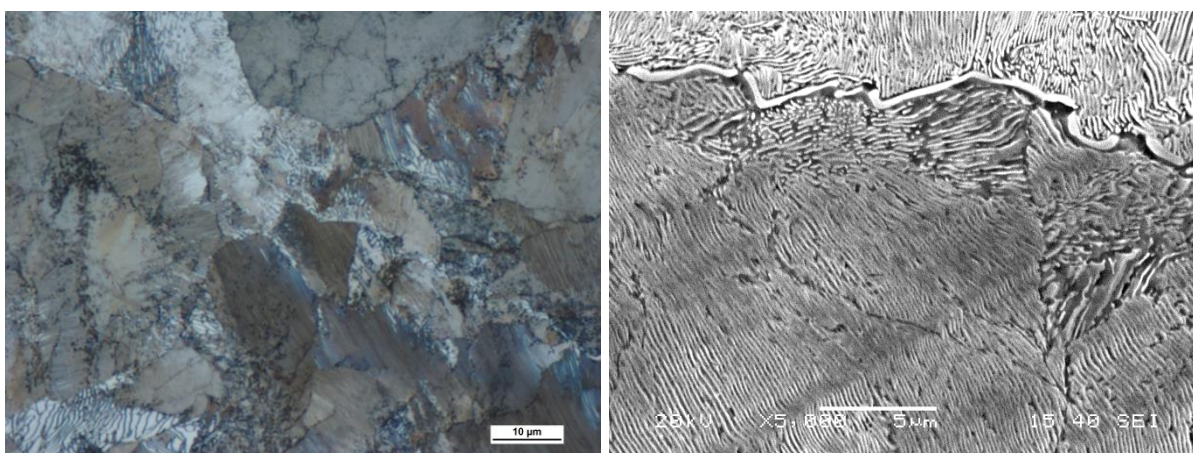
Výchozí materiál ložiskové oceli 100CrMnSi6-4 pro termomechanické zpracování byl dodán z firmy TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s. ve stavu sochorového kontislitku ve tvaru bloků o průřezu 150 x 150 mm a o délce 1 metr. Chemické složení je uvedeno v Tab. 5. Výchozí mikrostruktura byla perlitická s malým množstvím sekundárního cementitu vyloučeného po hranicích původních austenitických zrn (Obr. 51). Tvrdost činila 351 HV10.

Tab. 5 Chemické složení oceli 100CrMnSi6-4 [hm. %] pro termomechanické zpracování v laboratorní válcovací stolici

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	Al
1,007	0,548	1,131	0,013	0,003	1,541	0,002	0,031	0,021	0,004

As	B	Ce	Co	N	Nb	Pb	Sb	Sn	Ta
0,005	0,000	<0,003	0,006	0,011	0,002	0,003	<0,005	0,002	<0,001

La	Ti	V	W	Zr	Fe
<0,001	0,002	0,007	<0,005	<0,001	95,638



Obr. 51 Výchozí mikrostruktura oceli 100CrMnSi6-4 pro termomechanické zpracování v laboratorní válcovací stolici

Experiment byl proveden na laboratorní válcovací trati v COMTES FHT a.s. (Obr. 40).

Dále byla použita, včetně výše uvedených přístrojů a zařízení:

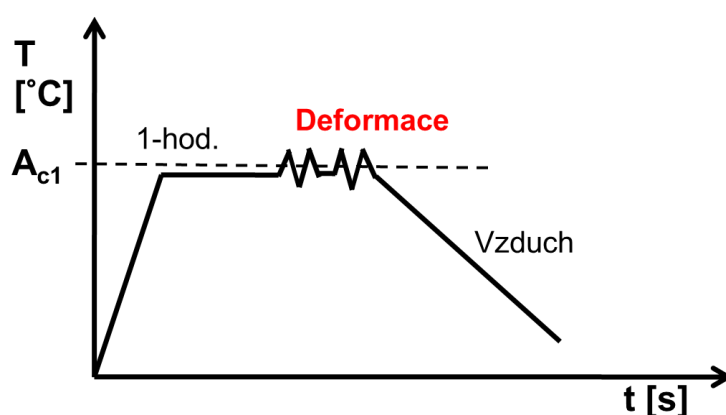
- Termokamera Optris PI400

Vzorky pro válcování byly ve tvaru bloků o šířce 75 mm, tloušťce 47 mm a délce 330 mm. Teplota povrchu vzorků byla měřena pomocí pyrometrů, které jsou umístěny z obou stran válců v jejich bezprostřední blízkosti. Válcování probíhalo reverzně. Dále byla také teplota a rozložení teplot sledováno pomocí termokamery Optris PI400. Vzorky před válcováním byly ohřívány v atmosferické peci u válcovací trati, příhřev v průběhu termomechanického zpracování probíhal ve válečkové peci a kalení ve vodní sprše, která je součástí válcovací tratě.

Zpracování bylo rozděleno do třech fází. První experimenty byly navrženy, stejně jako předchozí válcování na oceli C45, dle režimu zpracování na hydraulickém lisu oceli C45. Tyto režimy se skládaly z ohřevu na teplotu těsně pod teplotu A_{c1} , následné deformace na válcovací stolici a chladnutí na vzduchu. Další experimenty byly navrženy pro simulaci reálného procesu termomechanického zpracování za tepla a následnou sferoidizaci karbidů. Vzorky byly austenitizovány při teplotě 1000°C , poté deformovány při teplotě 800°C a dále deformovány v různých stádiích perlitické transformace. Poslední fáze experimentů byla navržena jako kombinace termomechanického válcování a krátkodobého tepelného příhřevu ve válečkové peci. Chladnutí mezi deformacemi i na teplotu okolí probíhalo na vzduchu [66].

První fáze řízeného termomechanického zpracování na válcovací stolici

První fáze termomechanického zpracování oceli 100CrMnSi6-4 na válcovací stolici se skládala ze dvou režimů (1 a 2), které byly navrženy obdobně jako u experimentů na oceli C45 (K1, K2, K3). Režimy se skládaly z ohřevu na teplotu 710°C , následné hodinové výdrže na této teplotě z důvodu homogenního ohřevu celého materiálu, deformace a chladnutí na vzduchu (Obr. 52). V případě vzorku 1 byla deformace válcováním vložena v jednom válcovacím úběru ($47 \rightarrow 33$ mm), u vzorku 2 ve dvou úběrech bezprostředně po sobě reverzně ($47 \rightarrow 33 \rightarrow 20$ mm). Rychlost válcování byla zvolena 1,5 m/s.

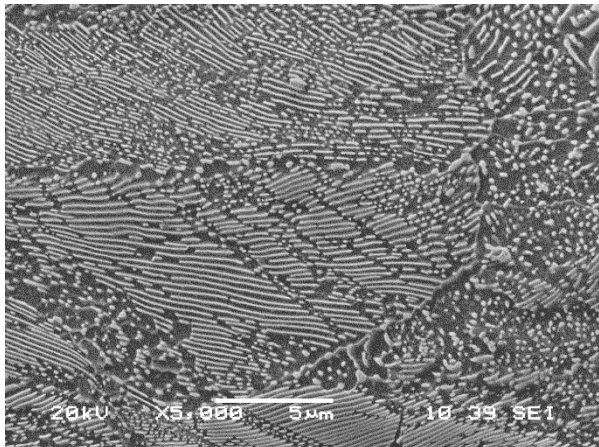


Obr. 52 Schéma termomechanického zpracování vzorků 1 a 2

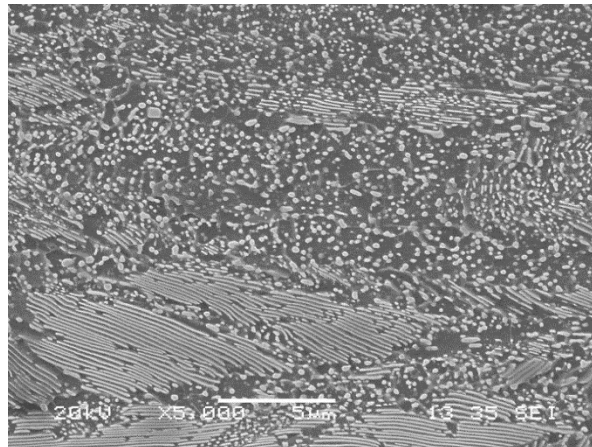
Tab. 6 Režimy a mechanické vlastnosti termomechanického zpracování – 1. fáze

	Popis režimu	R_{p0,2} [MPa]	R_m [MPa]	A₅ [%]	KCV [J/cm ²]	HV10
1	Ohřev na teplotu 710°C – 1 hod. / deformace $e_h = 0,35$ (47→33) / chlazení na vzduchu	859	1147	6	4	345
2	Ohřev na teplotu 710°C – 1 hod. / deformace $e_h = 0,85$ (47→33→20) / chlazení na vzduchu	909	1142	8	6	335

Mikrostruktury po válcování blízko teploty A_{c1} jsou zobrazeny na Obr. 53, Obr. 54. Deformace způsobila částečnou fragmentaci či sferoidizaci karbidů. Vložení vyšší intenzity deformace do vzorku 2 způsobilo vyšší fragmentaci a sferoidizaci karbidů (Obr. 54). Nicméně, ve struktuře se objevovaly rovněž původní lamely cementitu. Mikrostruktury byly značně nehomogenní, objevovaly se jak oblasti s kompletně globulárními karbidy, tak oblasti s lamelárním cementitem. Pravděpodobně to bylo způsobeno tím, že oblasti s lamelárním cementitem nebyly deformovány. V místech, kde byla deformace, došlo k ohybu cementitické lamely a k její následné fragmentaci či sferoidizaci. Pro homogenní sferoidizaci by bylo nutné vložit vyšší deformaci do materiálu. Mechanické vlastnosti jsou uvedeny v Tab. 6. Tvrdost vzorku 1 klesla oproti výchozímu stavu z 351 HV10 na 343 HV10 a u vzorku 2 pak klesla tvrdost na 336 HV10. Nedošlo tedy k výraznému odpevnění materiálu. Mírné snížení tvrdosti lze pravděpodobně vysvětlit deformovanou feritickou maticí, kdy nedošlo k zotavení během chlazení na vzduchu a struktura byla zpevněná vlivem deformačního zpevnění feritické matrice.



Obr. 53 Mikrostruktura vzorku 1, 343 HV10

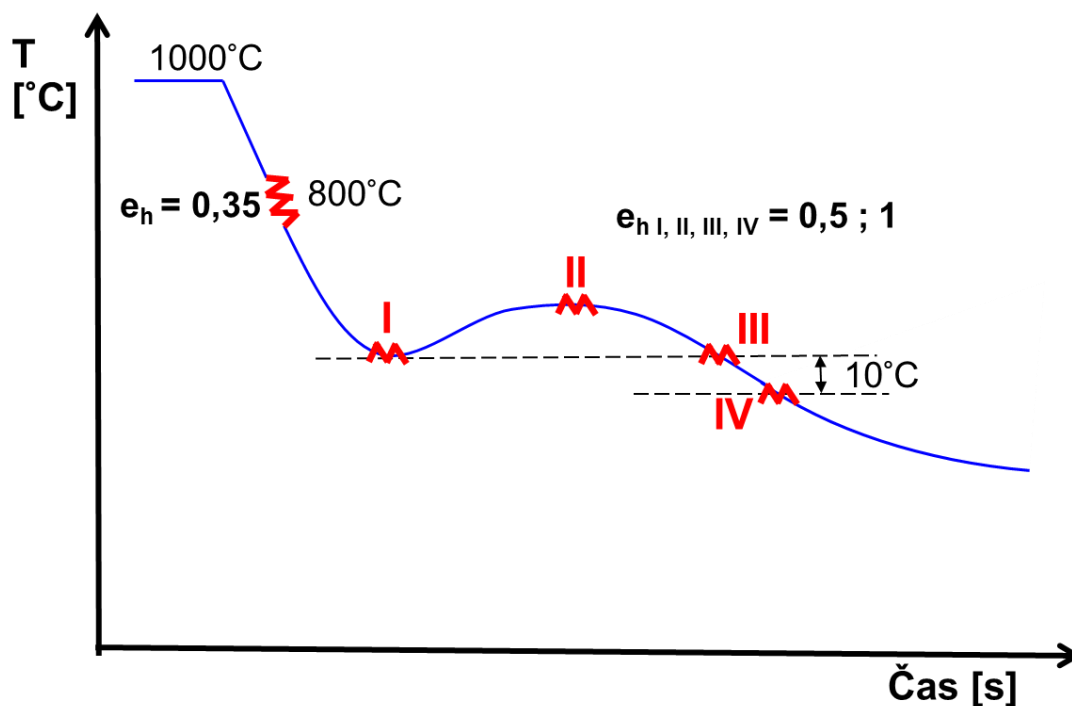


Obr. 54 Mikrostruktura vzorku 2, 336 HV10

Druhá fáze termomechanického zpracování – simulace tváření za tepla a deformace během perlitické transformace

Druhá fáze experimentálního programu byla provedena jako simulace reálného tváření za tepla a válcování v oblasti perlitické přeměny bylo provedeno za účelem zrychlené sferoidizace karbidů. Režimy se skládaly z ohřevu na teplotu 1000°C, hodinové teplotní výdrže na této teplotě, chlazení na vzduchu na teplotu 800°C, válcování při této teplotě s velikostí deformace $e_h = 0,35$ (47→33 mm) (navrženo jako simulace doválcování po konvenčním válcování za tepla), a poté následovalo finální válcování s deformací v průběhu perlitické transformace v různých stádiích (Obr. 55). Finální válcování probíhalo ve stádiích: I – před (v austenitu), II - v průběhu, III - na konci a IV - po skončení perlitické transformace (Obr. 55). Tato deformace byla vložena o různé intenzitě během jednoho až čtyř úběřů válcování (Tab. 7).

Z důvodu vysokých válcovacích odporů (nízké teploty válcování) byla v oblastech III a IV deformace rozložena do více válcovacích úběřů. Moment této finální deformace, tedy vložení vzorku do válců, byl pro každý vzorek určen dle aktuální teploty na povrchu pomocí pyrometru a termokamery.



Obr. 55 Schéma režimů termomechanického zpracování – 2. fáze

Tab. 7 Režimy a mechanické vlastnosti termomechanického zpracování – 2. fáze – Ohřev na 1000°C- 1 hod., chladnutí na vzduchu do 800°C, deformace $e_h = 0,35$ (47→33 mm), deformace v oblasti I, II, III nebo IV a chladnutí na vzduchu

	I Úběr [mm]	II Úběr [mm]	III Úběr [mm]	IV Úběr [mm]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A ₅ [%]	KCV [J/cm ²]	HV10 [-]
3	-	-	-	-	639	1150	9	5	326
4	33→20	-	-	-	729	1139	7	5	314
5	33→20 →12	-	-	-	-	-	-	-	325
6	-	33→20	-	-	-	-	-	-	309
7	-	33→20 →12	-	-	-	-	-	-	320
8	-	-	33→20	-	-	-	-	-	340
9	-	-	33→26 →20	-	-	-	-	-	322
10	-	-	-	33→20	819	1184	9	5	352
11	-	-	-	33→26→20	906	1219	10	5	342
12	-	-	-	33→26→20 →15,5→12	957	1169	11	9	343
13	-	-	-	33→26→20 chladnutí do IV→15,5 →12	-	-	-	-	344

Skutečná logaritmická deformace v jednotlivých variantách činila:

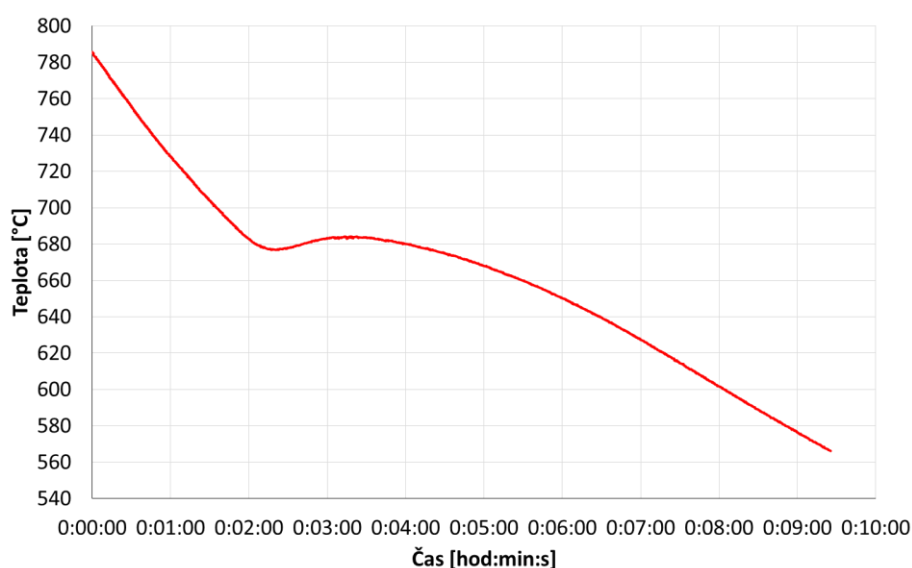
$e_h = 0,5$ (33→20 mm)

$e_h = 1$ (33→20→12 mm)

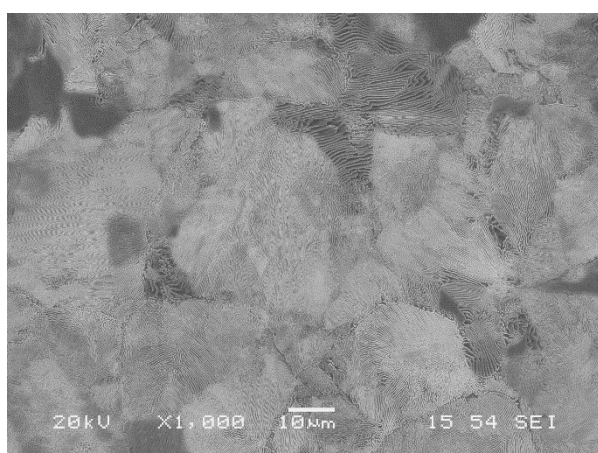
$e_h = 0,5$ (33→26→20 mm)

$e_h = 1$ (33→26→20→15,5→12 mm)

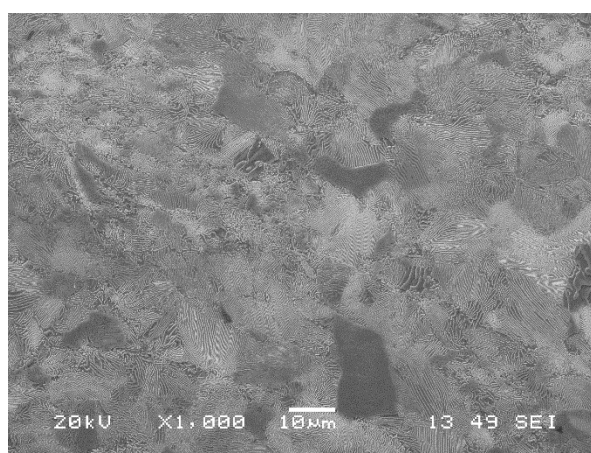
Režim 3 simuloval válcování za tepla a sloužil jako referenční režim pro následné režimy termomechanického zpracování. Jeho cílem bylo získat jemnou strukturu s globulárními karbidy. Tento režim se skládal z ohřevu na teplotu 1000°C, hodinové výdrže, chladnutí na vzduchu na teplotu 800°C, válcování při této teplotě z výchozí tloušťky 47 mm na 33 mm ($e_h = 0,35$) a následného chladnutí na vzduchu. Pozorován byl průběh perlitické transformace během chladnutí (Obr. 56). Materiál se ochlazoval a při dosažení minimální teploty 675°C se materiál začal ohřívat v důsledku přeměny austenitu na ferit a perlit na teplotu 685°C, poté teplota povrchu vzorku opět klesala na teplotu okolí. Perlitická transformace trvala přibližně 2 minuty. Mikrostruktura byla perlitická s lamelární morfologií cementitu. Austenitická zrna byla polyedrická o velikosti v průměru 30 μm (Obr. 57).



Obr. 56 Záznam chladnutí z pyrometru vzorku 3 po deformaci při teplotě 800°C

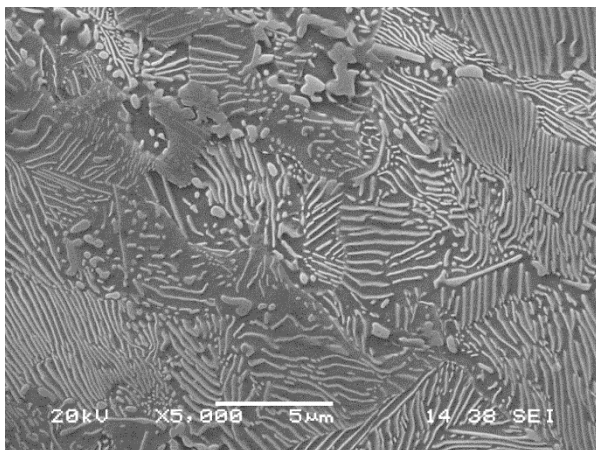


Obr. 57 Mikrostruktura vzorku 3, 326 HV10

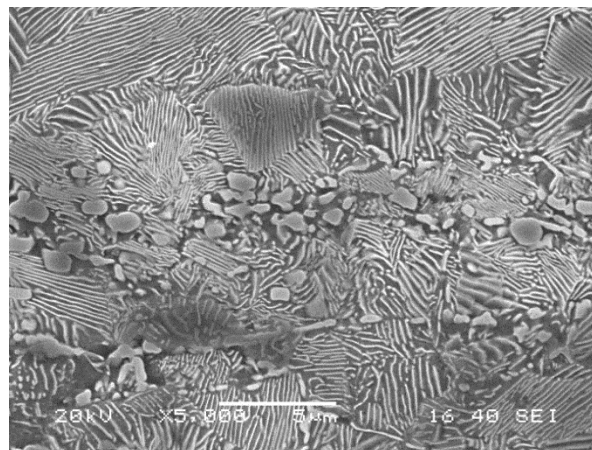


Obr. 58 Mikrostruktura vzorku 4, 314 HV10

Pokud byla finální deformace vložena v podchlazeném austenitu v oblasti I (Obr. 55), tedy těsně před začátkem perlitické přeměny (režimy 4, 5), struktury obsahovaly lamelární perlit s globulárními částicemi sekundárního cementitu. Původní austenitická zrna a perlitické kolonie byly ve srovnání se vzorkem 3, který byl deformován pouze při teplotě 800°C, podstatně menší (Obr. 58). Deformace podchlazeného austenitu tedy podpořila vznik většího počtu zárodků, čili vznikly drobné kolonie perlitu, které často mění směr růstu lamel. Na morfologii perlitu však vliv tato deformace v oblasti I neměla, struktura byla lamelární. Vliv deformace před začátkem perlitické přeměny v oblasti I byl pozorován u sekundárního cementitu. Ve strukturách se objevoval sekundární cementit převážně ve formě globulí nebo protažených částic (Obr. 59, Obr. 60). Nebyl ve formě souvislého síťoví cementitu, které by ohraničovalo původní austenitická zrna jako ve vzorku 3 bez vložené deformace v místě I (Obr. 61). Při zvýšení intenzity deformace rovněž nebyla pozorována změna morfologie cementitu.

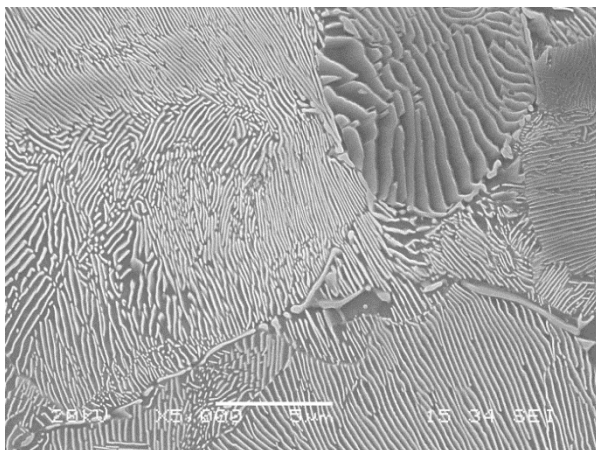


Obr. 59 Mikrostruktura vzorku 4, 314 HV10

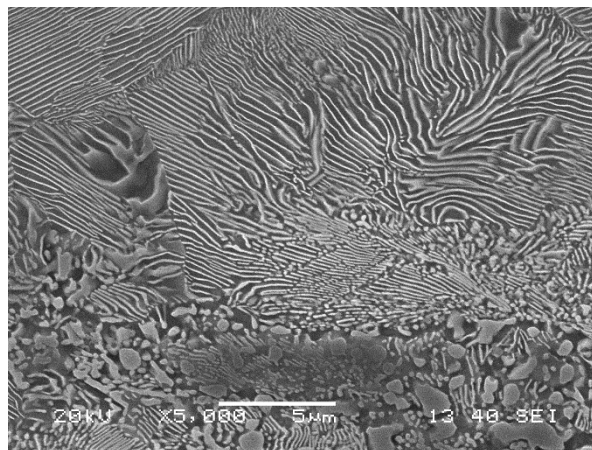


Obr. 60 Mikrostruktura vzorku 5, 325 HV10

Ve vzorcích, které podstoupily finální deformaci v oblasti II a III, tedy v průběhu perlitické transformace (režimy 6 až 9), byly objeveny jak perlitické lamely, tak fragmentované a sferoidizované částice cementitu (Obr. 62). Pokud byl deformovaný austenit, měl vzniklý cementit lamelární morfologii. Pokud byla deformována lamelární kolonie perlitu, vzniklý cementit byl fragmentován či sferoidizován. Austenit se nejprve rozpadl na hranicích zrn, tedy v oblasti, kde se objevovaly sekundární karbidy. V těchto místech tedy vznikl perlit a následně došlo vlivem deformace k fragmentaci či sferoidizaci karbidů. Nejvíce sferoidizovaných či fragmentovaných částic bylo pozorováno právě v oblastech s výskytem sekundárních karbidů (Obr. 62). Vliv zvýšení intenzity deformace nebyl pozorován na fragmentaci cementitických částic.



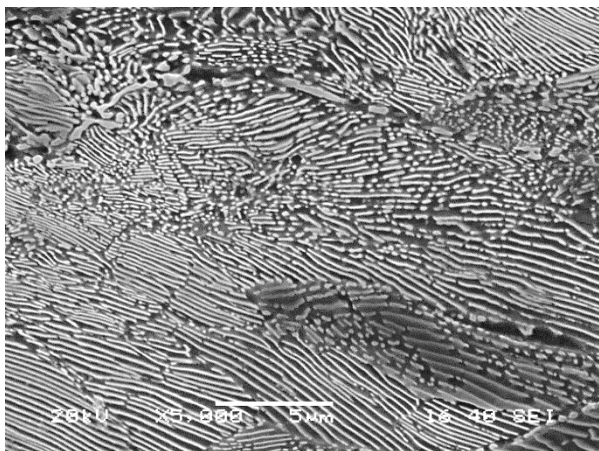
Obr. 61 Mikrostruktura vzorku 3, 326 HV10



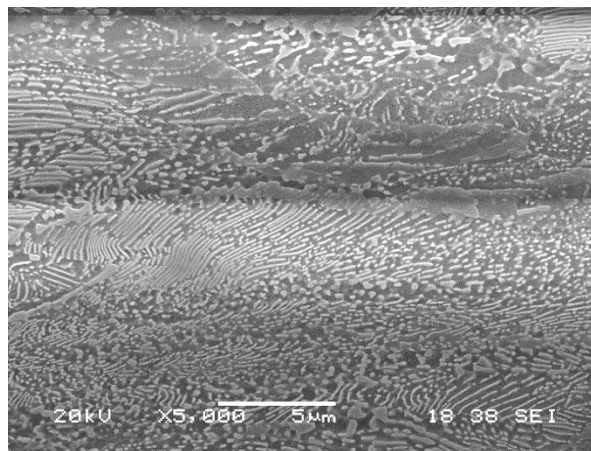
Obr. 62 Mikrostruktura vzorku 6, 309 HV10

Deformace vložená v oblasti IV, tedy v oblasti, kdy byla již perlitická transformace ukončena (režimy 10 až 13), bylo pozorováno větší množství fragmentovaných či sferoidizovaných částic. Princip fragmentace je v podstatě obdobný jako u režimů 1 a 2 v první fázi experimentu na této oceli, kdy byl vzorek vložen do pece na 710°C a poté deformován. Rozdíl byl pouze v tom, že v případě režimů 10 až 13 byla deformace vložena při nižší teplotě, a to 665°C. Vzorek zpracovaný režimem 10 podstoupil finální deformaci v místě IV v jednom úběru z 33 na 20 mm. Vzorek 11 podstoupil stejně velkou intenzitu deformace, ale ve dvou úběrech 33→26→20 mm z důvodu snadnějšího provedení v případné reálné praxi. Mikrostruktury obou vzorků byly velice podobné, cementit byl většinou ve formě lamelární s oblastmi fragmentovaného, globulárního nebo protáhlého tvaru částic cementitu (Obr. 63). Nicméně, ve strukturách byly

viditelné skluzové pásy téměř ve všech perlitických koloniích způsobené deformací. Stupeň sferoidizace byl v jednotlivých perlitických koloniích různý.



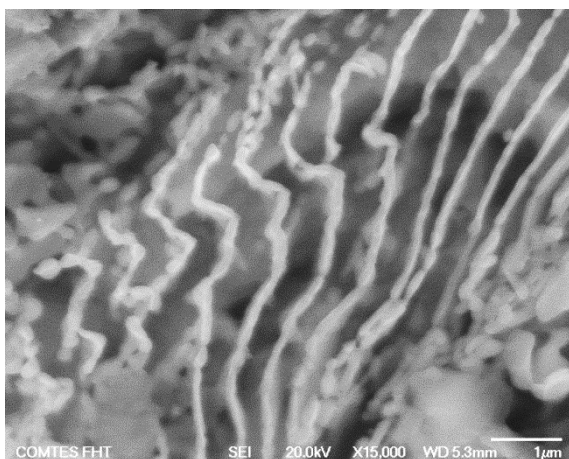
Obr. 63 Mikrostruktura vzorku 11, 342 HV10



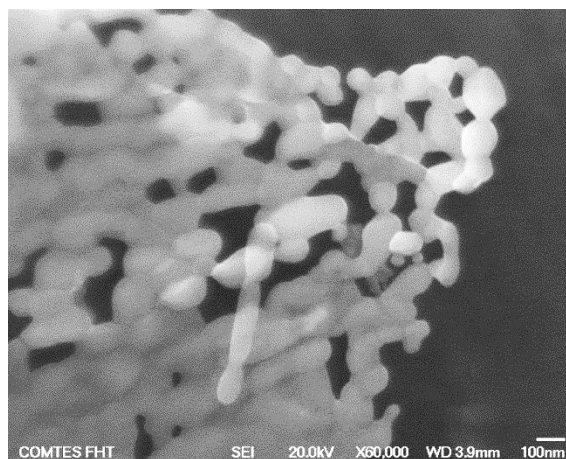
Obr. 64 Mikrostruktura vzorku 13, 344 HV10

Vzorky 12 a 13 podstoupily vyšší intenzitu deformace v oblasti IV, po skončení perlitické transformace, ve čtyřech úběrech 33→26→20→15,5→12 mm. Struktury obou vzorků vykazovaly velký podíl fragmentovaných či sferoidizovaných částic. Pouze přibližně 15 % částic mělo morfologii lamelární (Obr. 64). V případě vzorku 12 byly všechny úběry vloženy bezprostředně po sobě v intervalu přibližně 8 sekund. V důsledku těchto deformačních úběrů byl zaznamenán nárůst teploty pomocí pyrometru na přibližně 780°C na povrchu vzorku. V této struktuře byly pozorovány také částice nového perlitu. Pravděpodobně došlo k přílišnému vyhřátí materiálu v důsledku deformace. V případě režimu 13 byla vložena deformace 33→26→20 mm a poté vzorek chladnul na vzduchu do dosažení teploty v místě IV, tedy 665°C, a poté následovala deformace →15,5→12 mm. Množství vložené deformace bylo stejné, byl však delší čas na difuzi. Zlepšení sferoidizace karbidů oproti režimu 12 nebylo pozorováno.

U vzorku 11 bylo pro zvýraznění morfologie cementitu provedeno hloubkové leptání struktury. Hloubkové leptání bylo provedeno v leptadlu Nital. Vzorky byly na 40 minut ponořeny do Nitalu a důkladně očištěny v metanolu. Poté byly karbidy odděleny v ultrazvukové čističce s metanolem a nanесeny na vyleštěnou měděnou podložku. Tyto částice byly pozorovány v elektronovém mikroskopu. Toto leptání ukazuje perlitické lamely v různém stádiu sferoidizace. Z mikrostruktur bylo zřejmé, že lamely bez plastické deformace nevykazují fragmentaci, nebo pouze v omezené míře. V místech zakřivení lamely, tedy v místech, kde lamely podstoupily deformaci, došlo k výraznější fragmentaci (Obr. 65). Na Obr. 66 jsou zobrazeny jednotlivé cementitické částice, které se vytvořily vlivem deformace a postupného tvoření děr v cementitických lamelách.



Obr. 65 Hloubkové leptání vzorku 11 –
fragmentace lamel v místech deformace



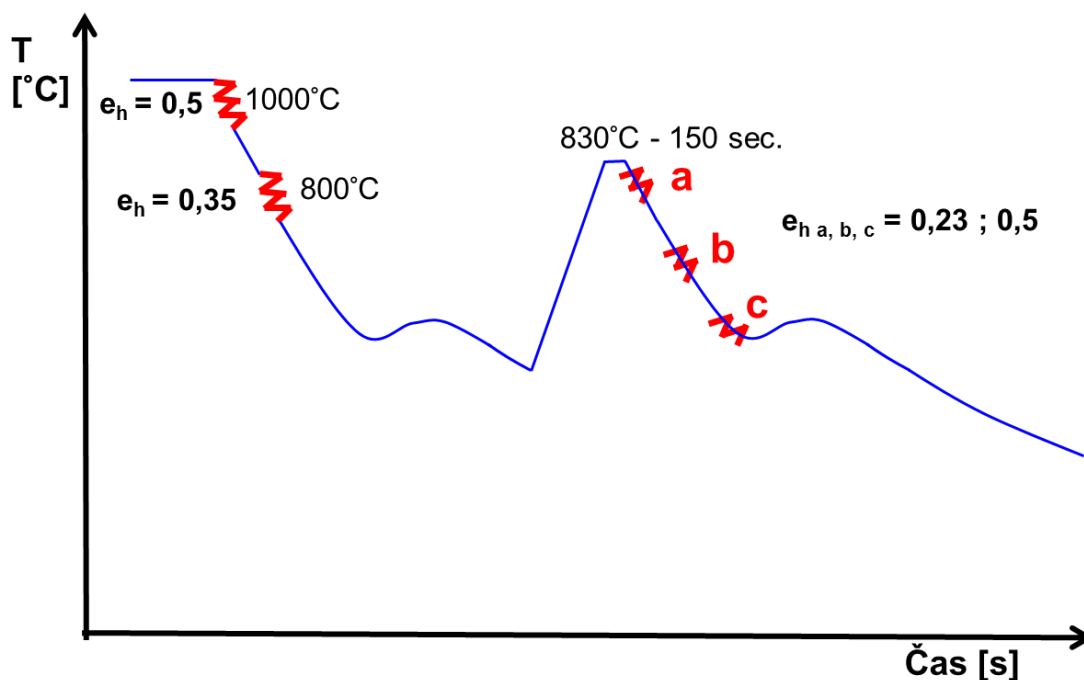
Obr. 66 Hloubkové leptání vzorku 11 – oddělené
karbidy

Mechanické vlastnosti jsou uvedeny v Tab. 7. Deformace měla nejvyšší vliv na mez kluzu v tahu. Vzorek 3, který nebyl deformován v perlitické oblasti měl mez kluzu 639 MPa. V případě vzorku 4, kdy byla deformace vložena těsně před začátkem perlitické transformace (I), se mez kluzu zvýšila na 729 MPa v důsledku menší velikosti vzniklých perlitických kolonií. Pokud byla stejně velká deformace vložena v oblasti po ukončení perlitické transformace (IV - vzorek 10), mez kluzu stoupla na 819 MPa. To pravděpodobně mohlo být způsobeno tím, že hustota dislokací v perlitickém feritu byla zvýšena, protože nedošlo k jeho úplnému zotavení po deformaci. V případě deformace vložené do austenitu před perlitickou přeměnou v místě I došlo k překrytí a vzniku nedeformovaného perlitu. V případě vložení stejné intenzity deformace, ale ve dvou úběrech (vzorek 11), mez kluzu v tahu se zvýšila na 906 MPa. To bylo pravděpodobně způsobeno nižší dovalcovací teplotou. U režimu 12, kdy byla zvýšena deformace i počet úběru oproti režimům 10 a 11, mez kluzu stoupla na 957 MPa. Tyto hodnoty jsou také porovnatelné s režimy 1 a 2, kdy byla deformace vložena do lamelárního perlitu o teplotě těsně pod perlitickou transformací (A_{c1}) (Tab. 6).

Zvýšení intenzity deformace vkládané v oblasti IV, tedy po ukončení perlitické přeměny, způsobilo zvýšení počtu fragmentovaných a sferoidizovaných částic. Přesto deformace ϵ_h 1 nebyla dostatečná pro dokonalou sferoidizaci karbidů. Z tohoto důvodu byly navrženy další režimy, které kombinovaly termomechanické válcování s tepelným zpracováním ve válečkové peci.

Třetí fáze řízeného termomechanického zpracování – válcování a tepelné zpracování v peci

Závěrečná fáze experimentálního programu se zabývala kombinací termomechanického válcování a krátkého přehřevu v peci s cílem získat homogenní strukturu se sferoidizovanými karbidy. Režimy se skládaly z válcování za tepla při teplotě 1000°C a 800°C, chladnutí na vzduchu až do teploty dokončení perlitické přeměny, následný ohřev v peci a event. deformace po vyjmutí z pece, poté bylo zařazeno chladnutí na vzduchu na teplotu okolí. Cílem ohřevu v peci bylo kompletní rozpuštění feritu na austenit a částečné rozpuštění cementitických lamel. Při následném chladnutí by mělo dojít k rozdělené eutektoidní transformaci (divorced eutectoid transformation [17]), tedy ke vzniku globulárních částic, a ne ke vzniku nových perlitických lamel. Finální deformace po přehřevu byla aplikována buď těsně po přehřevu při teplotě přibližně 810°C (a), nebo při teplotě 760°C (b) nebo na počátku perlitické transformace při teplotě přibližně 690°C (c). Schéma termomechanického zpracování je uvedeno v Obr. 67. Jednotlivé režimy jsou uvedeny v Tab. 8.



Obr. 67 Schéma termomechanického zpracování s přihřevem v peci – 3. fáze

Tab. 8 Režimy termomechanického zpracování – 3. fáze – Ohřev na 1000°C, deformace $e_h = 0,5$ (47→36,7→28,5 mm), chladnutí na vzduchu do 800°C, deformace $e_h = 0,35$ (28,5→19,9 mm), přihřev v peci, (deformace v místě a, b nebo c - $e_h = 0,23$ nebo $e_h = 0,5$) a chladnutí na vzduchu

	Přihřev	Finální deformace			$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A_5 [%]	KCV [J/cm ²]	HV10 [-]
		a Úběr [mm]	b Úběr [mm]	c Úběr [mm]					
14	780°C	-	-	-	587	1082	11	6	267
15	800°C	-	-	-	-	-	-	-	281
16	830°C	-	-	-	601	919	21	12	267
17	880°C	-	-	-	632	1087	14	7	293
18	830°C + voda	-	-	-	-	-	-	-	727
19	830°C	19,9→15,8 →12,1	-	-	683	944	21	20	270
20	830°C	-	19,9→15,8 →12,1	-	698	936	22	22	273
21	830°C	-	-	19,9→15,8 →12,1	709	917	20	24	278
22	830°C	19,9→15,8	-	-	653	919	21	20	271
23	830°C	-	19,9→15,8	-	666	912	20	15	271
24	830°C	19,9→17,7 →15,8	-	-	669	912	23	14	274
25	830°C	-	19,9→17,7 →15,8	-	664	911	22	17	271

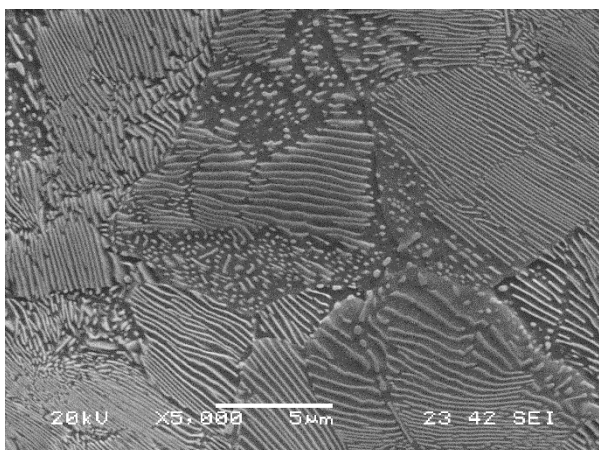
Skutečná logaritmická deformace v jednotlivých variantách činila:

$$e_h = 0,5 \text{ (19,9} \rightarrow \text{15,8} \rightarrow \text{12,1 mm)}$$

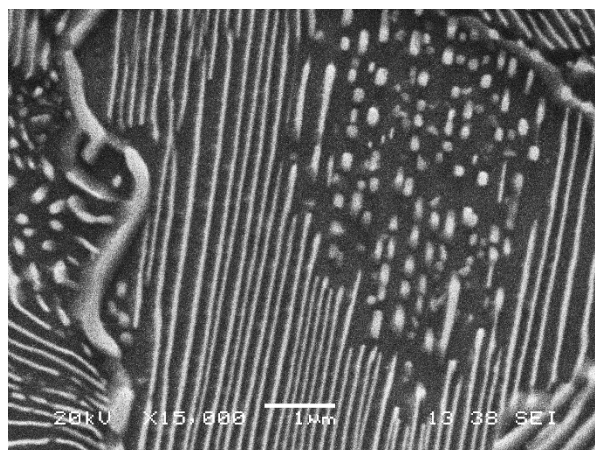
$$e_h = 0,23 \text{ (19,9} \rightarrow \text{15,8 mm)}$$

$$e_h = 0,23 \text{ (19,9} \rightarrow \text{17,7} \rightarrow \text{15,8 mm)}$$

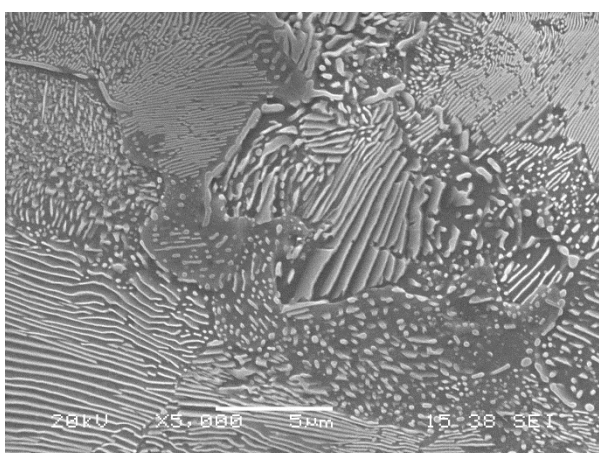
Nejprve byla experimentálně zjišťována vhodná doba teplotní výdrže v peci pro částečné rozpuštění cementitických lamel. Byla zvolena doba v peci 90, 120, 150 a 180 sekund, kde byla teplota 1150°C (vzorky 14, 15, 16, 17). Se vzrůstajícím časem výdrže v peci vlivem přestupu tepla vzrůstala teplota vzorku na povrchu. Teplota na povrchu vzorku byla měřena na každém vzorku pomocí termokamery těsně po vyjmutí z pece. Vzorek 14, který byl v peci po dobu 90 sekund měl teplotu povrchu přibližně 780°C, u vzorku 15, který byl v peci 120 sekund byla teplota na povrchu 800°C, vzorek 16 s výdrží 150 sekund měl teplotu povrchu 830°C a u vzorku 17 s výdrží 180 sekund dosáhla teplota povrchu 880°C. Po přehřevu v peci vzorky byly vzorky chlazeny na vzduchu a u všech byla ze záznamu teplot analyzována perlitická přeměna, která začala při 680°C. Vlivem transformačního tepla stoupla teplota vzorku na povrchu na 690°C. Mikrostruktury vzorků byly pozorovány jak na povrchu, tak ve středu. Pro možnost porovnání s předchozími režimy byly vyhodnoceny mikrostruktury ze středu vzorků.



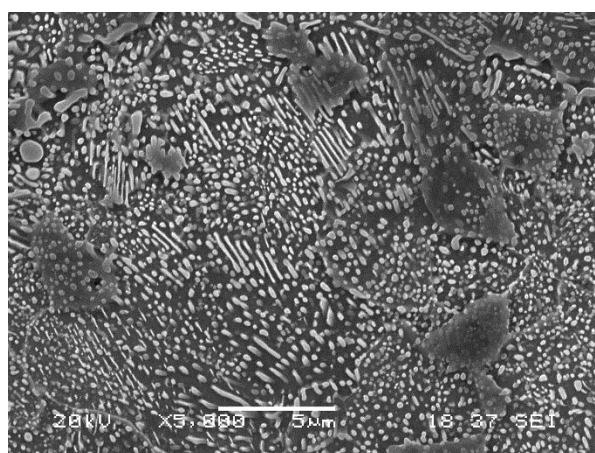
Obr. 68 Mikrostruktura vzorku 14 – 90 s v peci



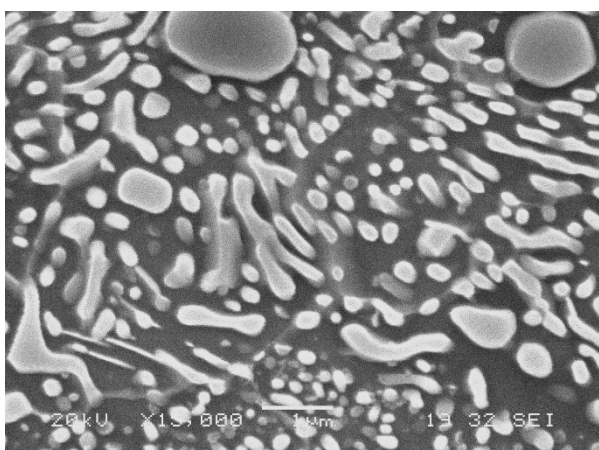
Obr. 69 Mikrostruktura vzorku 14 – 90 s v peci



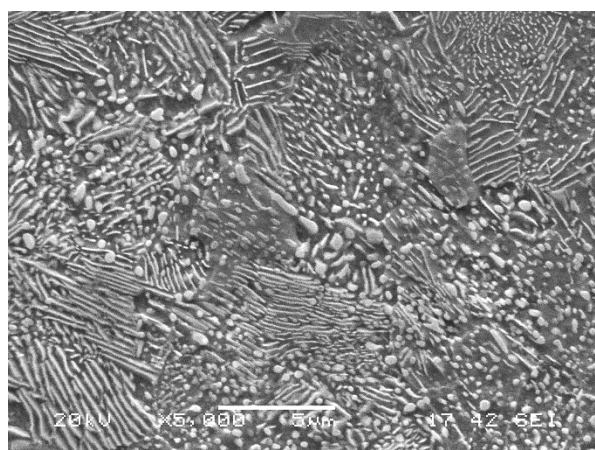
Obr. 70 Mikrostruktura vzorku 15 – 120 s v peci



Obr. 71 Mikrostruktura vzorku 16 – 150 s v peci



Obr. 72 Mikrostruktura vzorku 16 – 150 s v peci



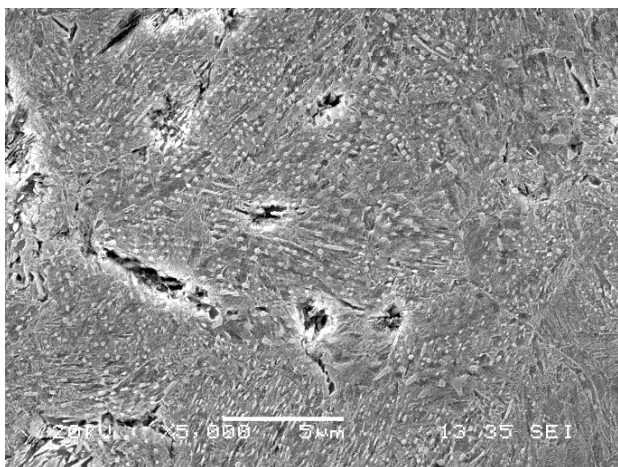
Obr. 73 Mikrostruktura vzorku 17 – 180 s v peci

Mikrostruktura vzorku 14, tedy po výdrži 90 sekund, vykazovala částečnou fragmentaci lamel. Došlo k austenitizaci pouze některých perlitických kolonií, většina lamel se nezměnila oproti původnímu lamelárnímu stavu (Obr. 68, Obr. 69). V oblastech, kde byl cementit fragmentován, se cementit rozpustil vlivem přítomnosti austenitu. Po výdrži v peci po dobu 120 sekund (vzorek 15) bylo pozorováno větší množství fragmentovaného cementitu, přesto některé perlitické kolonie nebyly austenitizovány (Obr. 70). Po 150 sekundách v peci byl veškerý cementit ve středu vzorku 16 fragmentován, došlo tedy k austenitizaci ve všech koloniích

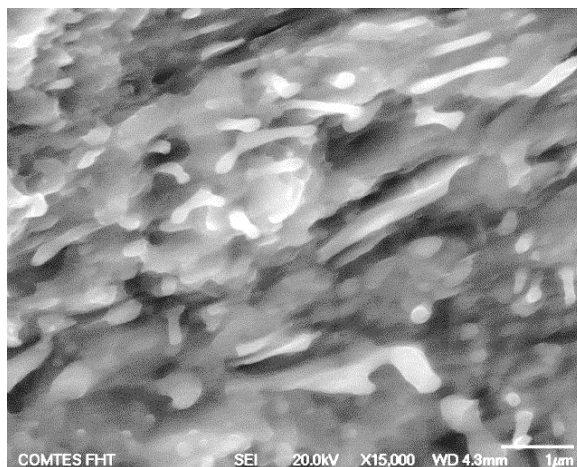
perlitu (Obr. 71, Obr. 72). V tomto vzorku tedy došlo k částečnému rozpuštění lamel a následné rozdělené perlitické transformaci, nevznikl tedy nový lamelární perlit. V případě vzorku 17, tedy po 180 sekundové výdrž, se struktura skládala z fragmentovaných částic a také z nových perlitických lamel (Obr. 73). Vznik těchto lamel byl pravděpodobně způsoben přílišným rozpuštěním původních cementitických lamel během 180 sekund v peci. Rozpustilo se příliš velké množství uhlíku, který všechen nemohl difundovat zpět do částečně rozpuštěných lamel cementitu, ale při ochlazení pod A_{F1} vznikl nový lamelární perlit eutektoidní transformací.

Mechanické vlastnosti jsou uvedeny v Tab. 8. Vzorek 16, tedy vzorek s nejvyšším podílem fragmentovaných částic, vykazoval nižší hodnoty meze pevnosti, vyšší tažnost i vrubovou houževnatost oproti vzorkům 14 a 17.

Z těchto experimentů byla zvolena vhodná doba pro částečné rozpuštění cementitu 150 sekund, tedy příhřev přibližně na teplotu povrchu vzorku 830°C . Vzorek 18 byl zpracovaný stejně jako vzorek 16 pouze s rozdílem, že byl po příhřevu zakalen do vody. Cílem bylo zjistit, jak se chovají lamely během krátkého příhřevu. V mikrostrukturách vzorku 18 byly pozorovány zbytky částečně rozpuštěných cementitických částic v martenzitické matici (Obr. 74). Pro detailnější popis byly cementitické částice pozorovány po hloubkovém leptání struktury (Obr. 75). Perlitické lamely byly fragmentovány během austenitizace do protáhlých částic s tloušťkou okolo 200 nm. Příhřev tedy způsobil částečné rozpuštění všech lamel. Vlivem následné finální deformace došlo ke sferoidizaci karbidů. Tyto částečně rozpuštěné lamely by měly být příznivé jako výchozí struktura pro následnou deformaci, a tím měla vzniknout finální homogenní struktura s dokonale sferoidizovanými karbidy.



Obr. 74 Mikrostruktura vzorku 18

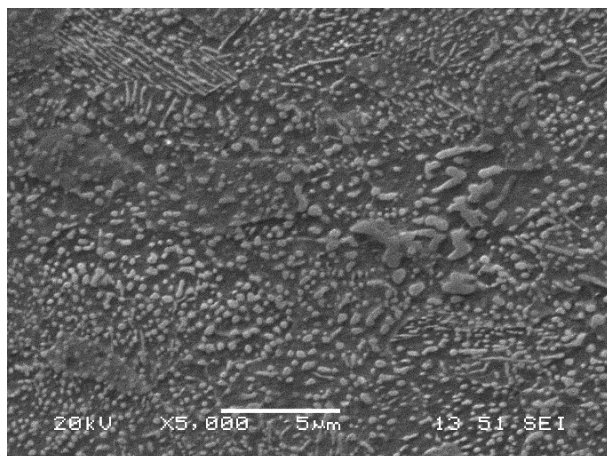


Obr. 75 Hloubkové leptání vzorku 18

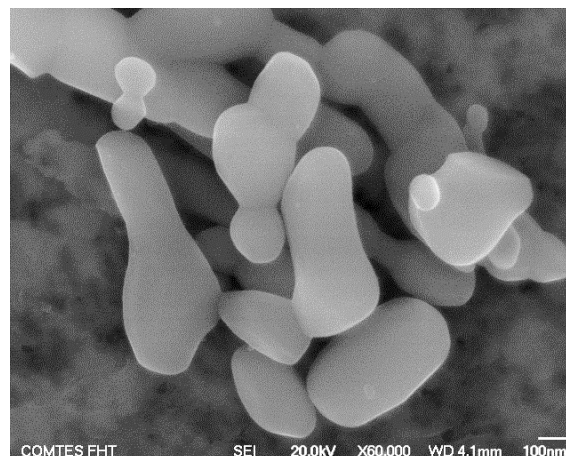
Další experimenty s deformací vloženou po příhřevu v peci byly navrženy dle schématu v Obr. 67. Finální deformace po příhřevu byla vložena, jedním nebo dvěma průchody na válcovací stoličce, buď těsně po příhřevu (a), v průběhu ochlazování na vzduchu zhruba v polovině času mezi koncem příhřevu a začátkem přeměny (b) nebo těsně před začátkem perlitické přeměny (c).

Vzorek 19 podstoupil finální deformaci těsně po příhřevu (a – 810°C) ve dvou úběrech $19,9 \rightarrow 15,8 \rightarrow 12,1$ mm, vzorek 20 podstoupil stejnou deformaci v průběhu ochlazování na vzduchu v místě b (760°C), vzorek 21 v místě c (690°C), tedy těsně před začátkem perlitické transformace (Obr. 67). Tato logaritmická deformace činila ve všech třech případech $\epsilon_{na} = 0,5$. Mikrostruktury těchto třech vzorků byly obdobné, skládaly se z globulárních karbidů a ojediněle se objevovaly nedokonale sferoidizované částice cementitu ve feritické matici (Obr. 76, Obr. 77). U vzorku 19, který byl deformován těsně po příhřevu byla pozorována

přítomnost nového lamelárního perlitu pravděpodobně z důvodu zvýšení teploty deformačním teplem (Obr. 76). Další režimy byly navrženy pouze v oblasti těsně za přehřevem při teplotě 810°C (a) a při teplotě 760°C (b). Čím je teplota válcování vyšší, válcovací odpory jsou nižší, což je z technologického hlediska výhodnější a lépe proveditelné.



Obr. 76 Mikrostruktura vzorku 19, 270 HV10



Obr. 77 Hlubkové leptání vzorku 19, 270 HV10

Režimy 22, 23, 24 a 25 byly navrženy s menší vloženou finální deformací $e_{h,a,b} = 0,25$ při teplotě 810 a 760°C. V případě režimů 22 a 23 byla finální deformace vložena v jednom kroku (19,9→15,8 mm) v místě (a), resp. (b). Vzorky 24 a 25 byly deformovány ve dvou krocích 19,9→17,7→15,8 mm v místě (a), resp. (b). Mezi mikrostrukturami těchto režimů nebyl pozorován významný rozdíl. Mikrostruktury se skládaly z globulárních karbidů s malým podílem protáhlých cementitických částic ve feritické matici. Vložení deformace po přehřevu tedy způsobilo dokončení sferoidizačního procesu, který byl nastartován při částečném rozpuštění cementitických lamel během přehřevu.

Mechanické vlastnosti těchto vzorků jsou uvedeny v Tab. 8. Všechny vzorky s přehřevem a následně vloženou deformací vykazovaly nižší hodnoty meze kluzu a pevnosti, tvrdosti, vyšší tažnost a vrubovou houževnatost v porovnání s režimy bez přehřevu a s deformací vloženou v oblasti perlitické přeměny (Tab. 7). Se snižující se teplotou deformace (19,9→15,8→12,1 mm - 810°C (a), 760°C (b), 690°C (c)), vložené po přehřevu, tedy vzorky 19, 20 a 21, se zvyšovala mez kluzu v tahu. Hodnoty pevnosti a tvrdosti se příliš nelišily. V případě vložené nižší deformace (19,9→15,8 a 19,9→17,7→15,8 mm) (vzorky 22 až 25), byla mez kluzu v tahu nižší. Hodnoty tvrdosti se opět příliš nelišily a pohybovaly se okolo 270 HV10.

5.1.3 Shrnutí termomechanického zpracování

Experimentální zpracování vzorků z oceli C45 a 100CrMnSi6-4 přineslo následující zjištění. Nejpříznivější stav sferoidizace karbidů byl dosažen při vložení intenzivní deformace ($e_{ef} > 3$) tvářením na hydraulickém lisu při teplotě pod A_{c1} . Ve středové lokalitě vzorku vznikla jemnozrná rekrytalizovaná struktura s příznivou distribucí sferoidizovaných karbidů. Příznivé byly v této oblasti také mechanické vlastnosti. V oblasti mimo střed vzorku, kde byla intenzita deformace nižší, došlo ke sferoidizaci karbidů pouze částečně. V případě vložení nižší intenzity deformace do materiálu, termomechanický režim bylo nutno modifikovat, aby bylo dosaženo požadované sferoidizace karbidů. Jednou z možností bylo, v případě ložiskové oceli, vložení teplotního přehřevu do interkritické oblasti teplot a následné deformace v průběhu řízeného ochlazování ($e_{ef} > 0,2$). Toto experimentální zpracování bylo ověřeno na válcovací stolici, kde bylo dosaženo homogenní sferoidizované jemnozrné struktury v celém objemu vzorku.

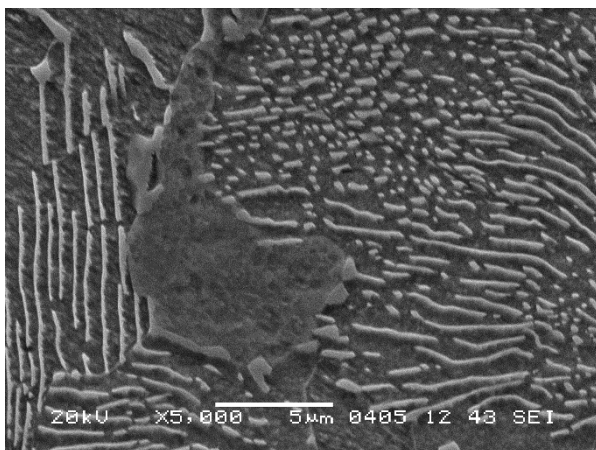
5.2 Tepelné zpracování

Tepelné zpracování bylo rozděleno do několika etap. Nejprve jsou v krátkosti uvedeny předchozí experimentální výsledky zrychlené sferoidizace karbidů při tepelném zpracování na oceli C45. Následuje popis experimentálního vývoje zrychlené sferoidizace karbidů na oceli 100CrMnSi6-4, který byl realizován v kalicím dilatometru na malých vzorcích, kde je možné s výhodou rychle měnit parametry tepelného zpracování a zároveň sledovat dilatometrické změny ve vzorku. Druhá část experimentálního programu na ložiskové oceli byla provedena na větších vzorcích pomocí indukčního ohřevu ve středofrekvenčním měničci kmitočtu, který se v praxi běžně používá pro průběžné tepelné zpracování dlouhých polotovarů. Poslední, třetí část experimentálního tepelného zpracování, byla věnována popisu vlastností finálních zakalených a popuštěných součástí po zrychlené sferoidizaci, které byly porovnávány s vlastnostmi zakalených a popuštěných součástí po konvenčním dlouhodobém žhání.

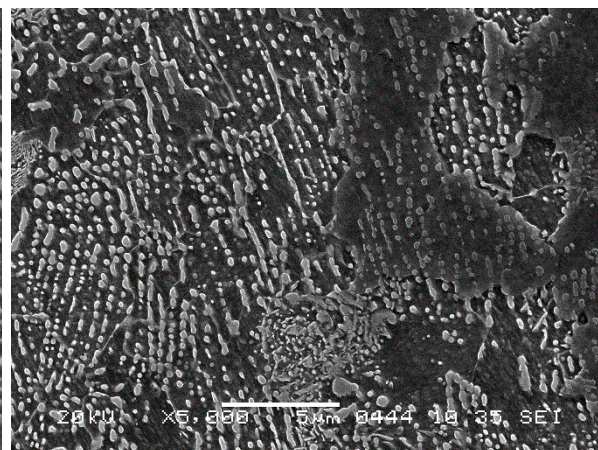
5.2.1 Úvod k experimentálnímu programu zrychlené sferoidizace karbidů – ocel C45

Režimy tepelného zpracování na ložiskové oceli 100CrMnSi6-4 byly navrženy dle zkušeností z předchozího rozsáhlého experimentálního programu především na konstrukční uhlíkové oceli C45. Tepelné zpracování oceli C45 bylo provedeno pomocí fyzikálního simulátoru Material Test System 810 (MTS) s odporovým ohřevem. Výchozí mikrostruktura materiálu byla perliticko-feritická s lamelární morfologií perlitu (Obr. 78) s velikostí feritického zrna do 30 μm . Fyzikální simulátor umožňuje rychlé řízené změny teplot a zároveň je možné na získaných teplotních křivkách odečíst transformační teploty při daném tepelném zpracování.

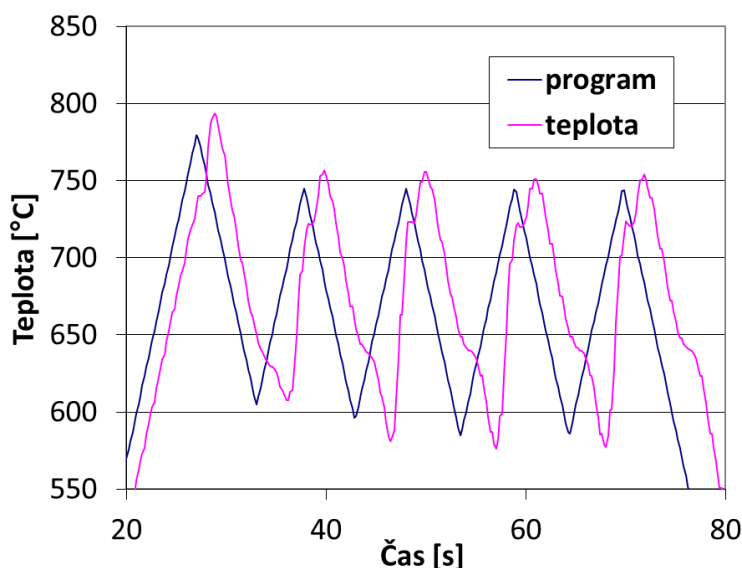
Po rozsáhlém experimentálním programu na této oceli byl vyvinut režim, který vedl ke sferoidizaci karbidů. Tepelné zpracování spočívalo v ohřevu rychlostí 35°C/s na teplotu 800°C, následném ochlazení na teplotu 610°C, tedy pod teplotu A_{r1} , a dále následovaly další čtyři teplotní cykly s maximální teplotou ohřevu 750°C a minimální teplotou 570°C (Obr. 80).



Obr. 78 Mikrostruktura výchozího stavu oceli C45



Obr. 79 Mikrostruktura oceli C45 po tepelném zpracování v termomechanickém simulátoru



Obr. 80 Režim tepelného zpracování oceli C45 v termomechanickém simulátoru

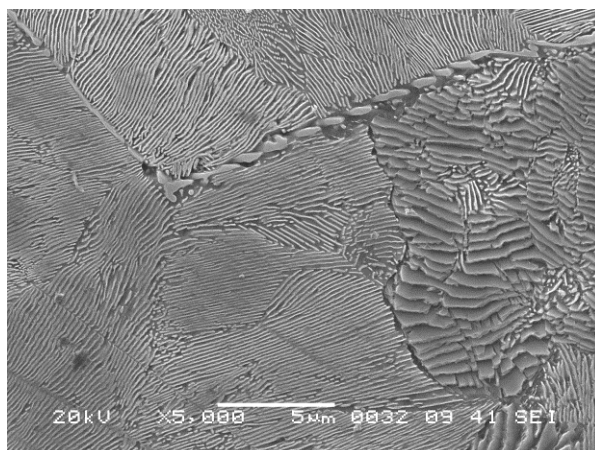
Na metalografickém snímku (Obr. 79) bylo vidět pokročilé stádium sferoidizace karbidů s malým podílem nesferoidizovaného cementitu. Z rozboru metalografické analýzy lze usuzovat, že mechanismus zrychlené sferoidizace je pravděpodobně založený na opakovaném částečném rozpuštění cementitické lamely po austenitizaci matrice, tedy feritu. V tomto případě tepelného zpracování je velice náročné zachytit správný interval teplotního cyklování pro dokonalou sferoidizaci karbidů. Při zvolení příliš vysoké teploty došlo k přílišnému rozpuštění cementitu a následnému vzniku nového lamelárního perlitu. V případě zvolení naopak nízké teploty cyklů nedošlo ke vzniku austenitu v celém objemu materiálu, a proto ani ke sferoidizaci karbidů. Ve struktuře zůstal původní lamelární cementit. Lze tedy předpokládat, že pro úspěšný proces sferoidizace karbidů je důležité pouze těsné překročení teploty A_{c1} , následné rychlé ochlazení pod teplotu A_{r1} a opakování těchto teplotních cyklů. Cyklický ohřev vzorku těsně nad teplotu A_{c1} a ochlazování pod A_{r1} je zaznamenáno v Obr. 80, kde byly pozorovány transformační přeměny, ke kterým docházelo při ohřevu i při ochlazování.

5.2.2 Zrychlená sferoidizace karbidů v oceli 100CrMnSi6-4 v kalicím dilatometru

Výchozí materiál pro experimentální program tepelného zpracování v kalicím dilatometru byl dodán od firmy INPO, spol. s r.o., Kovárna Hošťálková ve tvaru koule o průměru 150 mm po kování za tepla. Tvrdost činila 351 HV10. Chemické složení této oceli je uvedeno v Tab. 9. Výchozí mikrostruktura byla perlitická s malým množstvím sekundárního cementitu vyloučeného po hranicích původních austenitických zrn (Obr. 81).

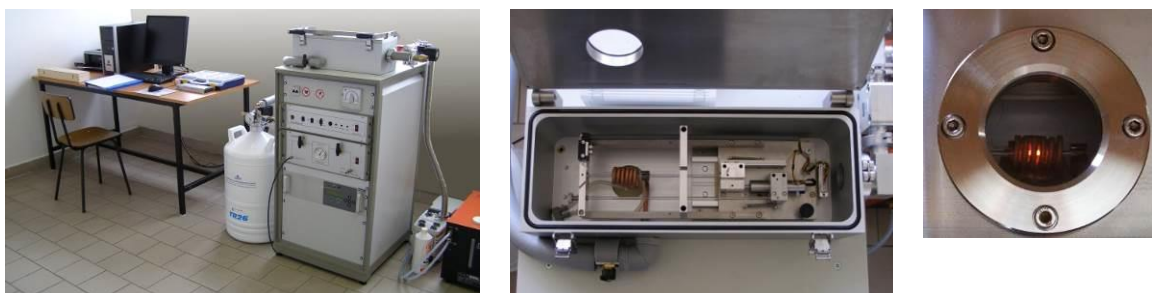
Tab. 9 Chemické složení oceli 100CrMnSi6-4 [hm. %] pro tepelné zpracování v kalicím dilatometru

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	Al
1,04	0,55	1,10	0,013	0,004	1,45	0,004	0,020	0,010	0,002
As	B	Ce	Co	N	Nb	Pb	Sb	Sn	Zr
0,004	0,003	<0,003	0,004	0,013	<0,001	<0,003	<0,005	0,002	<0,001
Ta	La	Ti	V	W					
<0,001	<0,001	<0,000	0,003	<0,005					



Obr. 81 Východí mikrostruktura oceli 100CrMnSi6-4 pro tepelné zpracování v kalicím dilatometru

K experimentu tepelného zpracování byl využit kalicí dilatometr Linseis L78 RITA (Rapid Induction Thermal Analysis) (Obr. 82), ve kterém jsou vzorky indukčně ohřívány a chlazeny proudem plynu. Tento přístroj umožňuje přesně a s velmi krátkou odezvou řídit teplotu vzorků při ohřevu a ochlazování až do rychlosti 200°C/s. Kromě toho záznam změny délky detekuje čas a teploty probíhajících fázových přeměn. Tepelné zpracování bylo provedeno na vzorcích o průměru 3 mm a délce 10 mm. Teplota byla měřena navařeným termočlánkem na povrchu vzorku.



Obr. 82 Kalicí dilatometr

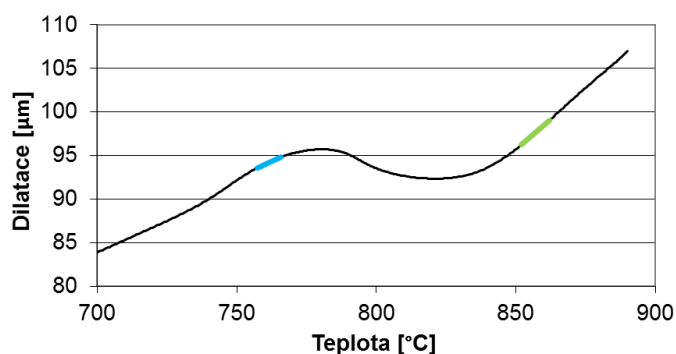
Dále byly pro experiment využity přístroje a zařízení:

- Nikon eclipse MA200 – metalografický světelný mikroskop s programem NIS ELEMENTS 3.2 pro obrazovou analýzu
- Jeol JSM – 63840 – elektronový mikroskop s EDX analyzátozem
- Steuers DuraScan – systém pro měření tvrdosti dle Vickerse s možností volby zatížení od HV0,001 do HV10
- Optický emisní spektrometr Bruker Q4 TASMAN

Tepelné zpracování oceli 100CrMnSi6-4 v kalicím dilatometru bylo rozděleno do třech fází. Jednotlivé režimy jsou uvedeny v Tab. 10, Tab. 11, Tab. 12.

První fáze zpracování – teplotní prodlevy mezi cykly na minimální i maximální teplotě

V případě ložiskové oceli 100CrMnSi6-4 se předpokládá vyšší stabilita cementitu díky výskytu chromu v materiálu [14]. Z tohoto důvodu byly v první fázi experimentu mezi jednotlivé teplotní cykly vloženy prodlevy jak na maximální teplotě ohřevu, tak na teplotě minimální (Obr. 84, Obr. 85).



Obr. 83 Dilatometrická křivka při ohřevu rychlostí 50°C/s

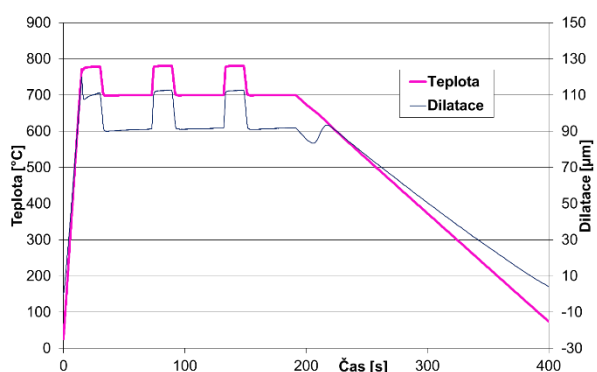
Teplota ohřevu a prodlev byla určena dle dilatometrické křivky, která byla vyhodnocena ze záznamu teploty pomocí navařeného termočlánu z kalicího dilatometru. Rychlost ohřevu byla 50°C/s. Teplota A_{c1} byla vyhodnocena na přibližně 760°C a teplota A_{c3} na 860°C.

V této fázi byly odzkoušeny dva režimy se třemi teplotními cykly (Tab. 10). Jednalo se o opakovanou částečnou austenitizaci a zpětnou perlitickou přeměnu, tedy rozpad austenitu na perlit. Režim D3×15s+p40 se skládal z ohřevu rychlostí 50°C/s na teplotu 780°C, 15 sekund dlouhé prodlevy, ochlazení rychlostí 50°C/s na teplotu 700°C, 40 sekund dlouhé prodlevy, poté znovu ohřev na teplotu 780°C, 15 sekund prodleva, ochlazení na teplotu 700°C, 40 sekund prodleva, znovu ohřev na 780°C, 15 sekund prodleva, ochlazení na 700°C, 40 sekund prodleva a ochlazení na teplotu okolí rychlostí 3°C/s (Obr. 84). Režim D3×15s+p600 byl navržen obdobně. Také se skládal ze tří teplotních cyklů s maximální teplotou 780°C a minimální 700°C. Po třech teplotních cyklech následovala teplotní prodleva na teplotě 710°C po dobu 10 minut a chladnutí na teplotu okolí rychlostí 3°C/s (Obr. 85).

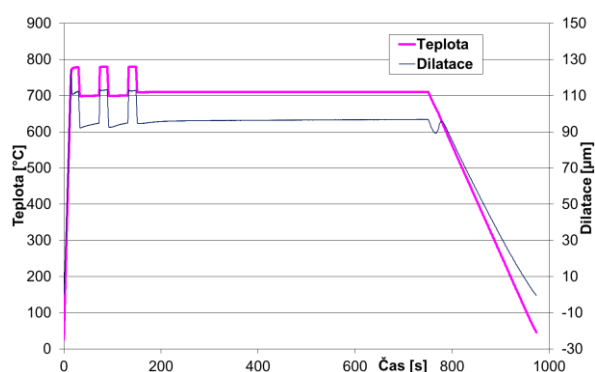
Značení těchto dvou režimů informovalo o počtu teplotních cyklů, délce prodlev na maximální teplotě ohřevu a prodlevě vložené na minimální teplotě po třech teplotních cyklech:

D3×15s+p600

Dilatometr → 600 sekund teplotní prodleva za teplotními cykly
3 teplotní cykly → 15 sekund prodleva na maximální teplotě ohřevu



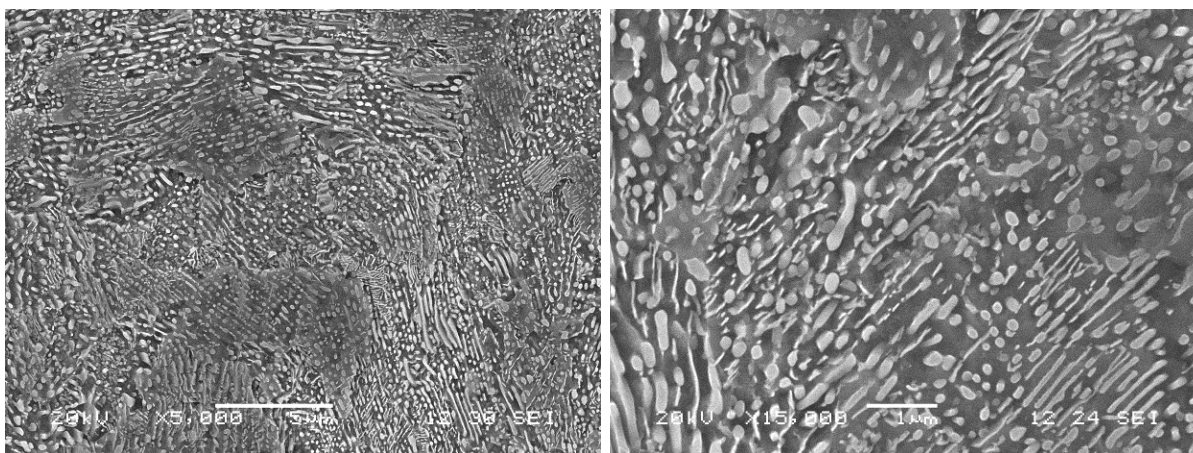
Obr. 84 Režim D3×15s+p40 tepelného zpracování v dilatometru



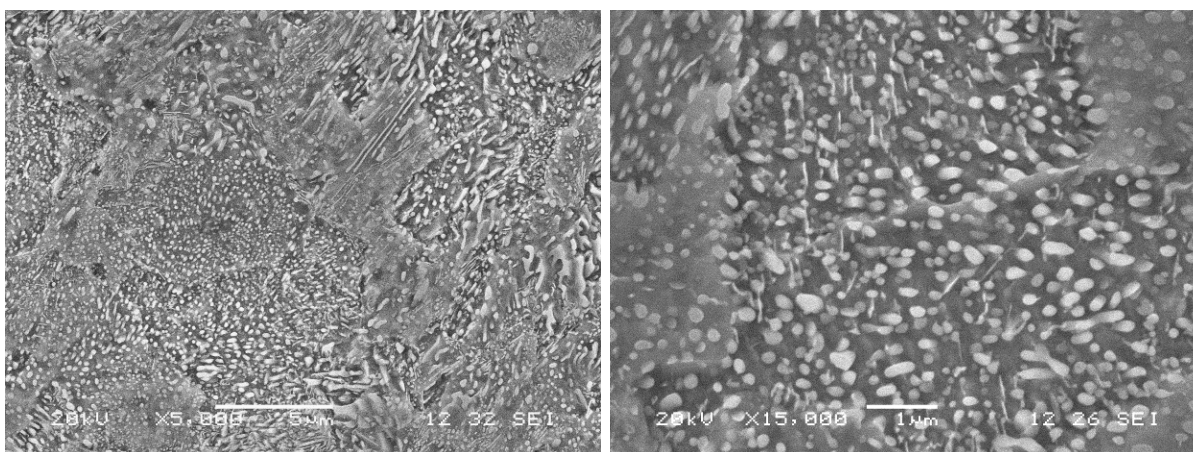
Obr. 85 Režim D3×15s+p600 tepelného zpracování v dilatometru

Tab. 10 Režimy tepelného zpracování v kalicím dilatometru – 1. fáze

Režim	Popis tepelného zpracování	Tvrдость HV10
D3×15s+p40	Ohřev rychlostí 50°C/s na 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení rychlostí 50°C/s na teplotu 700°C-40 s prodleva / + ještě 2 stejné teplotní cykly a chladnutí na teplotu okolí rychlostí 3°C/s (Obr. 84)	321
D3×15s+p600	Ohřev rychlostí 50°C/s na 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení rychlostí 50°C/s na teplotu 700°C-40 s prodleva / + 2 stejné teplotní cykly s 600 sekundovou prodlevou na teplotě 710°C na konci třetího cyklu a chladnutí rychlostí 3°C/s (Obr. 85)	313



Obr. 86 Mikrostruktury vzorku D3×15s+p40, 321 HV10



Obr. 87 Mikrostruktury vzorku D3×15s+p600, 313 HV10

Mikrostruktury obou vzorků byly velice obdobné (Obr. 86, Obr. 87). Ve strukturách se objevovaly jak zbytky původních lamel, tak nové perlitické lamely vzniklé při poslední perlitické přeměně při chladnutí. Struktura po delší, 600 sekundové, teplotní výdrži (D3×15s+p600) se jevila jako více sferoidizovaná (Obr. 87). Tvrдость tohoto vzorku byla nižší (313 HV10) oproti vzorku s kratší teplotní výdrží (D3×15s+p40 ; 321 HV10). Vyšší teplota prodlevy a delší čas na prodlevě podpořila sferoidizaci karbidů. Z dilatačních křivek (Obr. 84, Obr. 85) bylo zřejmé, že mezi teplotními cykly nedošlo k úplné transformaci austenitu na perlit.

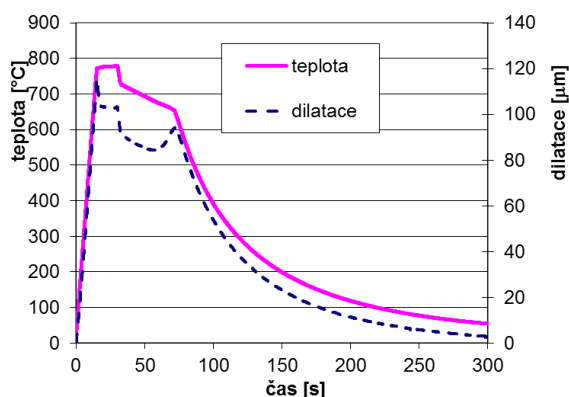
V obou případech k úplné přeměně došlo až při pomalejším finálním ochlazování na teplotu okolí. Z tohoto důvodu byly pro další fázi navrženy režimy, ve kterých ochlazování mezi teplotními výdržemi a také chladnutí na teplotu okolí probíhalo rychlostí, která simulovala chladnutí 15-ti mm tyče na vzduchu z důvodu následného reálného zpracování na tyčích tohoto průměru. Pokles teploty mezi teplotními výdržemi byl zvolen tak, aby došlo k úplnému rozpadu austenitu na perlit.

Druhá fáze zpracování – teplotní cykly bez prodlev na minimální teplotě + chladnutí na vzduchu

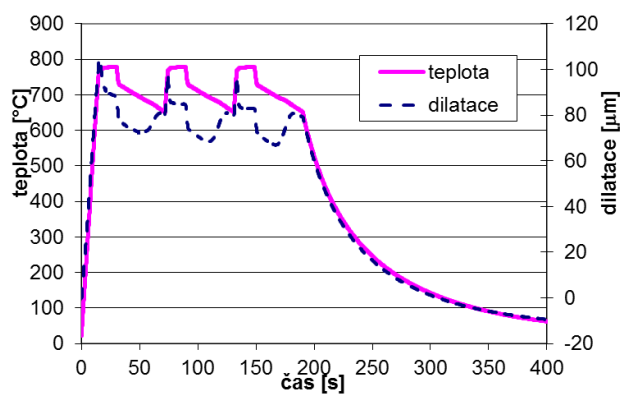
Experimentální režimy byly navrženy pro zjištění vlivu délky teplotní prodlevy na maximální teplotě ohřevu a počtu teplotních cyklů na sferoidizaci karbidů a tvrdost. Nejprve byl realizován režim zajišťující částečné rozpuštění cementitických lamel v austenitu a zpětnou perlitickou přeměnu při ochlazení. Tento režim se skládal z ohřevu na teplotu 780°C rychlostí 50°C/s, 45 sekundové prodlevy a ochlazení na teplotu okolí. Ochlazování bylo z počátku (do teploty 740°C) provedeno rychlostí 30°C/s, poté 3°C (režim D1×45s). Účelem bylo simulovat chladnutí 15-ti mm tyče na vzduchu. Další dva režimy byly navrženy obdobně, ale se zkrácenou dobou austenitizace, a to na 30 a 15 sekund (D1×30s a D1×15s Obr. 88). Následovaly režimy, které se skládaly z opakovaných cyklů částečné austenitizace a následného rozpadu austenitu. Maximální teplota těchto cyklů byla 780°C a minimální 650°C. Počet teplotních cyklů byl zvolen 1, 2, 3 a 5 a různé délky prodlev pro detailnější podchycení vlivu na sferoidizaci karbidů. Schéma režimu se třemi teplotními cykly D3×15s je uvedeno v Obr. 89 [67]. Přehled režimů tepelného zpracování z této etapy je názorně vidět ve schématu (Obr. 90) a v tabulce režimů (Tab. 11).

Značení těchto režimů informovalo, obdobně jako v předchozí fázi tepelného zpracování, o počtu teplotních cyklů a délce prodlev na maximální teplotě ohřevu:

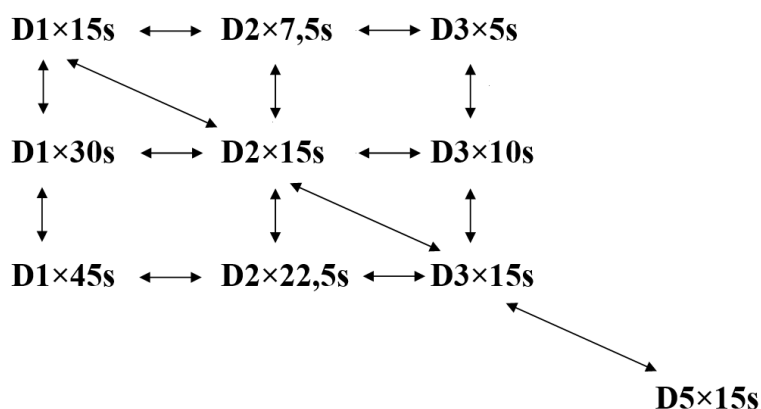
D3×15s
↓ Dilatometr → 3 teplotní cykly → 15 sekund prodleva na maximální teplotě ohřevu



Obr. 88 Režim D1×15s tepelného zpracování v dilatometru



Obr. 89 Režim D3×15s tepelného zpracování v dilatometru

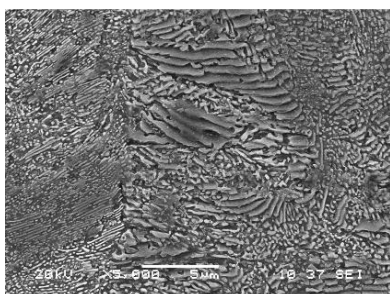


Obr. 90 Schéma režimů 2. fáze tepelného zpracování v dilatometru

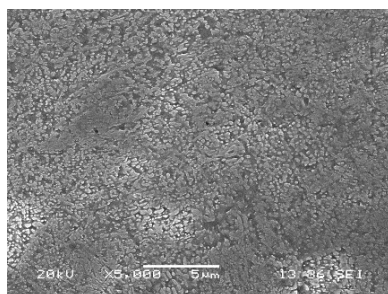
Tab. 11 Režimy tepelného zpracování v kalicím dilatometru – 2. fáze

Režim	Popis tepelného zpracování	Tvrdość HV10
D1×15s	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-15 sekund prodleva / simulace chladnutí na vzduchu	305
D1×30s	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-30 sekund prodleva / simulace chladnutí na vzduchu	316
D1×45s	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-30 sekund prodleva / simulace chladnutí na vzduchu	316
D2×7,5s	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-7,5 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / ohřev na 780°C-7,5 s prodleva / simulace chladnutí na vzduchu	301
D2×15s	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / ohřev na 780°C-15 s prodleva / simulace chladnutí na vzduchu	289
D2×22,5s	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-22,5 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / ohřev na 780°C-22,5 s prodleva / simulace chladnutí na vzduchu	300
D3×5s	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-5 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 2 stejné teplotní cykly a simulace chladnutí na vzduchu	281
D3×10s	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-10 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 2 stejné teplotní cykly / simulace chladnutí na vzduchu	287
D3×15s	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 2 stejné teplotní cykly / simulace chladnutí na vzduchu	277
D5×15s	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 4 stejné teplotní cykly / simulace chladnutí na vzduchu	283

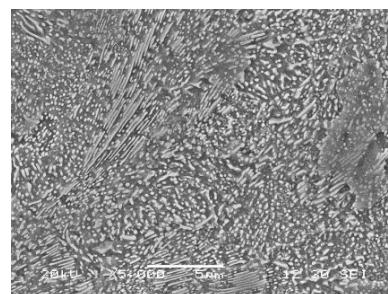
Na následujících obrázcích jsou zobrazeny metalografické snímky a tvrdosti všech vzorků zpracovaných jednotlivými režimy tepelného zpracování dle schématu na Obr. 90.



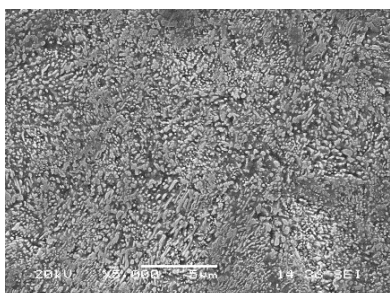
Obr. 91 D1×15s, 305 HV10



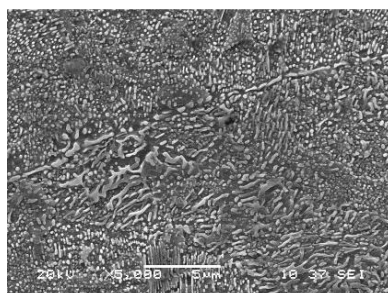
Obr. 92 D2×7,5s, 301 HV10



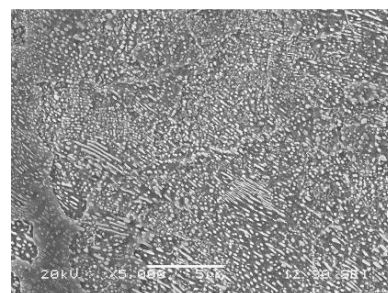
Obr. 93 D3×5s, 281 HV10



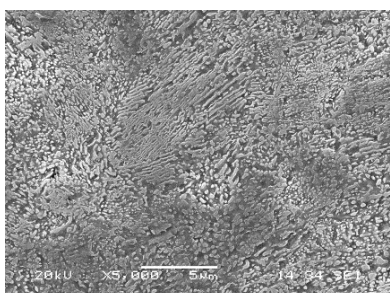
Obr. 94 D1×30s, 316 HV10



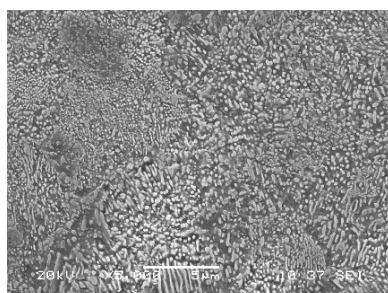
Obr. 95 D2×15s, 289 HV10



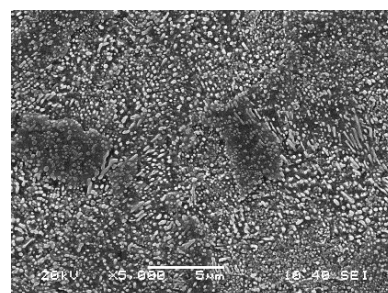
Obr. 96 D3×10s, 287 HV10



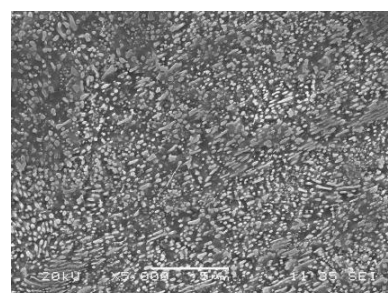
Obr. 97 D1×45s, 316 HV10



Obr. 98 D2×22,5s, 300 HV10



Obr. 99 D3×15s, 277 HV10

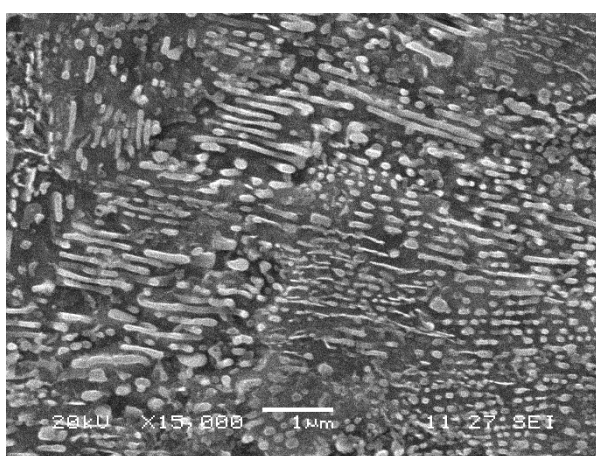


Obr. 100 D5×15s, 283 HV10

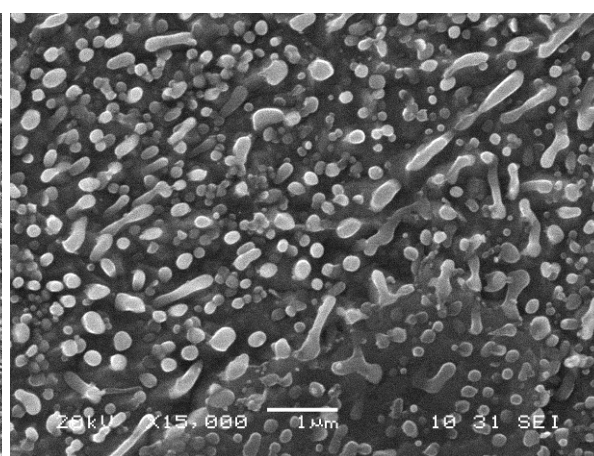
Pomocí metalografické analýzy byl zjištěn vliv parametrů tepelného zpracování na strukturu. Při aplikaci režimu tepelného zpracování s jednou patnácti sekundovou prodlevou nedošlo (D1x15s) k úplné modifikaci původních cementitických lamel. Ve struktuře jsou patrné lamely původního cementitu, které se rozpadají na globulární či tyčinkovité fragmenty (Obr. 91). Jemné lamely nového cementitu nebyly pozorovány. Tvrdost tohoto vzorku činila 305 HV10. Při prodlužování teplotní prodlevy na 30 a 45 sekund došlo ke zvýšení podílu sferoidizovaných

karbidů ve struktuře (Obr. 94, Obr. 97). Hodnoty tvrdosti to však nepotvrdily, shodně dosahovaly 316 HV10 (Tab. 11).

Při realizaci režimů s jedním, dvěma a třemi cykly s prodlevou 15 sekund, metalografická analýza dokázala zřejmý vliv na modifikaci struktury. Fragmentace cementitických lamel byla se vzrůstajícím počtem teplotních cyklů významnější (Obr. 91, Obr. 95, Obr. 99). Na Obr. 101 (D1×15s) a Obr. 102 (D3×15s) jsou znázorněny mikrostruktury s větším zvětšením. Při aplikaci režimu se třemi teplotními cykly došlo k téměř dokonalé sferoidizaci cementitu (Obr. 102). To se odrazilo i ve snížení tvrdosti. Tvrdost vzorku zpracovaného režimem D2×15s činila 289 HV10 a vzorku D3×15s 277 HV10. Navýšení počtu teplotních cyklů ze tří na pět se již dále neprojevovalo na sferoidizaci karbidů ani na tvrdosti materiálu. Ve struktuře se stejně jako u režimu se třemi teplotními cykly objevovaly pouze zbytky nedokonalé sferoidizovaného cementitu (Obr. 100). Tvrdost se také příliš nelišila. U režimu se třemi cykly D3×15s činila 277 HV10, u režimu s pěti teplotními cykly D5×15s 283 HV10.

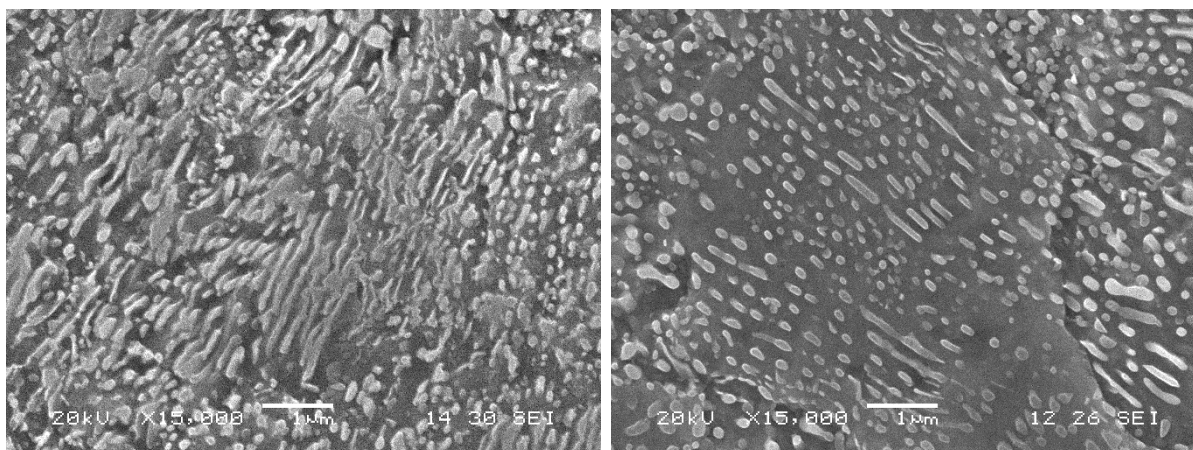


**Obr. 101 Mikrostruktura vzorku D1×15s,
305 HV10**



**Obr. 102 Mikrostruktura vzorku D3×15s,
277 HV10**

Vzorek zpracovaný režimem se třemi teplotními cykly s prodlevami dlouhými pět sekund (D3×5s) vykazoval větší podíl sferoidizovaných karbidů (Obr. 93) než vzorek zpracovaný režimem s 15 sekund dlouhou prodlevou a následného ochlazení (D1×15s - Obr. 91). Tvrdost vzorku s vícenásobným ohřevem byla 281 HV10, tvrdost vzorku s 15 sekund dlouhou prodlevou byla 305 HV10. Obdobně vzorek zpracovaný režimem se třemi teplotními cykly s prodlevami 10 sekund D3×10s vykazoval větší podíl sferoidizovaných karbidů (Obr. 96) než vzorek s jednou 30sekundovou prodlevou D1×30s (Obr. 94). Mikrostruktury jsou zobrazeny ve větších zvětšeních na Obr. 103 a Obr. 104. Vícenásobný ohřev způsobil pokles tvrdosti z 316 HV10 (D1×30s) na 287 HV10 (D3×10s). Obdobně vzorek zpracovaný režimem D3×15s vykazoval vyšší podíl sferoidizovaných karbidů (Obr. 99) než vzorek zpracovaný režimem D1×45s (Obr. 97). Tvrdost opět klesala s navýšením počtu teplotních cyklů z 316 HV10 na 277 HV10 (Tab. 11).



**Obr. 103 Mikrostruktura vzorku D1×30s,
316 HV10**

**Obr. 104 Mikrostruktura vzorku D3×10s,
287 HV10**

Další parametr tepelného zpracování byla délka prodlevy u třech teplotních cyklů. V případě třech teplotních cyklů bylo pozorováno, že s prodlužováním prodlevy, tedy 5, 10, 15 sekund, se míra sferoidizovaných karbidů zvyšuje (Obr. 93, Obr. 96, Obr. 99). Tvrdosti všech třech vzorků byly obdobné, a to, 281, 287 a 277 HV10.

Vliv parametrů tepelného zpracování na velikost karbidů po sferoidizaci nebyl pozorován.

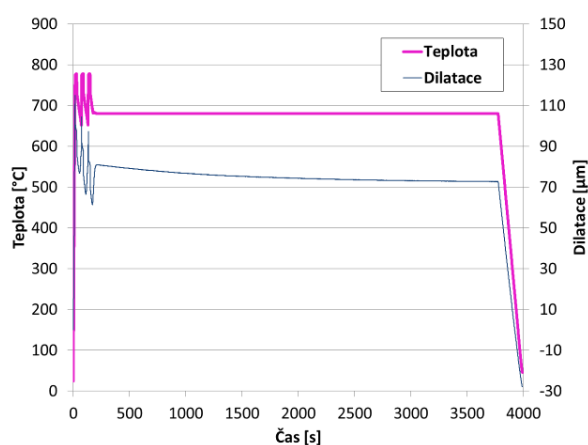
Třetí fáze zpracování – teplotní prodlevy za cykly pro dosažení hrubších karbidů

Třetí fáze tepelného zpracování byla navržena za účelem zhrubnutí karbidů a celkovému odpevnění struktury především z důvodu lepší obrobitelnosti materiálu. Režimy vycházely z režimu třech teplotních cyklů na teplotě 780°C a chladnutí na vzduchu (D3×15s), kde byl dosažen nejvyšší podíl sferoidizovaných karbidů a nejnižší tvrdost. Za tyto tři teplotní cykly byla vložena teplotní výdrž na různých teplotách nebo pomalé chladnutí na teplotu okolí. Jak teplotní výdrž, tak pomalé chladnutí na teplotu okolí, by mohlo pozitivně ovlivnit odpevnění materiálu a vést k hrubnutí sferoidizovaných karbidů pro lepší obrobitelnost materiálu. Režimy této fáze jsou zobrazeny v následující Tab. 12 a podrobněji popsány a schematicky zobrazeny níže.

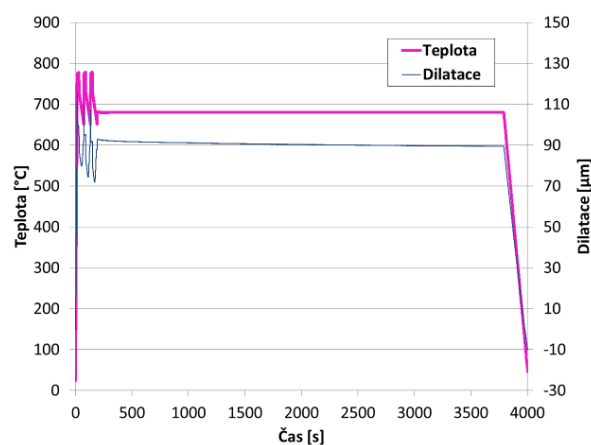
Tab. 12 Režimy tepelného zpracování v kalicím dilatometru – 3. fáze

Režim	Popis tepelného zpracování	Tvrdość HV10
D3×15s-680-1h	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 2 stejné teplotní cykly / 1 h na 680°C / chladnutí rychlostí 3°C/s	274
D3×15s+680-1h	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 2 stejné teplotní cykly / ohřev na 680°C / 1 h na 680°C chladnutí rychlostí 3°C/s	270
D3×15s-700-1h-L	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 2 stejné teplotní cykly / 1 h na 700°C / chladnutí rychlostí 0,03°C/s do teploty 630°C a chladnutí rychlostí 3°C/s	268
D3×15s+700-1h-L	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 2 stejné teplotní cykly / ohřev na 700°C / 1 h na 700°C / chladnutí rychlostí 0,03°C/s do teploty 630°C a chladnutí rychlostí 3°C/s	270
D3×15s-L	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí do 630°C rychlostí 0,03°C/s a poté 3°C/s	260
D3×15s+L	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 2 stejné teplotní cykly / ohřev na 730°C / chladnutí do 630°C rychlostí 0,03°C/s a poté 3°C/s	268
D3×15s-780-90s-L	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 2 stejné teplotní cykly / ohřev na 780°C / 90 s na 780°C / chladnutí do 730°C rychlostí 17°C/s / chladnutí rychlostí 0,03°C/s do teploty 630°C a chladnutí rychlostí 3°C/s	263
D3×15s-810-90s-L	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 2 stejné teplotní cykly / ohřev na 810°C / 90 s na 810°C / chladnutí do 730°C rychlostí 17°C/s / chladnutí rychlostí 0,03°C/s do teploty 630°C a chladnutí rychlostí 3°C/s	263
D3×15s-840-90s-L	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 2 stejné teplotní cykly / ohřev na 840°C / 90 s na 840°C / chladnutí do 730°C rychlostí 17°C/s / chladnutí rychlostí 0,03°C/s do teploty 630°C a chladnutí rychlostí 3°C/s	267
D3×15s-900-90s-L	Ohřev rychlostí 50°C/s 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 2 stejné teplotní cykly / ohřev na 900°C / 90 s na 900°C / chladnutí do 730°C rychlostí 17°C/s / chladnutí rychlostí 0,03°C/s do teploty 630°C a chladnutí rychlostí 3°C/s	301

Nejprve byl realizován režim D3×15s-680-1h, který se skládal ze třech teplotních cyklů s 15 sekund dlouhými prodlevami na teplotě 780°C, hodinové teplotní prodlevy na teplotě 680°C a ochlazení rychlostí 3°C/s na teplotu okolí (Obr. 105). Režim D3×15s+680-1h byl obdobný, jen s tím rozdílem, že po aplikaci třech teplotních cyklů proběhl ještě ohřev na teplotu 680°C a stejně jako u předchozího režimu následovala hodinová teplotní prodleva na teplotě 680°C a chladnutí rychlostí 3°C/s na teplotu okolí (Obr. 106). U režimu D3×15s-680-1h poslední teplotní cyklus neproběhl až do minimální teploty 650°C, ale chladnutí se pozastavilo na teplotě 680°C a probíhala prodleva. U režimu D3×15s+680-1h třetí teplotní cyklus doběhl do teploty 650°C a následoval ohřev na teplotu 680°C a teplotní prodleva (Obr. 105, Obr. 106). Ve značení režimů toto bylo rozlišeno znamínky - a + za označením D3×15s.



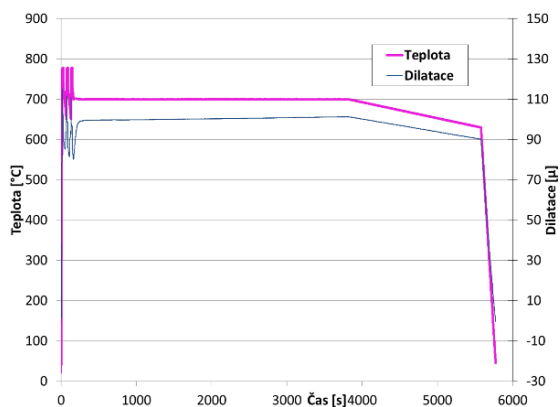
Obr. 105 D3×15s-680-1h tepelného zpracování v dilatometru



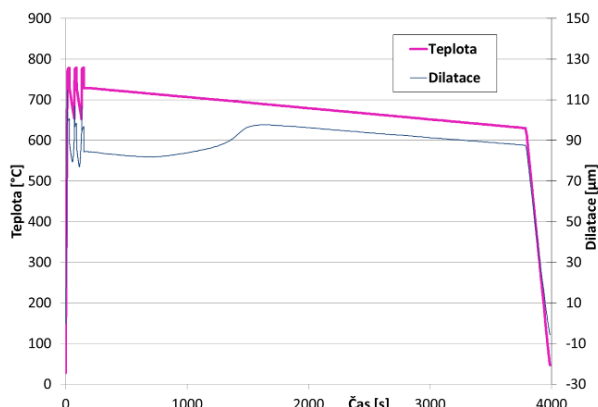
Obr. 106 Režim D3×15s+680-1h tepelného zpracování v dilatometru

Dále byl navržen režim D3×15-700-1h-L, který se skládal opět z třech teplotních cyklů, hodinové prodlevy na teplotě 700°C a následného pomalejšího ochlazování rychlostí 0,03°C/s do teploty 630°C a poté chladnutí na teplotu okolí rychlostí 3°C/s (Obr. 107). Pomalejší chladnutí v oblasti transformace bylo navrženo především pro zhrubnutí karbidů a odpevnění materiálu. Režim D3×15+700-1h-L byl obdobný jako předchozí režim, pouze s tím rozdílem, že po ukončení třech teplotních cyklů na teplotě 650°C proběhl ještě ohřev na teplotu 700°C a následovala prodleva.

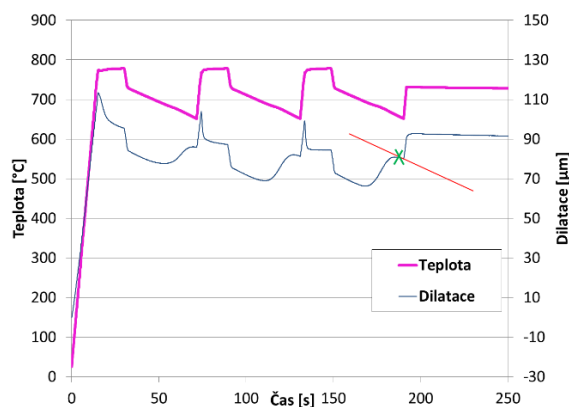
Dále byl realizován režim D3×15s-L, který se skládal ze třech teplotních cyklů a z pomalejší rychlosti ochlazování v průběhu rozpadu austenitu. Rychlost chladnutí těsně pod transformační teplotu rozpadu austenitu (630°C) byla 0,03°C/s a poté 3°C/s na teplotu okolí (Obr. 108). Režim D3×15s+L byl obdobný, jen s tím rozdílem, že po ukončení třech teplotních cyklů, tedy po ochlazení na teplotu 650°C, proběhl ještě ohřev na teplotu 730°C a následovalo pomalé ochlazení.



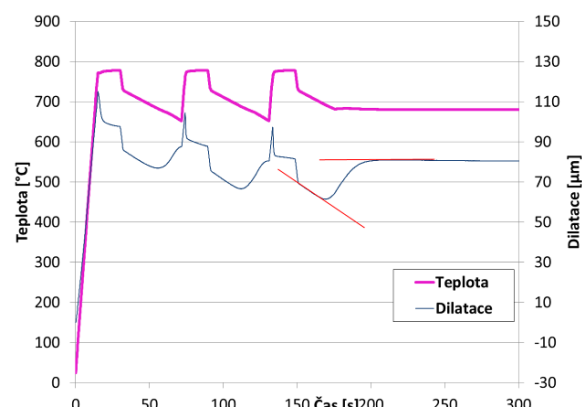
Obr. 107 Režim D3×15s-700-1h-L tepelného zpracování v dilatometru



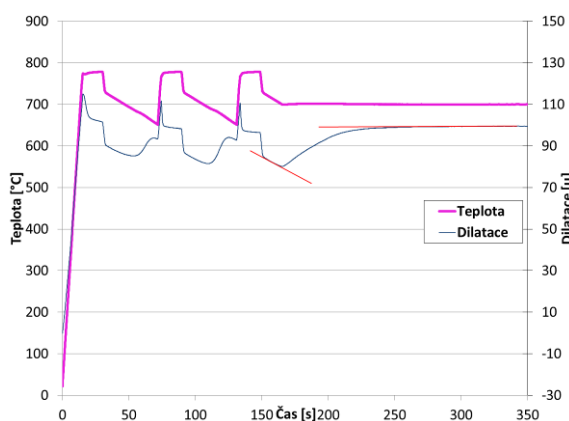
Obr. 108 Režim D3×15s-L tepelného zpracování v dilatometru



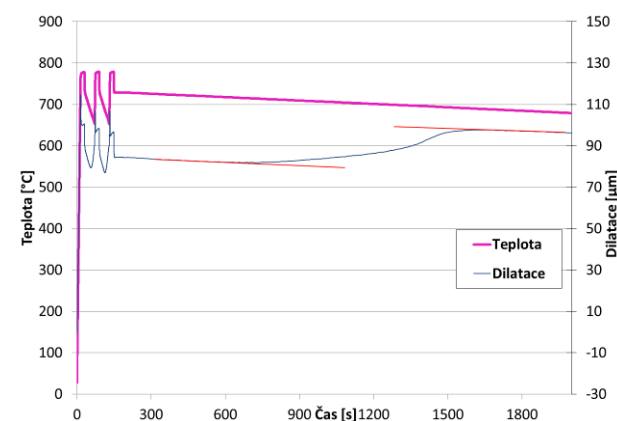
Obr. 109 Režim D3×15s+L tepelného zpracování v dilatometru



Obr. 110 Režim D3×15s-680-1h tepelného zpracování v dilatometru



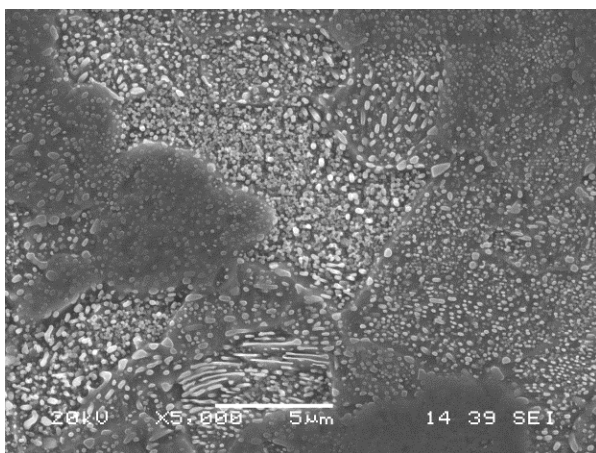
Obr. 111 Režim D3×15s-700-1h-L tepelného zpracování v dilatometru



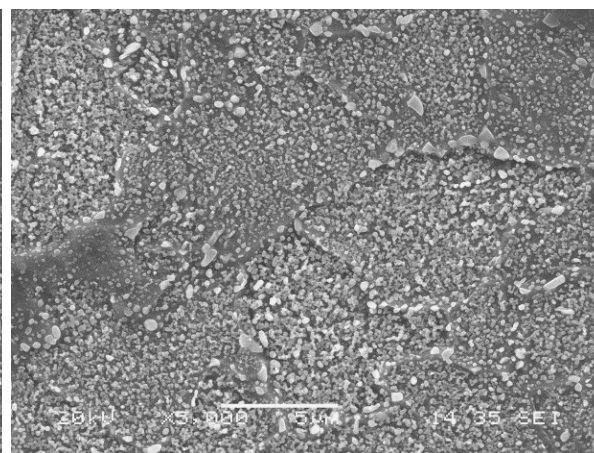
Obr. 112 Režim D3×15s-L tepelného zpracování v dilatometru

Z dilatometrických křivek je zřejmé, že při ochlazení na 650°C došlo k úplnému rozpadu austenitu na perlit. Konec přeměny je vidět na Obr. 109, který je označen zeleným křížkem. Je to místo, kdy se křivka odchyluje od vložené přímky (zobrazeno červenou čarou). Pokud po tomto rozpadu následoval ohřev a výdrž či pomalé ochlazování (režimy se znaménkem +), nebyly v jejich průběhu na dilatometrických křivkách pozorovány známky fázové transformace. Pokud byla prodleva nebo pomalé ochlazování vloženo v průběhu ochlazování

po poslední prodlevě cyklu (režimy se znaménkem -), přeměna austenitu na perlit trvala různě dlouhou dobu. Předpoklad byl, že čím bude perlitická přeměna trvat delší dobu, karbidy budou hrubší. V případě režimu D3×15s-680-1h trvala perlitická přeměna přibližně 40 sekund (Obr. 110), v případě režimu D3×15s-700-1h-L přibližně 90 sekund (Obr. 111) a u režimu D3×15s-L přibližně 1000 sekund (Obr. 112).



**Obr. 113 Mikrostruktura vzorku D3×15-680-1h,
274 HV10**



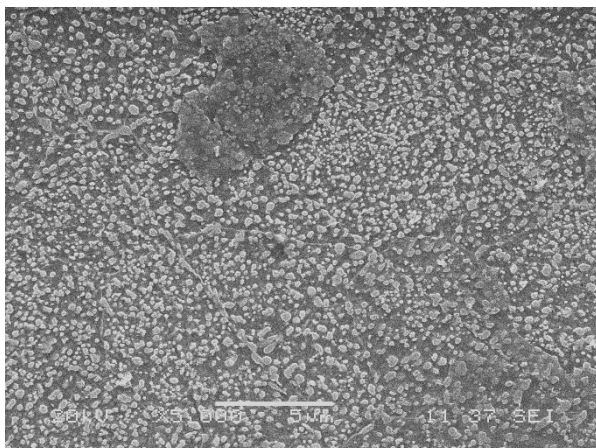
**Obr. 114 Mikrostruktura vzorku D3×15-700-1h,
268 HV10**

Mikrostruktury vzorků po hodinové prodlevě na teplotě 680°C (D3×15s-680-1h a D3×15s+680-1h) byly velice obdobné. Karbidy byly sferoidizované, ve struktuře se pouze ojediněle objevují zbytky lamel cementitu (Obr. 113). Tvrdost těchto vzorků byla 274 a 270 HV10. Zvýšení teploty hodinové prodlevy na 700°C a pomalejší ochlazení v oblasti transformace omezilo výskyt cementitických lamel a způsobilo pouze mírné zvětšení některých karbidů (Obr. 114). Tato změna se neprojevila v hodnotě tvrdosti, tvrdost těchto vzorků byla 268 a 270 HV10.

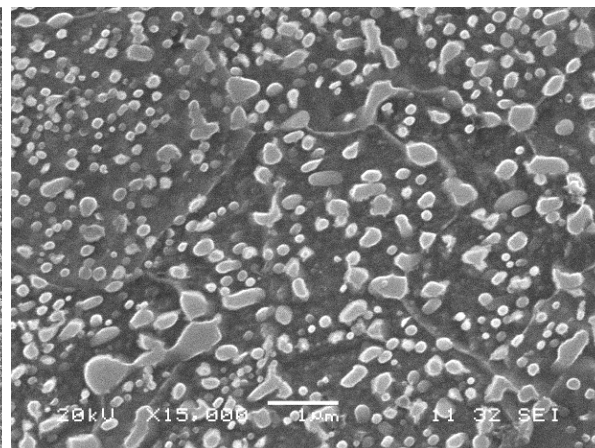
Mikrostruktury vzorků se třemi teplotními cykly a pomalejším chladnutím (D3×15s-L - Obr. 115 a D3×15s+L - Obr. 116) vykazovaly dokonale sbalené karbidy, ale opět nedošlo k očekávanému významnému zhrubnutí karbidů, a to i přesto, že perlitická přeměna trvala z těchto režimů nejdelší dobu, a to, 1000 sekund. Zhrubnutí karbidů by pravděpodobně vyžadovalo ještě delší časy prodlev. Toto prodlužování by však již nebylo efektivní z ekonomických i průmyslových důvodů v provozu. U těchto vzorků bylo dosaženo nejnižší tvrdosti, a to, 260 a 268 HV10.

Rozdíl v mikrostrukturách ani v hodnotách tvrdosti mezi režimy s a bez přechodu přes transformační teplotu, tedy režimy se znaménky + a -, za třemi teplotními cykly nebyl sledován.

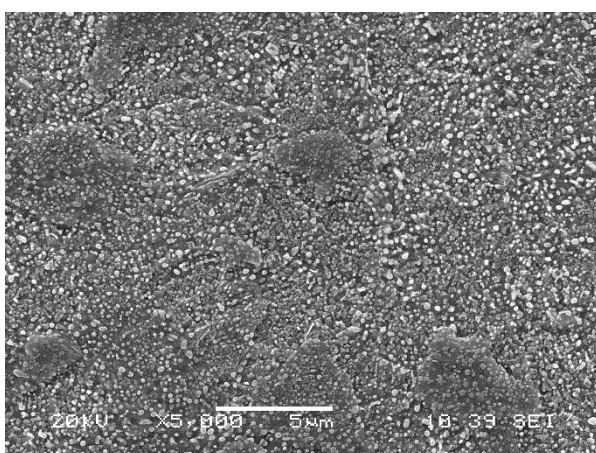
Pokud byly tyto mikrostruktury porovnávány s režimem D3×15s, došlo k mírnému zhrubnutí karbidů (Obr. 115, Obr. 117). Tvrdost klesla z 277 HV10 na 260 HV10. V mikrostrukturách se objevují karbidy o velikosti přibližně 500 nm, v mikrostrukturách režimu D3×15s se takto velké karbidy objevují pouze ojediněle.



Obr. 115 Mikrostruktura vzorku, D3×15s-L,
260 HV

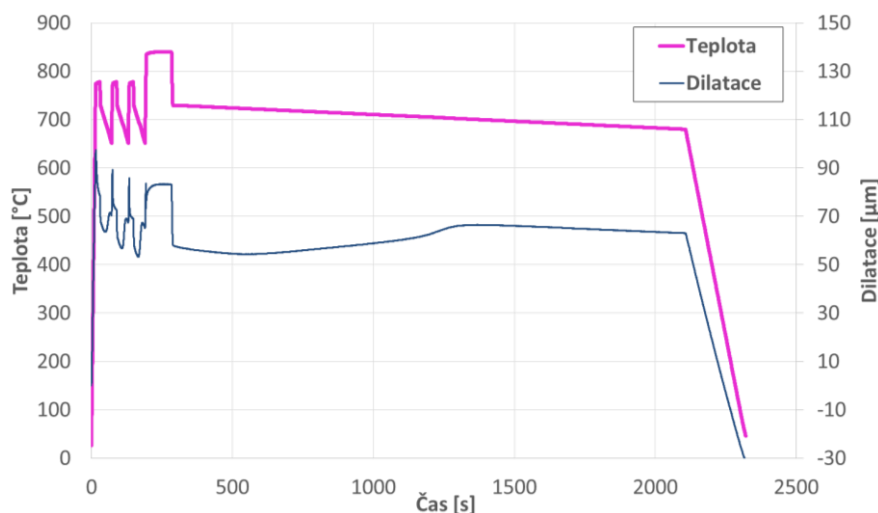


Obr. 116 Mikrostruktura vzorku D3×15s+L,
268 HV



Obr. 117 Mikrostruktura vzorku, D3×15s, 277 HV

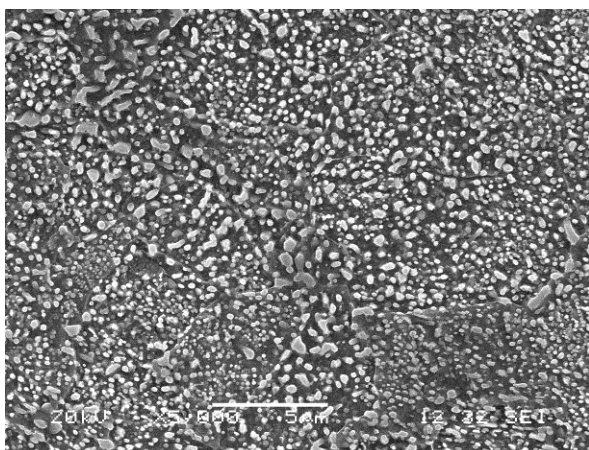
Další režimy byly navrženy, stejně jako předchozí režimy ve třetí fázi, za účelem zhrubnutí karbidů a celkového odpevnění materiálu (Tab. 12). Režimy vycházely opět z režimu třech teplotních cyklů na teplotě 780°C (D3×15s). Po aplikaci třech teplotních cyklů v teplotním intervalu 780-650°C byl proveden znovu ohřev na teploty 780, 810, 840 nebo 900°C, 90 sekund výdrž na této teplotě, chlazení rychlostí 17°C/s na teplotu 730°C a poté pomalé chlazení rychlostí 0,03 °C/s na teplotu 680°C a chlazení rychlostí 3°C/s na teplotu okolí. Ohřev na vyšší teplotu a krátká teplotní výdrž by měla způsobit rozpuštění menších karbidů na úkor velkých. Příklad režimu je uveden v Obr. 118.



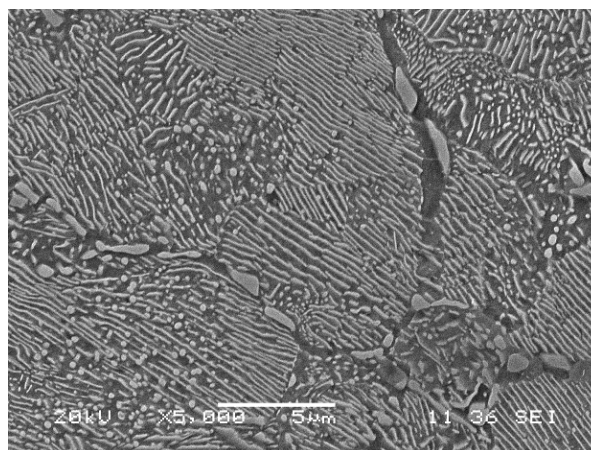
Obr. 118 Režim D3×15s-840-90s-L tepelného zpracování v dilatometru

Mikrostruktury vzorků D3×15-780-90s-L a D3×15-810-90s-L (tři teplotní cykly, 90 sekund výdrž na 780°C, resp. 810°C a ochlazení rychlostí 0,03°C/s) vykazovaly sferoidizované karbidy, tedy cementit byl ve formě globulární (Obr. 119). Nicméně, ani v tomto případě, nedošlo k požadovanému výraznému zhrubnutí karbidů a celkovému odpevnění materiálu. Tvrdost těchto vzorků činila totožně 263 HV10. V případě 90 sekundové výdrže na teplotě 840°C se již ojediněle vyskytovaly nové perlitické lamely. Tvrdost tohoto vzorku byla 267 HV10. V případě teplotní výdrže 90 sekund na teplotě 900°C bylo metalografickou analýzou nalezeno velké množství nového lamelárního perlitu. Mikrostruktura byla téměř kompletně lamelární (Obr. 120). Ohřevem na takto vysokou teplotu došlo již k přílišnému rozpuštění cementitických globulí a při ochlazení vznikl nový lamelární perlit. To se projevilo také v hodnotě tvrdosti, která stoupla na 301 HV10.

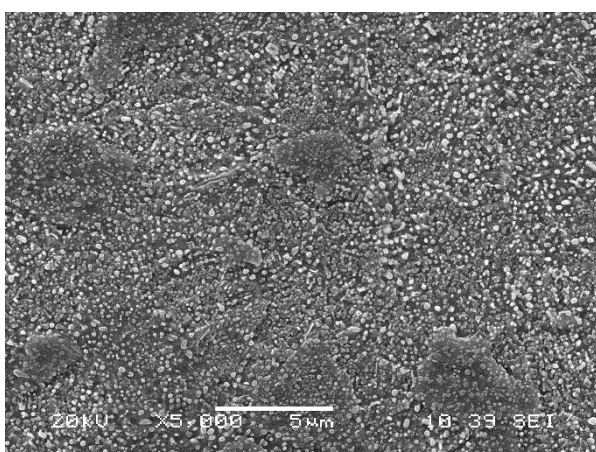
Jako v předchozím případě byly mikrostruktury porovnávány s mikrostrukturami režimu D3×15 s (Obr. 121) a bylo zjištěno, že došlo tu k mírnému zhrubnutí karbidů, ne však k požadovanému výraznému zhrubnutí.



**Obr. 119 Mikrostruktura vzorku
D3×15-780-90s-L, 263 HV10**



**Obr. 120 Mikrostruktura vzorku
D3×15-900-90s-L, 301 HV10**



**Obr. 121 Mikrostruktura vzorku, D3×15 s,
277 HV**

Pro výrazné zhrubnutí a celkové odpevnění struktury by bylo potřeba použít dlouhodobé konvenční žíhání v peci. Hrubé karbidy jsou dosahovány především za účelem lepší obrobitelnosti materiálu. Jemnější výchozí struktura po zrychleném žíhání (ASR) však slibuje lepší vlastnosti finálního zakaleného a popuštěného dílu. Z tohoto důvodu byly vybrané režimy zopakovány na větších vzorcích ve středofrekvenčním zdroji kmitočtu v indukční cívce, aby bylo možné provést různé zkoušky a analýzy na těchto vzorcích.

5.2.3 Zrychlená sferoidizace karbidů oceli 100CrMnSi6-4 ve středofrekvenčním měniči kmitočtu

Tepelné zpracování v indukční cívce pomocí středofrekvenčního měniče kmitočtu (Obr. 122) bylo realizováno na rozměrnějších vzorcích o průměru 16 mm a délce 400 mm na oceli 100CrMnSi6-4 o chemickém složení uvedeném v Tab. 13.

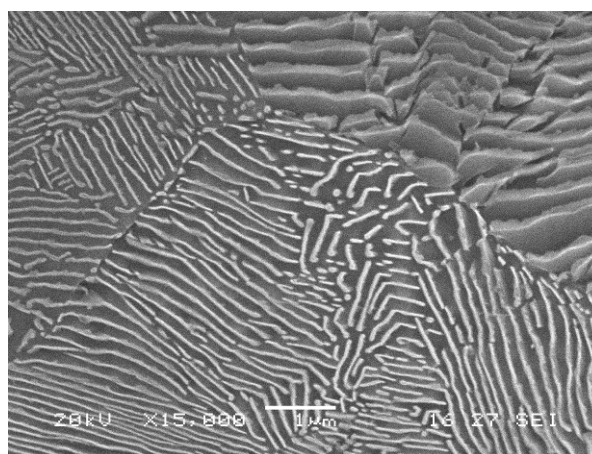
Tab. 13 Chemické složení oceli 100CrMnSi6-4 [hm. %] pro tepelné zpracování ve středofrekvenčním měniči kmitočtu

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu
0,98	0,54	1,14	0,011	0,011	1,50	0,006	0,020	0,017
Al	As	B	Ce	Co	Nb	Pb	Sb	Sn
0,018	0,005	0,003	<0,003	0,005	<0,001	<0,003	<0,005	0,002
Zr	Ta	La	Ti	V	W			
<0,001	<0,001	<0,001	<0,000	0,003	<0,005			

Výchozí materiál byl dodán z firmy TRINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s. ve tvaru tyčí o průměru 21 mm po válcování za tepla. Výchozí mikrostruktura byla, stejně jako ocel v předchozím zpracování v dilatometru, perlitická s malým množstvím sekundárního cementitu vyloučeného po hranicích původních austenitických zrn (Obr. 123). Tvrdost dosahovala 383 HV10.



Obr. 122 Středofrekvenční měnič kmitočtu



Obr. 123 Výchozí mikrostruktura oceli 100CrMnSi6-4 pro tepelné zpracování ve středofrekvenčním měniči kmitočtu

Pro zpracování byl použit středofrekvenční měnič kmitočtu s frekvencí $f_{\max} = 12$ kHz s maximálním výkonem 24 kW. Výkon induktoru byl řízen pomocí PLC a teplota vzorku byla měřena termočlánkem navařeným na povrchu vzorku. Induktor ve tvaru solenoidu byl navržen tak, aby zajistil co nejvíce homogenní magnetické pole po délce vzorku a tím zajistil rovnoměrný ohřev. Teplotní pole během tepelného zpracování bylo sledováno pomocí navařených termočlánků (Obr. 122).

Dále byly pro experiment využity přístroje a zařízení:

- Nikon Eclipse MA200 – metalografický světelný mikroskop s programem NIS ELEMENTS 3.2 pro obrazovou analýzu
- Jeol JSM – 63840 – elektronový mikroskop s EDX analyzátozem a elektronový mikroskop Jeol 7400
- Atmosférické komorové pece
- Steuers DuraScan – systém pro měření tvrdosti dle Vickerse s možností volby zatížení od HV0,001 do HV10
- MTS 810 - Servohydraulický zkušební systém (zkoušky pevnosti v tahu)
- WPM 50/30/15/6 J - Instrumentované kladivo (zkoušky vrubové houževnatosti)

- Vysokoteplotní tribometr CSM Instruments
- Zařízení AXMAT II pro porovnání odolnosti povrchů vůči kontaktní únavě
- Optický emisní spektrometr Bruker Q4 TASMÁN

V případě tepelného zpracování malých vzorků v kalicím dilatometru byla provedena pouze metalografická analýza a měření tvrdosti. Větší rozměry vzorků zpracovaných ve středofrekvenčním zdroji umožnily zjištění vlivu parametrů tepelného zpracování na různé vlastnosti experimentální oceli.

Tepelné zpracování, resp. zrychlená sferoidizace karbidů, bylo rozděleno do dvou hlavních fází. V první fázi tohoto tepelného zpracování byly v podstatě zopakovány vybrané režimy z druhé fáze tepelného zpracování v kalicím dilatometru. Hlavním cílem bylo zjistit vliv parametrů tepelného zpracování na sferoidizaci a velikost karbidů a mechanické vlastnosti. Měněnými parametry byla teplota cyklů, délka teplotních prodlev a počet teplotních cyklů.

V druhé fázi tepelného zpracování ve středofrekvenčním zdroji byla optimalizována rychlost ohřevu a teploty ohřevu cyklů. Byla stanovena technologická oblast proveditelnosti ASR procesu, tedy zrychlené sferoidizace karbidů.

První fáze zpracování – optimalizované parametry procesu: teplota, délka prodlevy a počet cyklů

Hlavním cílem této etapy tepelného zpracování oceli 100CrMnSi6-4 bylo zjistit vliv parametrů tepelného zpracování na sferoidizaci a velikost karbidů a mechanické vlastnosti. Měněnými parametry zpracování byla maximální teplota ohřevu cyklů, délka teplotních prodlev mezi jednotlivými cykly a počet teplotních cyklů.

Nejprve byl realizován, stejně jako ve druhé fázi tepelného zpracování v dilatometru, režim zajišťující částečné rozpuštění cementitických lamel v austenitu a zpětnou perlitickou přeměnu při ochlazení. Tyto režimy se skládaly z ohřevu na teplotu 780°C nebo 800°C rychlostí 15°C/s, teplotní prodlevy v délce 15, 30, 45, 150 a 300 sekund a ochlazení na vzduchu na teplotu okolí.

Následovaly režimy, které se skládaly z opakovaných cyklů částečné austenitizace s různou délkou teplotní prodlevy a následného rozpadu austenitu při chladnutí na vzduchu. Maximální teplota těchto cyklů byla 780°C nebo 800°C, minimální 680°C. Počet teplotních cyklů byl zvolen 1, 2, 3 a různé délky teplotních prodlev pro detailnější podchycení vlivu na sferoidizaci karbidů, velikost karbidů a mechanické vlastnosti.

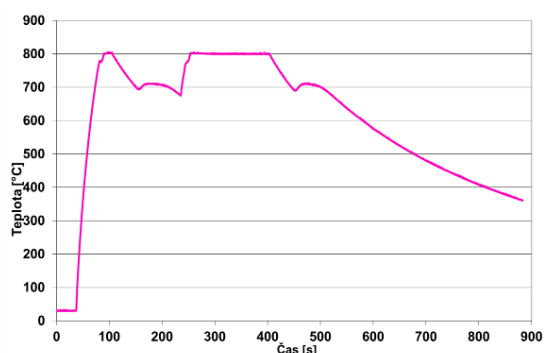
Značení režimů bylo obdobné jako v případě režimů předchozího tepelného zpracování v kalicím dilatometru. Příklady značení režimů:

800-1×15+150s → 150 sekund prodleva po teplotních cyklech
→ 1 teplotní cyklus → 15 sekund prodleva na maximální teplotě ohřevu
Max. teplota ohřevu a cyklů

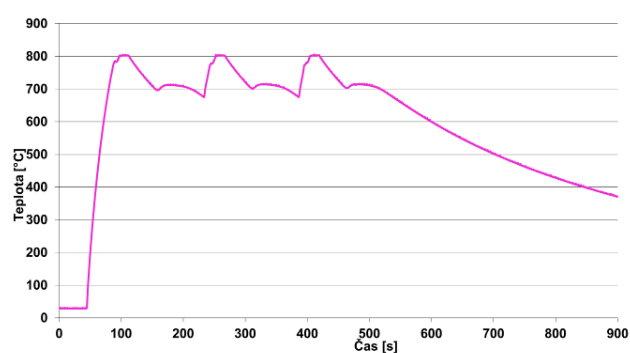
800-3×15s
→ 3 teplotní cykly → 15 sekund prodleva mezi teplotními cykly na max. teplotě ohřevu
Max. teplota ohřevu a cyklů

Schéma režimu 800-1×15s+150s je uvedeno v Obr. 124 a schéma režimu 800-3×15s v Obr. 125. Režim 800-1×15s+150s se skládal z ohřevu na teplotu 800°C rychlostí 15°C/s, 15sekundové teplotní výdrže, ochlazení na vzduchu přes transformaci austenitu na perlit na teplotu 680°C, následného ohřevu na teplotu 800°C, 150 sekundové výdrže na této teplotě a ochlazení na vzduchu na teplotu okolí. Režim 800-3×15s se skládal z ohřevu rychlostí 15°C/s na teplotu 800°C, 15 sekundové výdrže na této teplotě, ochlazení na vzduchu na teplotu 680°C a poté následovaly ještě dva stejné teplotní cykly. Ochlazení na teplotu okolí probíhalo také na vzduchu (Obr. 125).

Ostatní režimy z této etapy tepelného zpracování měly obdobný průběh, měnila se pouze teplota ohřevu (780°C nebo 800°C), délka a počet teplotních prodlev. Přehled všech režimů tepelného zpracování z této etapy je vidět v Tab. 14.



Obr. 124 Režim 800-1×15s+150s tepelného zpracování ve středofrekvenčním měničích kmitočtu

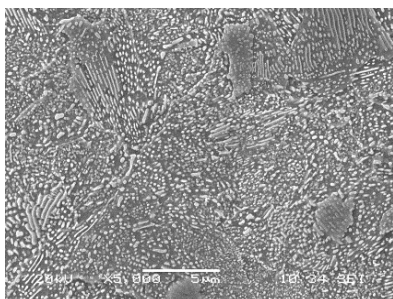


Obr. 125 Režim 800-3×15s tepelného zpracování ve středofrekvenčním měničích kmitočtu

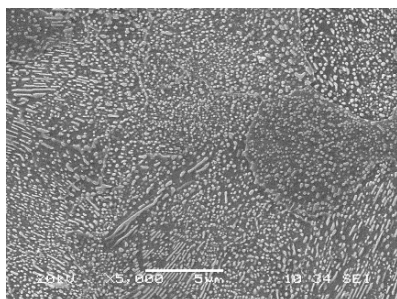
Tab. 14 Režimy tepelného zpracování ve středofrekvenčním měniči kmitočtu – 1. fáze

Režim	Popis tepelného zpracování
780-1×15s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 780°C-15 sekund prodleva / chladnutí na vzduchu
780-1×30s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 780°C-30 sekund prodleva / chladnutí na vzduchu
780-1×45s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 780°C-30 sekund prodleva / chladnutí na vzduchu
780-1×150s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 780°C-150 sekund prodleva / chladnutí na vzduchu
780-1×300s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 780°C-300 sekund prodleva / chladnutí na vzduchu
780-1×15s+150s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na vzduchu na teplotu 680°C / ohřev na teplotu 780°C-150 sekund prodleva / chladnutí na vzduchu
780-2×7,5s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 780°C-7,5 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / ohřev na 780°C-7,5 s prodleva / chladnutí na vzduchu
780-2×15s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / ohřev na 780°C-15 s prodleva / chladnutí na vzduchu
780-2×22,5s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 780°C-22,5 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / ohřev na 780°C-22,5 s prodleva / chladnutí na vzduchu
780-3×5 s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 780°C-5 sekund prodleva / ochlazení na 650°C / další 2 stejné teplotní cykly a chladnutí na vzduchu
780-3×10s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 780°C-10 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
780-3×15s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
800-1×15s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 800°C-15 sekund prodleva / chladnutí na vzduchu
800-1×30s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 800°C-30 sekund prodleva / chladnutí na vzduchu
800-1×45s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 800°C-30 sekund prodleva / chladnutí na vzduchu
800-1×150s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 800°C-150 sekund prodleva / chladnutí na vzduchu
800-1×30 s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 800°C-300 sekund prodleva / chladnutí na vzduchu
800-1×15s+150s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 800°C-15 sekund prodleva / ochlazení na vzduchu na teplotu 680°C / ohřev na teplotu 800°C-150 sekund prodleva / chladnutí na vzduchu
800-2×7,5s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 800°C-7,5 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / ohřev na 780°C-7,5 s prodleva / chladnutí na vzduchu
800-2×15s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 800°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / ohřev na 780°C-15 s prodleva / chladnutí na vzduchu
800-2×22,5s	Ohřev rychlostí 15°C/s 800°C-22,5 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / ohřev na 780°C-22,5 s prodleva / chladnutí na vzduchu
800-3×5s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 800°C-5 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly a chladnutí na vzduchu
800-3×10s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 800°C-10 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
800-3×15s	Ohřev rychlostí 15°C/s na 800°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu

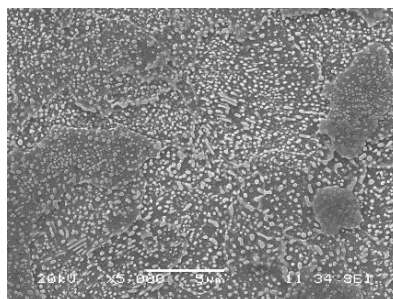
Pro detailní popis mikrostruktur byla použita zejména řádkovací elektronová mikroskopie. Sledována byla morfologie, rozložení a velikost karbidů. Mikrostruktury byly sledovány v polovině tyče po celém průřezu. Struktury i tvrdosti byly homogenní po celém průřezu tyče (16 mm).



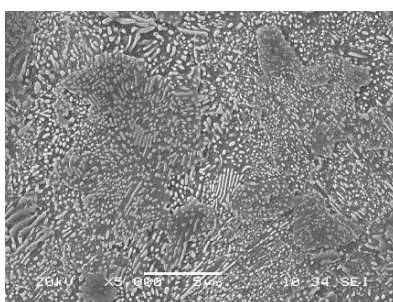
Obr. 126 780-1×15s, 297 HV10



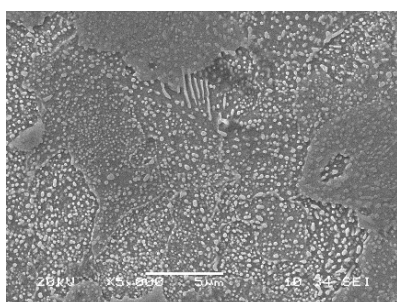
Obr. 127 780-2×7,5s, 279 HV10



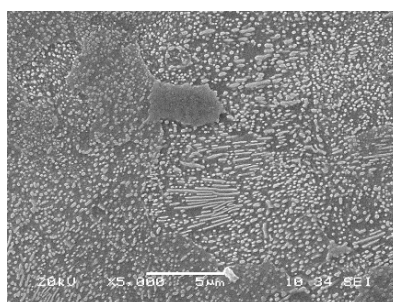
Obr. 128 780-3×5s, 271 HV10



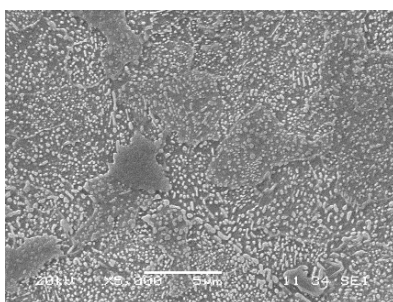
Obr. 129 780-1×30s, 287 HV10



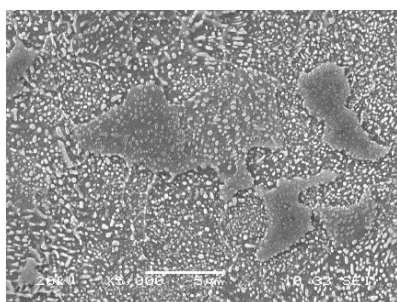
Obr. 130 780-2×15s, 282 HV10



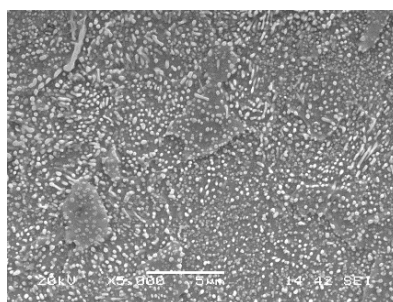
Obr. 131 780-3×10s, 271 HV10



Obr. 132 780-1×45s, 285 HV10



Obr. 133 780-2×22,5s, 281 HV10



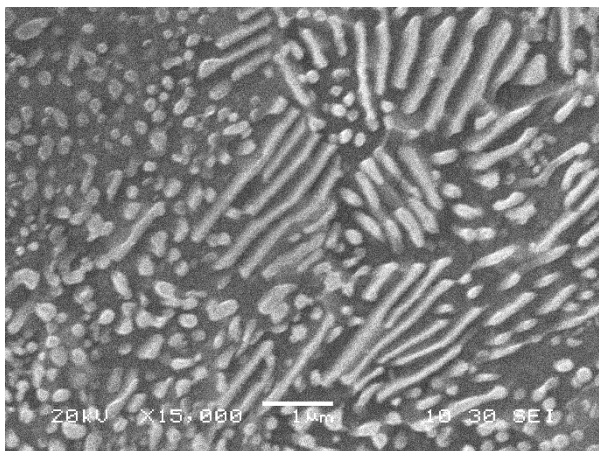
Obr. 134 780-3×15s, 264 HV10

Mikrostrukturní analýza prokázala obdobné vlivy jako v předchozím tepelném zpracování pomocí kalicího dilatometru.

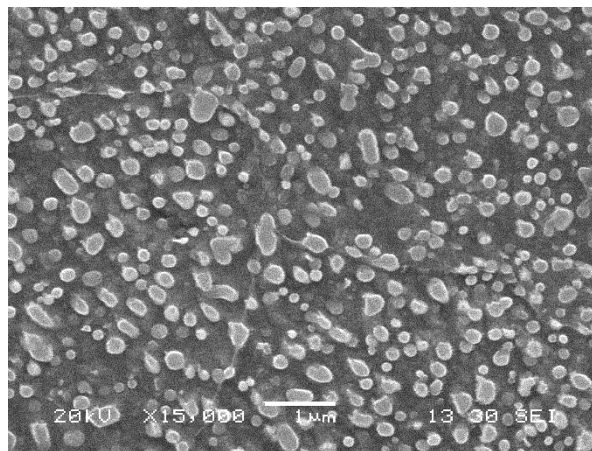
Mikrostruktury vzorků s jednou prodlevou na teplotě 780°C vykazovaly viditelný trend. S prodlužující se délkou prodlevy 15, 30, 45 sekund se zvyšoval podíl sferoidizovaných karbidů. Fragmentace cementitických lamel byla viditelná již po 15 sekundové prodlevě (režim 780-1×15s - Obr. 126). Ve vzorku 780-1x45s se objevovaly zřídka zbytky protažených lamel cementitu (Obr. 132). S mikrostrukturami korespondovaly hodnoty tvrdosti těchto třech vzorků, která klesá s prodlužující se prodlevou (297, 287, 285 HV10 - Tab. 15).

Zřejmý trend v modifikaci struktury bylo možné také sledovat na mikrostrukturách vzorků zpracovaných jedním, dvěma nebo třemi teplotními cykly s prodlevami 15 sekund mezi teplotními cykly. Fragmentace cementitických lamel byla se vzrůstajícím počtem teplotních cyklů významnější (Obr. 126, Obr. 130, Obr. 134). Po třech teplotních cyklech došlo k téměř dokonalé sferoidizaci cementitu. Větší zvětšení mikrostruktur jsou na Obr. 135 a Obr. 136. Změna morfologie cementitu se projevila i na hodnotách tvrdosti. Tvrdost vzorku

zpracovaného režimem se dvěma cykly 780-2×15s činila 282 HV10 a vzorku se třemi cykly 780-3×15s 264 HV10 - Tab. 15.



**Obr. 135 Mikrostruktura vzorku 780-1×15s,
297 HV10**



**Obr. 136 Mikrostruktura vzorku 780-3×15s,
264 HV10**

V mikrostrukturách bylo také patrné, že vzorek 780-1×15s vykazoval menší podíl sferoidizovaných karbidů než vzorek zpracovaný režimem 780-3×5s. To se také projevilo ve výraznějším poklesu tvrdosti z hodnoty 297 na 271 HV10 (Tab. 15).

Mikrostruktury vzorků režimů 780-3×10s a 780-2×15s byly obdobné. Struktury se skládaly z globulárních karbidů a malého podílu zbytku cementitických lamel. Tvrdosti vzorku se třemi teplotními cykly činila 271 HV10 a tvrdost vzorku se dvěma teplotními cykly 282 HV10.

Další parametr tepelného zpracování, jehož vliv byl sledován, byla délka prodlevy. V případě třech teplotních cyklů bylo pozorováno, že s prodlužováním prodlevy, tedy 5, 10, 15 sekund, se míra sferoidizovaných karbidů zvyšovala (Obr. 128, Obr. 131, Obr. 134). Tvrdosti byly 271, 271 a 264 HV10 - Tab. 15.

V případě dvou teplotních cyklů byl pozorován stejný trend, tedy s prodlužující se délkou prodlev se podíl sferoidizovaných karbidů zvyšoval. Vliv na velikost karbidů nebyl zjištěn.

Tyto režimy tepelného zpracování byly stejným způsobem provedeny i na vyšší teplotě ohřevu a prodlev, a to 800°C. Metalografickou analýzou byly v případě této teploty ověřeny trendy vysledované v případě teploty ohřevu a prodlev 780°C. Tvrdosti byly také velice obdobné a jsou uvedeny Tab. 15. Vliv zvýšení teploty ohřevu a prodlev na sferoidizaci ani velikost karbidů nebyl vysledován. Toto zjištění bylo přínosné především v tom, že není nutné v případném reálném provozu striktně dodržet určitou teplotu pro ASR proces a je možné se pohybovat v určitém intervalu proveditelnosti.

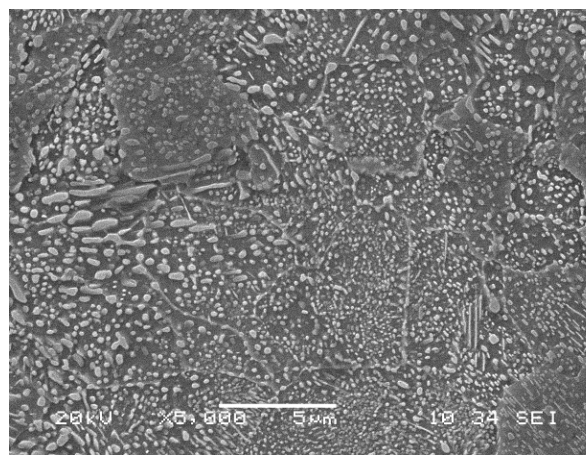
Na sferoidizaci karbidů má vliv nejen délka prodlev, ale také celkový čas zpracování, tedy i včetně času ochlazování materiálu. Z tohoto důvodu byly navrženy režimy 780-1×150s, 780-1×300s, 780-1×15s+150s, které se porovnávaly s režimem 780-3×15s. Hlavním cílem bylo vysledovat vliv teplotních cyklů na velikost a sferoidizaci karbidů oproti dlouhé teplotní výdrži. Doba zpracování režimů 780-3×15s, 780-1×300s a 780-1×15+150s byla zvolena stejná. Toto je názorně vidět v Obr. 124 a Obr. 125. Ve stejném časovém úseku 350 sekund byl proveden ohřev, teplotní cykly nebo prodleva a ochlazení na vzduchu. Tyto režimy byly také provedeny na teplotě ohřevu a prodlev 800°C.

Jak bylo popsáno výše, s prodlužováním prodlevy 15, 30 a 45 sekund se podíl sferoidizovaných karbidů zvyšoval. Další prodlužování teplotní prodlevy na 150 a 300 sekund způsobilo

sice sferoidizaci karbidů, ale ve struktuře se objevují zbytky původních cementitických lamel a také nové lamely perlitu (Obr. 137, Obr. 138). Toto bylo pravděpodobně způsobeno přílišným rozpuštěním lamel cementitu v austenitu během teplotní prodlevy. Uhlík z přesyceného austenitu nemohl difundovat zpět do cementitických částic během rozpadu austenitu, ale došlo k vytvoření nových perlitických lamel.

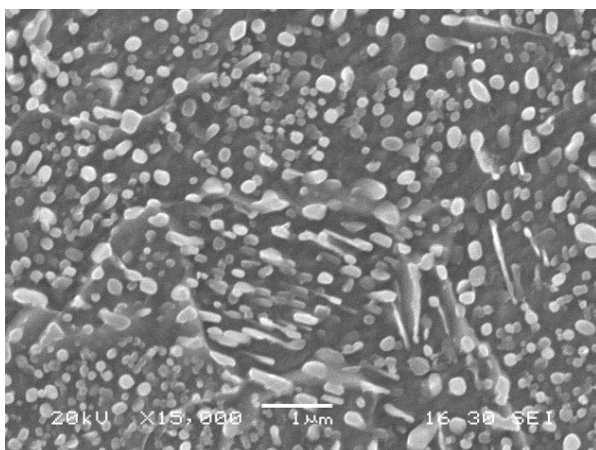


Obr. 137 Mikrostruktura vzorku 780-1×150s,
281 HV10

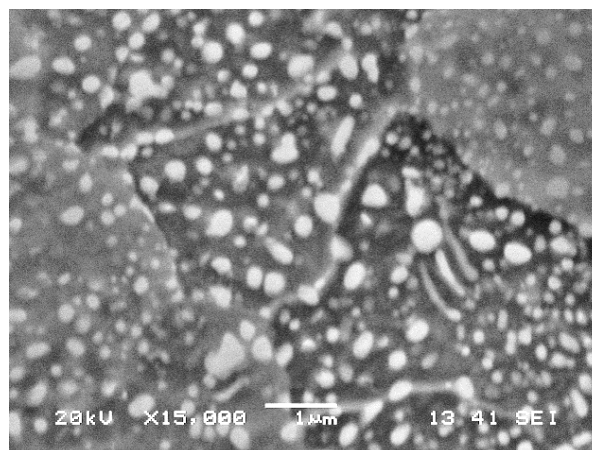


Obr. 138 Mikrostruktura vzorku 780-1×300s,
280 HV10

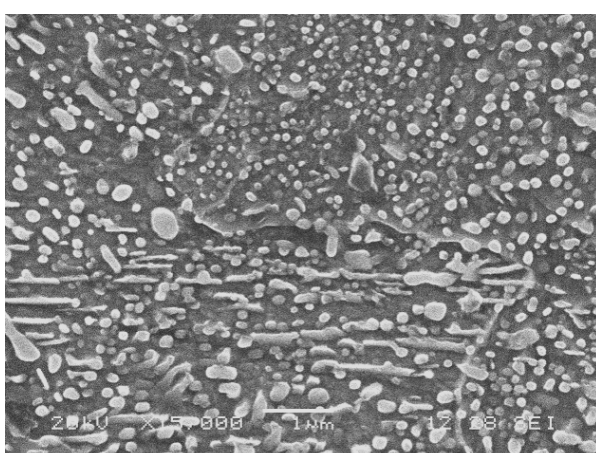
Režim 780-1×15s+150s byl navržen z důvodu zhrubnutí karbidů. První výdrž na teplotě 780°C o délce 15 sekund a následné ochlazení na 680°C mělo zajistit počátek fragmentace (sferoidizace) lamel cementitu. Druhá výdrž o délce 150 sekund na teplotě 780°C měla poskytnout delší čas k difúzi uhlíku podél částečně fragmentovaných lamel. Cílem bylo rozpustit v austenitu zárodky jemných karbidických globulí a umožnit větším zárodkům výrazné zhrubnutí. Mikrostruktura tohoto vzorku (780-1×15s+150s) nevykazovala žádné viditelné zhrubnutí karbidických částic. Byly pozorovatelné izolované perlitické lamely či drobné kolonie v počtu několika málo lamel (Obr. 139). Pravděpodobně šlo o důsledek vyššího stupně rozpuštění cementitu v austenitu během 150 sekundové výdrže. Při konečné přeměně austenitu na perlit pak veškerý uhlík nedifundoval do zárodků globulí, ale vytvořil nové perlitické lamely, což je nežádoucí. Zvýšení teploty ohřevu a výdrží na 800°C (800-1×15s+150s) způsobilo mírné zhrubnutí některých částic cementitu. Ve struktuře byly pozorovány četnější částice o velikosti větší než 0,3 μm, avšak stále zůstávaly přítomny globule cementitu o velikosti cca 100 nm (Obr. 140). Ve tvrdosti se toto mírné zhrubnutí karbidů však neprojevalo, tvrdost vzorků byla obdobná, a to, 168 a 169 HV10 (Tab. 15).



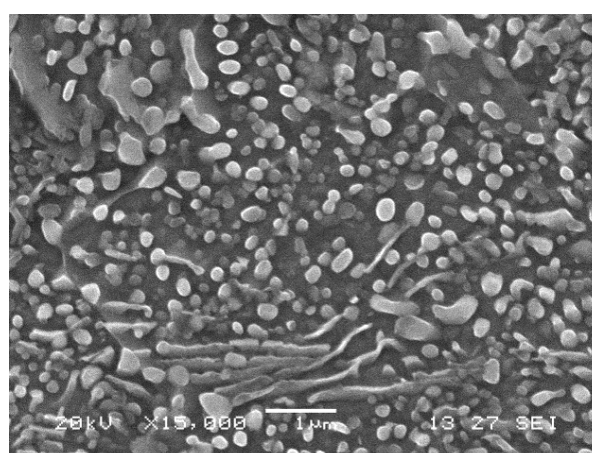
Obr. 139 Mikrostruktura vzorku 780-1×15+150s,
268 HV10



Obr. 140 Mikrostruktura vzorku 800-1×15+150s,
269 HV10



Obr. 141 Mikrostruktura vzorku 780-1×300s,
280 HV10



Obr. 142 Mikrostruktura vzorku 800-1×300s,
287 HV10

Pro zjištění vlivu teplotního cyklování na sferoidizaci a velikost karbidů byly porovnávány režimy s třemi teplotními cykly s 15 sekundovými teplotními prodlevami a s režimy s jednou teplotní 300 sekundovou prodlevou. Doba zpracování byla v těchto případech zvolena stejná. Ve stejném časovém úseku 350 sekund byl proveden ohřev, tři teplotní cykly nebo jedna 300 sekundová prodleva a ochlazení na vzduchu (Obr. 124, Obr. 125). V případě jedné 300 sekundové teplotní prodlevy (780-1×300s a 800-1×300s) byly pozorovatelné izolované perlitické lamely či drobné kolonie v počtu několika málo lamel (Obr. 141, Obr. 142). U režimu 300 sekundové prodlevy na teplotě 800°C bylo pozorováno mírné hrubnutí globulárních částic cementitu. Vyšší teplota výdrže v kombinaci s delší výdrží vedla k eliminaci tvorby velmi jemných globulárních částic. V režimech s cyklickými teplotními změnami (780-3×15s, 800-3×15 s), tedy přechody přes transformační teplotu, se lamely nevyskytovaly (Obr. 134). Tvrdosti vzorků jsou uvedeny v Tab. 15. Tvrdosti vzorků po třech teplotních cyklech byly zhruba o 25 HV10 (262 HV10) nižší v porovnání se vzorky zpracovanými pouze jednou 300 sekundovou prodlevou (287 HV10).

Z hlediska výsledné morfologie cementitických částic je tedy vhodnějším postupem vícenásobný ohřev s meziochlazením, které zajistí zpětnou přeměnu austenitu na perlit. Tak se zabrání přílišnému rozpuštění cementitu během výdrže a vytvoření nových perlitických lamel. Zároveň má postup opakované austenitizace a zpětné perlitické přeměny rozhodující vliv na získání dokonale sferoidizovaných částic cementitu.

Eliminace výskytu původních nesferoidizovaných lamel a lamel nového perlitu vyžaduje přerušování výdrže a meziochlazení s transformační přeměnou. Na druhé straně hrubnutí částic vyžaduje dostatečný stupeň rozpuštění cementitu a co nejrychlejší difúzi uhlíku.

Na tepelně zpracovaných vzorcích z 1. fáze experimentu ve středofrekvenčním měniči kmitočtu byly provedeny zkoušky tahem, zkoušky vrubové houževnatosti a tvrdost dle Vickerse. Zkoušky tahem byly provedeny dle ČSN EN ISO 6892-1 při 20 °C na servohydraulickém zkušebním zařízení Inova. Pro snímání deformace byl použit extenzometr. Před zkouškou a po zkoušce byly změřeny charakteristické rozměry vzorku pro stanovení napěťových a deformačních charakteristik. Rozměry pracovní části vzorků pro zkoušku tahem byly o průměru 8 mm a délce 50 mm. Zkoušky rázem v ohybu byly provedeny na instrumentovaném Charpy kladivu WPM PSd s počáteční energií 15J dle ČSN EN ISO 14 556 a zároveň ve shodě s ČSN EN 148-1. Zkušební tělesa mini Charpy pro zkoušku vrubové houževnatosti měly rozměry 3 x 4 x 27 mm s V vrubem o hloubce 1 mm. Tvrdost materiálu byla měřena pomocí automatického tvrdoměru Struers DuraScan 50. Tvrdost HV10 byla testována v souladu s normou ČSN EN ISO 6507-1.

Výsledné mechanické vlastnosti z těchto zkoušek jsou uvedeny v Tab. 15.

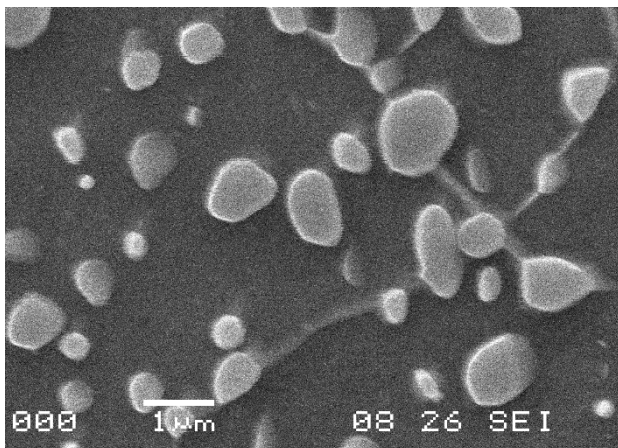
Tab. 15 Mechanické vlastnosti po tepelném zpracování ve středofrekvenčním měniči kmitočtu

Režim	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A ₅ [%]	KCV [J/cm ²]	HV
Výchozí stav	849	1355	8	7	383
Konvenční žíhání	431	700	28	41	208
780-1×15s	679	1056	18	19	297
780-1×30s	680	1028	19	19	287
780-1×45s	634	1013	19	33	285
780-1×150s	670	979	20	31	281
780-1×300s	686	974	23	37	280
780-1×15s+150s	676	958	23	41	268
780-2×7,5s	589	995	16	22	279
780-2×15s	648	956	19	27	282
780-2×22,5s	640	955	21	30	281
780-3×5s	570	983	16	31	271
780-3×10s	592	957	19	28	271
780-3×15s	658	948	23	46	264
800-1×15s	694	996	21	30	284
800-1×30s	680	999	20	32	288
800-1×45s	677	993	20	34	287
800-1×150s	673	983	20	42	288
800-1×300 s	677	966	23	37	287
800-1×15s+150s	673	950	23	51	269
800-2×7,5s	649	947	22	40	275
800-2×15s	657	929	21	48	278
800-2×22,5s	644	935	22	41	275
800-3×5s	617	912	23	52	271
800-3×10s	625	909	24	50	269
800-3×15s	653	930	23	49	262

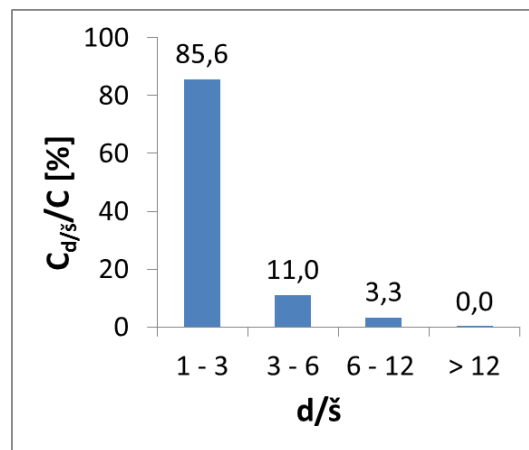
U všech tepelně zpracovaných vzorků došlo ke snížení meze kluzu, meze pevnosti v tahu, tvrdosti a zvýšení tažnosti a zvýšení vrubové houževnatosti v porovnání s výchozím stavem materiálu. V případě režimů s jednou teplotní prodlevou na teplotě 780°C hodnota tvrdosti a mez pevnosti v tahu klesala a tažnost stoupala s prodlužující se prodlevou. V případě 15 sekundové prodlevy mez pevnosti byla 1056 MPa a tvrdost 297 HV10. Pokud byla prodleva prodloužena na 300 sekund, mez pevnosti klesla na 974 MPa a tvrdost na 280 HV10. V případě opakovaných cyklů s 15 sekundovými prodlevami klesala mez pevnosti, tvrdost a stoupala tažnost s vyšším počtem teplotních cyklů. Mez pevnosti klesla po třech teplotních cyklech na 948 MPa a tvrdost na 264 MPa. Pokud byla teplota ohřevu a teplotních cyklů zvýšena na 800°C, mez pevnosti klesla z 996 MPa na 930 MPa a tvrdost z 284 na 262 HV10. V hodnotách vrubové houževnatosti nebyl zjištěn zřejmý trend, hodnoty se v průměru pohybovaly kolem 40 J/cm². Této hodnoty vrubové houževnatosti bylo také dosaženo při dlouhodobém konvenčním žíhání na měkko. Ostatní pevnostní hodnoty jsou v porovnání se stavem konvenčně žíhaném vyšší z důvodu větší velikosti karbidů.

Dosud byla míra sferoidizace karbidů ve strukturách vyhodnocována pouze vizuálním porovnáním mikrostruktur při různých zvětšeních. Pro ověření vlivu počtu teplotních cyklů na sferoidizaci karbidů, a tedy určení podílu sferoidizovaných a nesferoidizovaných karbidů byla provedena obrazová analýza režimů s jednou, dvěma a třemi teplotními cykly s 15 sekund dlouhými prodlevami (780-1×15s, 780-2×15s a 780-3×15s). S těmito režimy bylo také porovnáno konvenční žíhání na měkko v peci, které se skládalo z pomalého ohřevu na teplotu 790°C a 11 hodinové výdrže na této teplotě a následného pomalého chladnutí v peci rychlostí 13°C/hod.

Obrazová analýza kvantifikace globulárních karbidů byla provedena pomocí softwaru NIS Element. Pro tuto analýzu bylo použito z každého režimu deset metalografických snímků z elektronového mikroskopu se zvětšením 15000x. Délka a šířka karbidů byly měřeny automaticky. Poměr stran (d/š) byl vypočítán jako délka karbidu děleno jeho šířce. Naměřené karbidy byly poté rozděleny do kategorií dle jejich poměru stran (d/š). Procentuální podíl ($C_{d/š}/C$) byl poté spočten z plochy cementitu (karbidů) v dané kategorii (d/š) děleno celkové ploše cementitu. Pro účely této práce byl poměr stran $d/š=3$ zvolen jako hraniční poměr rozdělující morfologii globulární od lamelární. V případě poměru $d/š$ menší než 3, částice byla označena jako globulární, v případě poměru $d/š$ vyšší než 3, byla částice označena jako nedokonale sferoidizovaná nebo lamelární.

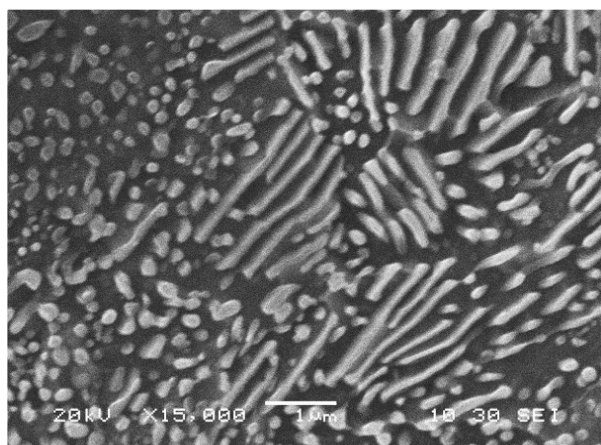


Obr. 143 Mikrostruktura vzorku konvenčně žíhaného, 208 HV10

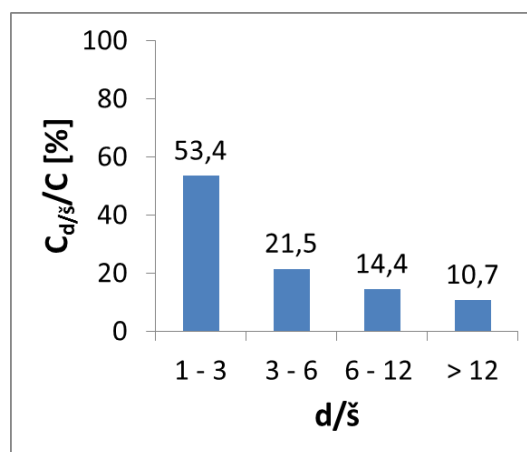


Obr. 144 Stupeň sferoidizace karbidů po konvenčním žíhání

d/š - délka karbidu dělená jeho šířkou
 $C_{d/s}/C$ - zastoupení dané kategorie (d/š) cementitu v celkovém množství cementitu

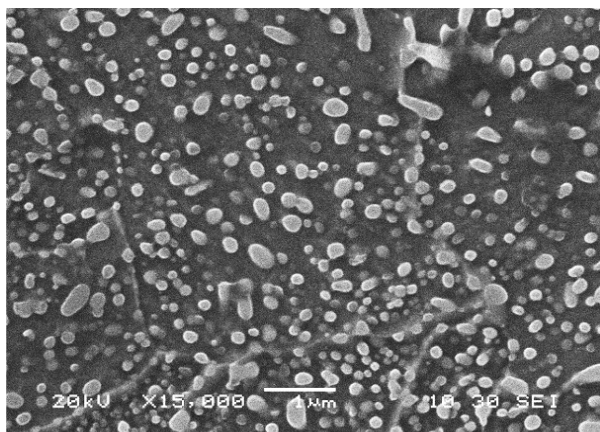


Obr. 145 Mikrostruktura vzorku 780-1×15s, 297 HV10

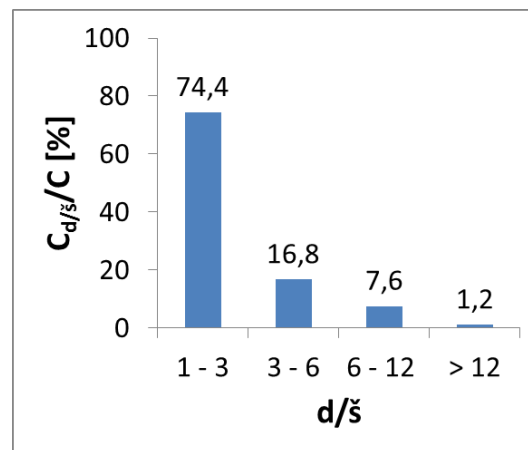


Obr. 146 Stupeň sferoidizace karbidů po 780-1×15s

d/š - délka karbidu dělená jeho šířkou
 $C_{d/s}/C$ - zastoupení dané kategorie (d/š) cementitu v celkovém množství cementitu

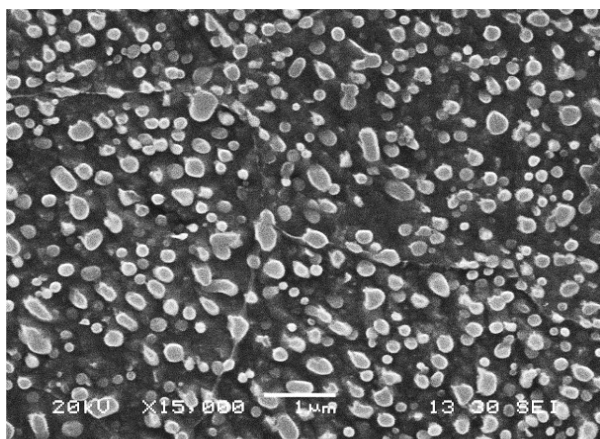


Obr. 147 Mikrostruktura vzorku 780-2×15s,
282 HV10

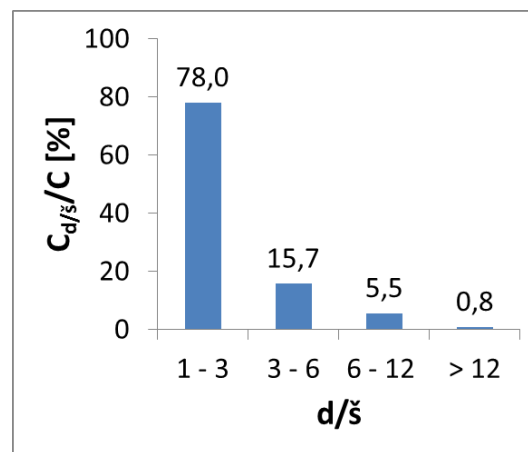


Obr. 148 Stupeň sferoidizace karbidů
po 780-2×15s

d/š - délka karbidu dělená jeho šířkou
 $C_{d/s}/C$ - zastoupení dané kategorie (d/š) cementitu
v celkovém množství cementitu



Obr. 149 Mikrostruktura vzorku 780-3×15 s,
264 HV10



Obr. 150 Stupeň sferoidizace karbidů
po 780-3×15s

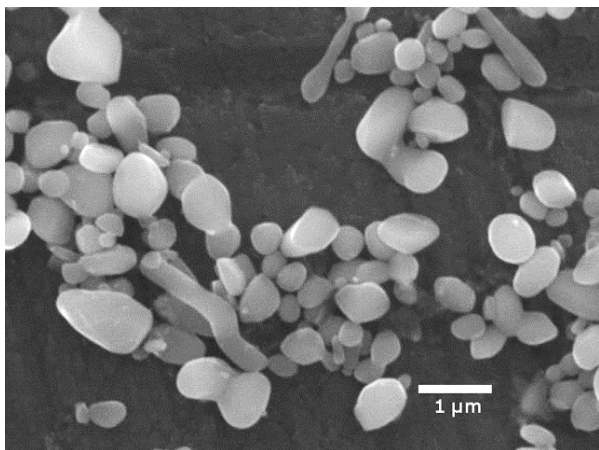
d/š - délka karbidu dělená jeho šířkou
 $C_{d/s}/C$ - zastoupení dané kategorie (d/š) cementitu
v celkovém množství cementitu

Referenční vzorek byl dodán ve vyžíhaném stavu z firmy TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s. Konvenční žíhání probíhalo v peci s pomalým ohřevem a 11 hodinovou výdrží na teplotě 790°C s následným chladnutím v peci rychlostí 13°C/hod. Původní polotovar byl ze stejné tavby jako polotovar dodaný pro experimenty zrychlené sferoidizace karbidů. Výsledná mikrostruktura se skládala z globulárních hrubých karbidů ve feritické matici (Obr. 143). Velikost karbidů byla až do 1 µm. Obrazová analýza prokázala vysoký stupeň sferoidizace karbidů. Procentuální podíl ($C_{d/s}/C$) karbidů s poměrem stran $d/š > 3$ byl spočten pouze na 14,4 % (Obr. 144). To znamená, že podíl nesferoidizovaných částic byl 14,4 % z celkového množství cementitu.

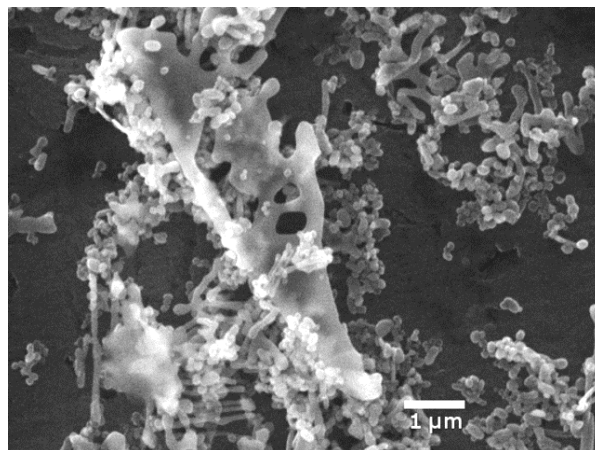
Vývoj mikrostruktury po zrychlené sferoidizaci karbidů je zobrazen v Obr. 145, Obr. 147, Obr. 149. Obrazová analýza ukázala, že vzorek po jednom teplotním cyklu vykazoval procentuální podíl plochy karbidů v kategorii částic $d/š > 3$ 46,6 % (Obr. 146). Tedy téměř polovina karbidů

byla v morfologii lamelární, či nedokonale sferoidizované. Vzorek po dvou teplotních cyklech vykazoval podíl 25,6 % (Obr. 148) a po třech teplotních cyklech 22 % (Obr. 150). Tedy 22 % částic ve struktuře bylo nesferoidizovaných z celkového počtu cementitu. Rozdíl mezi mikrostrukturami po jednom a dvou teplotních cyklech byl dobře viditelný. Ve struktuře po dvou teplotních cyklech bylo viditelně větší množství globulárních částic oproti jednomu teplotnímu cyklu. Tvrdost klesla o 15 HV₁₀. V případě režimů 780-2×15s a 780-3×15s klesla tvrdost téměř o 20 HV, mikrostruktury po dvou a třech teplotních cyklech se však jeví obdobně. Nebyl vysledován jednoznačný trend zvyšujícího se podílu sferoidizovaných částic. Obrazová analýza také neprokázala příliš velký rozdíl v podílu sferoidizovaných karbidů. Z tohoto důvodu bylo provedeno hloubkové leptání, které umožňuje vidět karbidy nejen ve 2D, ale ve 3D, čili je možné odhalit opravdový tvar částice. V řezu 2D se částečně fragmentované lamely mohou jevit jako globulární částice.

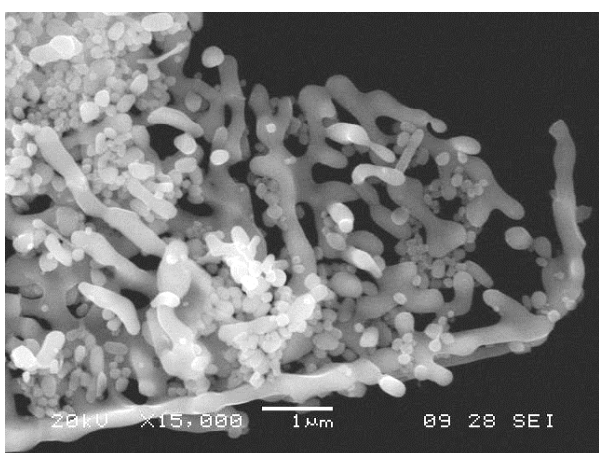
Hluboké leptání bylo provedeno v leptadlu Nital. Vzorky byly na 40 minut ponořeny do Nitalu a důkladně očištěny v metanolu. Poté byly karbidy odděleny v ultrazvukové čističce s metanolem a nanесeny na vyleštěnou měděnou podložku. Tyto částice byly pozorovány v elektronovém mikroskopu.



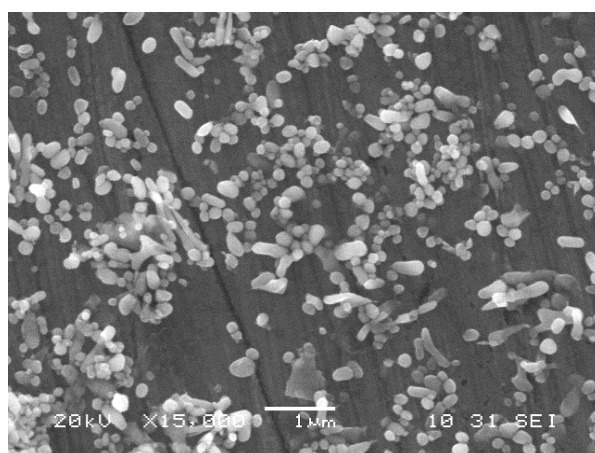
Obr. 151 Karbidické částice po konvenčním žhání na měkko



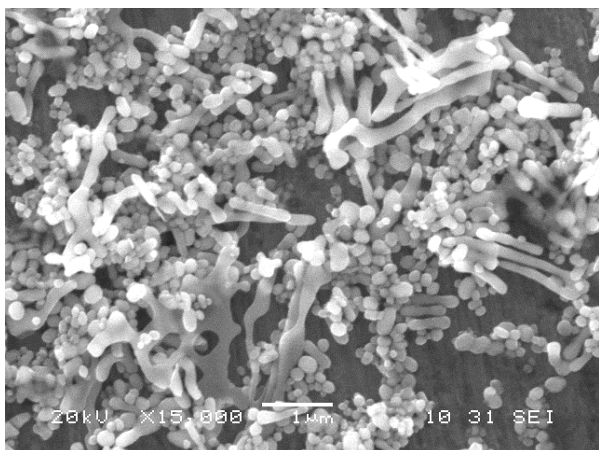
Obr. 152 Karbidické částice po režimu 780-1x15s



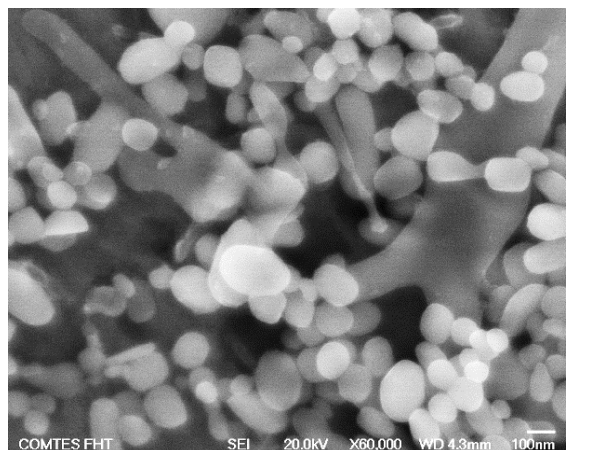
Obr. 153 Karbidické částice po režimu 780-2x15s



Obr. 154 Karbidické částice po režimu 780-3x15s



Obr. 155 Karbidické částice po režimu 780-3x15s



Obr. 156 Karbidické částice po režimu 780-3x15s

Cementitické částice získané z konvenčního žhání na měkko byly z většiny ve tvaru globulárním. Bylo pozorováno pouze malé množství částic tyčinkovitého tvaru v kategorii $d/\bar{s} > 5$ (Obr. 151).

Režim jednoho teplotního cyklu 780-1x15s způsobil fragmentaci cementitických lamel a částečnou sferoidizaci. Na Obr. 152 jsou vidět perlitické lamely s dírami a velkým množstvím

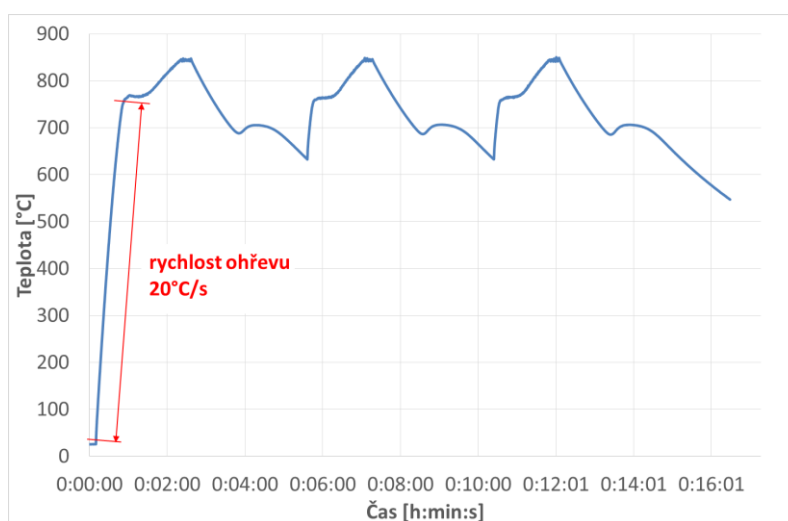
fragmentovaných lamel tyčinkovitého a červovitého tvaru a také velké množství globulárních karbidů.

Větší množství sferoidizovaných karbidů bylo pozorované po aplikaci režimu s dvěma teplotními cykly 780-2×15s. Nicméně, v této struktuře bylo také pozorované velké množství cementitických částic, které měly složitý krajkovitý tvar částečně fragmentovaných lamel větších než 10 μm (Obr. 153). Bez hloubkového leptání se tyto složité tvary jevíly ve 2D jako globulární.

Režim 780-3×15s způsobil další vývoj tvaru cementitických částic. Velké částice v rozvětveném krajkovitém tvaru byly pozorovány velice zřídka. Většina cementitických částic byla v globulárním tvaru a minimum částic bylo ve tvaru tyčinkovitém v kategorii $d/\bar{s} > 5$ (Obr. 155). Rozdíl mezi strukturami režimů se dvěma a třemi cykly byl znatelný, v případě třech teplotních cyklů klesl podíl zbytků nedokonale sbalených původních cementitických lamel. Touto analýzou tedy byl vyhodnocen jako nejlepší v předchozích případech režim se třemi teplotními cykly. Struktura byla dokonale sferoidizovaná s pouze velice malým podílem nedokonale globulárních karbidů. Globulární karbidy měly velikost přibližně od 50 do 200 nm (Obr. 156). V dalších experimentálním vývoji bylo tedy vycházeno z tohoto režimu se třemi teplotními cykly.

Druhá fáze zpracování – optimalizované parametry procesu: rychlost ohřevu a teplota cyklů

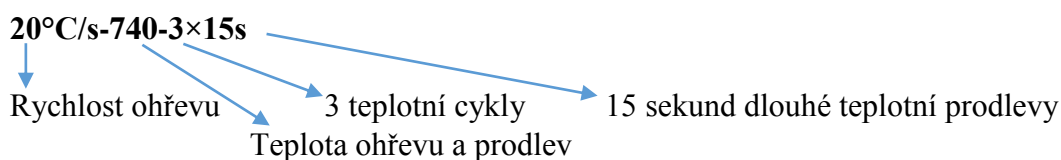
Z literatury [68] je známo, že čím vyšší je rychlost ohřevu, tím jsou teploty transformací posunuty směrem k vyšším teplotám. V praxi není vždy možné dodržet přesné parametry zpracování, a proto bylo v této etapě hledáno tzv. „technologické okno“ proveditelnosti procesu. Hlavním cílem tedy bylo zjistit vliv rychlosti ohřevu a teploty cyklů na sferoidizaci karbidů a tvrdost. Jako referenční režim byl zvolen režim se třemi teplotními cykly (3×15s), který zajistil dokonalou sferoidizaci karbidů. Režimy tepelného zpracování se skládaly z ohřevu rychlostí 20°C/s, 60°C/s nebo 180°C/s na teplotu v rozmezí 740°C do 840°C, výdrže na této teplotě po dobu 15 sekund, volného chladnutí na vzduchu pod teplotu perlitické přeměny na teplotu 630°C, znovu ohřev na tutéž teplotu, výdrž 15 sekund, ochlazení na teplotu 630°C, znovu ohřev na tutéž teplotu, výdrž 15 sekund a volné chladnutí na vzduchu na teplotu okolí (Obr. 125) [69]. Rychlost ohřevu 20, 60 a 180°C/s byla vypočtena z oblasti pod teplotou začátku perlitické přeměny. Po dosažení této teploty byla rychlost ohřevu díky transformaci výrazně menší. To bylo patrné ze záznamu teplot jednotlivých režimů (Obr. 157).



Obr. 157 Schéma režimu 20°C/s-840-3×15s s vyznačením oblasti uváděné rychlosti ohřevu

Teplota ohřevu a teplotních výdrží byla zvolena 740, 760, 780, 800, 820 a 840°C, aby byl pokrytý určitý teplotní interval v závislosti na rychlosti ohřevu. Hlavním důvodem bylo zjištění vlivu rychlosti ohřevu a teploty ohřevu na sferoidizaci karbidů v souvislosti s posunem transformační teploty.

Značení režimů je znázorněno v následujícím příkladu:



Ohřev rychlostí 20°C/s na teplotu 740 °C, tři teplotní cykly s 15 sekund dlouhými prodlevami, chlazení na vzduchu na teplotu okolí. Ostatní režimy jsou znázorněny v Tab. 16 a popsány v Tab. 17.

Tab. 16 Znázornění režimů tepelného zpracování ve středofrekvenčním měniči – 2. fáze

Rychlost ohřevu	Teploty výdrží					
	740°C	760°C	780°C	800°C	820°C	840°C
20°C/s	740°C	760°C	780°C	800°C	820°C	840°C
60°C/s	740°C	760°C	780°C	800°C	820°C	840°C
180°C/s	740°C	760°C	780°C	800°C	820°C	840°C

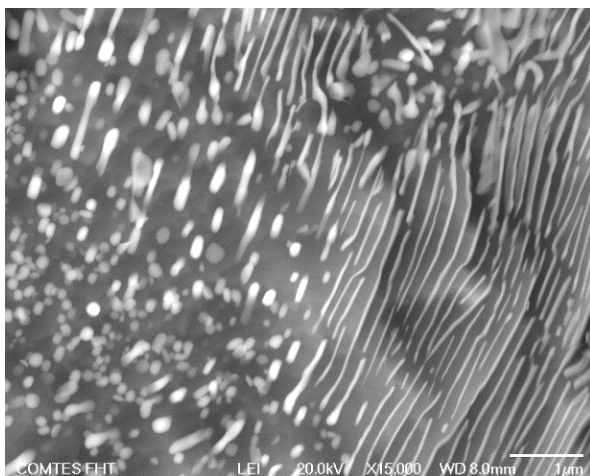
Tab. 17 Režimy tepelného zpracování ve středofrekvenčním měničích kmitočtu – 2. fáze

Režim	Popis tepelného zpracování
20°C/s-740-3×15s	Ohřev rychlostí 20 °C/s na 740°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
20°C/s-760-3×15s	Ohřev rychlostí 20°C/s na 760°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
20°C/s-780-3×15s	Ohřev rychlostí 20°C/s na 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
20°C/s-800-3×15s	Ohřev rychlostí 20°C/s na 800°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
20°C/s-820-3×15s	Ohřev rychlostí 20°C/s na 820°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
20°C/s-840-3×15s	Ohřev rychlostí 20°C/s na 840°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
60°C/s-740-3×15s	Ohřev rychlostí 60°C/s na 740°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
60°C/s-760-3×15s	Ohřev rychlostí 60°C/s na 760°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
60°C/s-780-3×15s	Ohřev rychlostí 60°C/s na 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
60°C/s-800-3×15s	Ohřev rychlostí 60°C/s na 800°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
60°C/s-820-3×15s	Ohřev rychlostí 60°C/s na 820°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
60°C/s-840-3×15s	Ohřev rychlostí 60°C/s na 840°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
180°C/s-740-3×15s	Ohřev rychlostí 180°C/s na 740°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
180°C/s-760-3×15s	Ohřev rychlostí 180°C/s na 760°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
180°C/s-780-3×15s	Ohřev rychlostí 180°C/s na 780°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
180°C/s-800-3×15s	Ohřev rychlostí 180°C/s na 800°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
180°C/s-820-3×15s	Ohřev rychlostí 180°C/s na 820°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu
180°C/s-840-3×15s	Ohřev rychlostí 180°C/s na 840°C-15 sekund prodleva / ochlazení na 680°C / další 2 stejné teplotní cykly / chladnutí na vzduchu

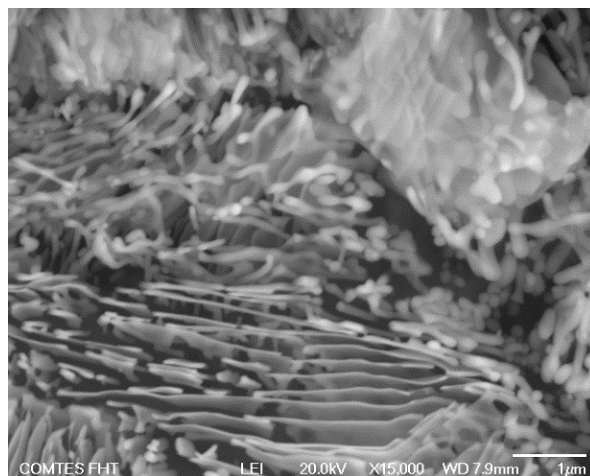
Sferoidizace karbidů

Z metalografické analýzy bylo zjištěno, že teplota ohřevu a prodlev 740°C byla příliš nízká. Při použití rychlosti ohřevu 20 a 60°C/s došlo ke sferoidizaci karbidů pouze ojedinele. V případě rychlosti ohřevu 180°C/s se struktura nelišila od výchozího stavu. Perlitické lamely zůstaly tedy nezměněné, nedošlo k žádné fragmentaci či sferoidizaci cementitu. V teplotním záznamu nebyl vysledován počátek perlitické přeměny ani v jednom případě.

Při použití teploty 760°C byly ve struktuře již objeveny oblasti se sferoidizovanými karbidy (Obr. 158). V případě rychlosti ohřevu 20 a 60°C/s nebyl mezi mikrostrukturami zjištěn žádný velký rozdíl. Pokud byla použita rychlost ohřevu 180°C/s došlo k částečné fragmentaci - přeměna cementitických lamel na tyčinkovité nebo červovité útvary (Obr. 159).

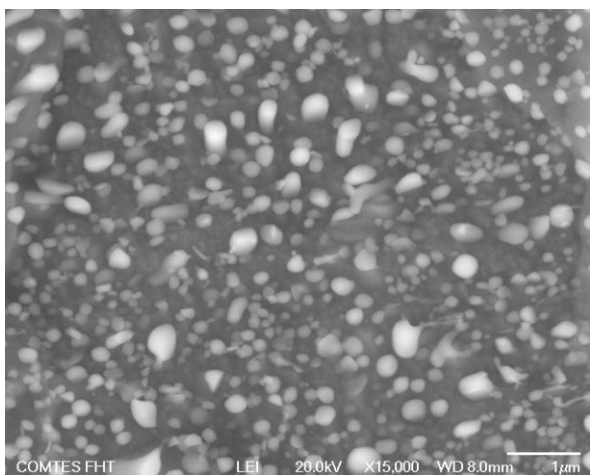


**Obr. 158 Mikrostruktura vzorku
20°C/s-760-3×15s, 313 HV10**

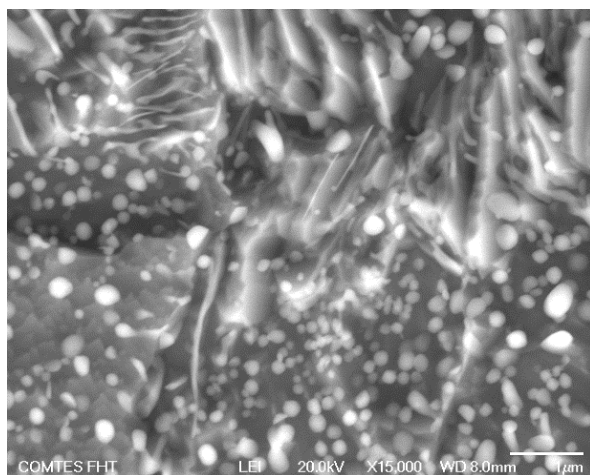


**Obr. 159 Mikrostruktura vzorku
180°C/s-760-3×15s, 287 HV10**

Při použití teploty ohřevu a prodlev 780°C byla pozorována sferoidizace karbidů v pokročilejším stádiu. V případě rychlosti ohřevu 20°C/s byla sferoidizace karbidů téměř dokonalá. Ve struktuře byly nalezeny pouze ojediněle se vyskytující nedokonale sferoidizované lamely cementitu. Při zvolené rychlosti ohřevu 60°C/s bylo částečně fragmentovaných lamel cementitu větší množství než v předchozím případě. Při nejvyšší rychlosti ohřevu 180°C/s bylo metalografickou analýzou zjištěno, že zhruba polovina cementitických lamel byla částečně fragmentována a zbytek byl tvořen globulárními karbidy.



**Obr. 160 Mikrostruktura vzorku
20°C/s_3x15_800°C, 255 HV10**



**Obr. 161 Mikrostruktura vzorku
180°C/s_3x15_840°C, 272 HV10**

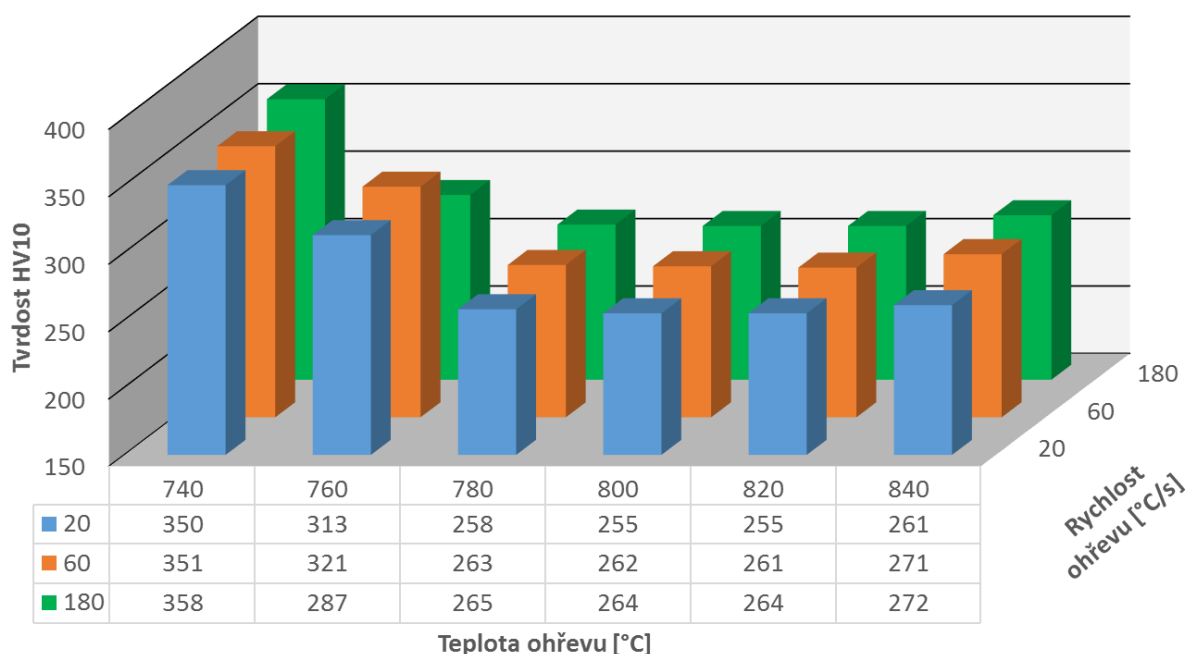
V případě aplikované teploty ohřevu a prodlev 800°C byla již při rychlosti ohřevu 20°C/s struktura sferoidizovaná (Obr. 160). Pouze ojediněle byly objeveny nedokonale sferoidizované karbidy. V případě rychlosti 60 a 180°C/s bylo detekováno malé množství zbytků nedokonale rozpuštěných cementitických lamel.

V případě teploty ohřevu a prodlev 820°C při rychlosti ohřevu 20°C bylo pozorováno malé množství rozptýlených krátkých lamel cementitu, pravděpodobně vzniklých při poslední perlitické přeměně. Mikrostruktura získaná rychlostí ohřevu 60 a 180°C/s byla sferoidizovaná bez přítomnosti těchto cementitických lamel.

Pokud byla použita nejvyšší teplota ohřevu 840°C a rychlost ohřevu 20°C/s, byly v mikrostruktuře ojediněle nalezeny nové lamely, tedy vzniklé při poslední perlitické přeměně. To bylo způsobeno přílišným rozpuštěním cementitu v austenitu díky příliš vysoké teplotě ohřevu a teplotních výdrží. Při rychlosti ohřevu 60°C/s byly nalezeny oblasti původního cementitu a zároveň nové cementitické lamely vzniklé při poslední perlitické přeměně. V případě rychlosti 180°C/s bylo pozorováno větší množství původních cementitických lamel. Proces byl příliš rychlý na to, aby se původní lamely sferoidizovaly, ale zároveň byly ve struktuře pozorovány nové cementitické lamely z důvodu přílišného rozpuštění původních lamel vlivem vysoké teploty ohřevu a teplotních prodlev (Obr. 161).

Měření tvrdosti

Tvrdość vzorků korespondovala s mikrostrukturami jednotlivých režimů. Při teplotě ohřevu 740°C se tvrdost vzorků při všech třech rychlostech ohřevu 20, 60 a 180°C/s příliš nelišila od tvrdosti výchozího stavu 383 HV10. Hodnoty se pohybovaly kolem 350 HV10 (Obr. 162). Se zvyšující se teplotou ohřevu a prodlev se tvrdost vzorků snižovala v důsledku vyššího podílu sferoidizovaných karbidů. Při nejvyšší teplotě ohřevu 840°C se již tvrdost opět zvyšuje v důsledku přítomnosti cementitických lamel. Aplikací režimu s nejvyšší rychlostí ohřevu a nejvyšší teplotou ohřevu a prodlev, a to 180°C/s, 840°C bylo dosaženo hodnoty tvrdosti 272 HV10. Nejlepší, tedy nejnižší, tvrdosti a sferoidizované struktury bylo dosaženo při aplikaci režimu s rychlostí 20°C/s při teplotě ohřevu a teplotních prodlev 800°C a 820°C.

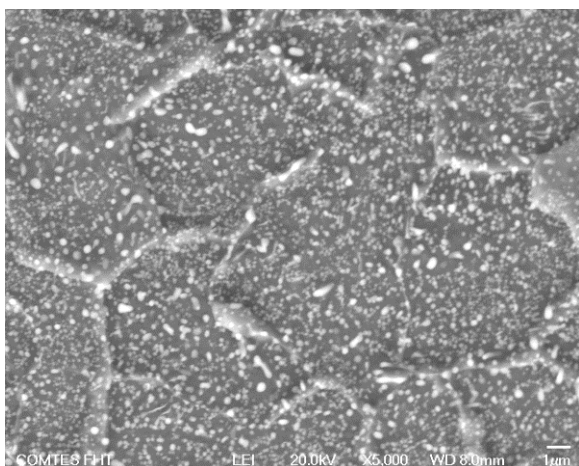


Obr. 162 Tvrdość vzorků po tepelném zpracování ve středofrekvenčním měničích kmitočtu – 2. fáze

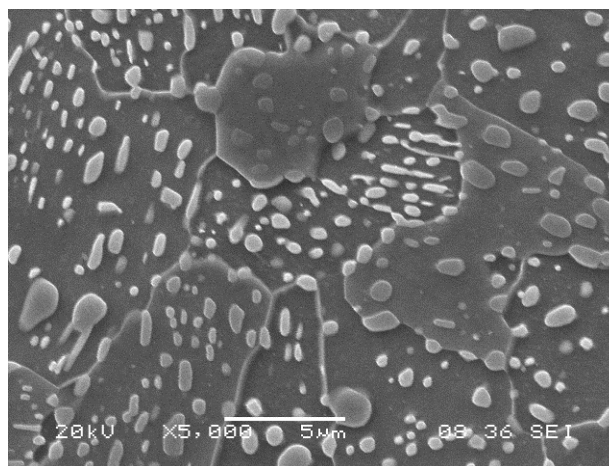
Zjemnění struktury

Při aplikaci teploty ohřevu a prodlev 740°C zůstala ve všech případech rychlostí ohřevu struktura stejná jako struktura výchozí. Struktura byla tedy tvořena cementitickými lamelami ve feritické matici. Při teplotě 760°C byly již pozorovány kolonie sferoidizovaného cementitu.

V případě použití teplot ohřevu a prodlev 780°C až 840°C a všech třech případech rychlostí ohřevu (20, 60, 180°C/s) došlo ke zjemnění původního austenitického zrna v porovnání s výchozím stavem a se stavem po konvenčním žíhání na měkko. Velikost globulárních karbidů vzniklých zrychlenou sferoidizací, tedy procesem ASR, byla výrazně menší než velikost karbidů po konvenčním dlouhodobém žíhání na měkko v peci (Obr. 163, Obr. 164).



Obr. 163 Mikrostruktura vzorku 60°C/s-820-3x15s-820°C, 261 HV10



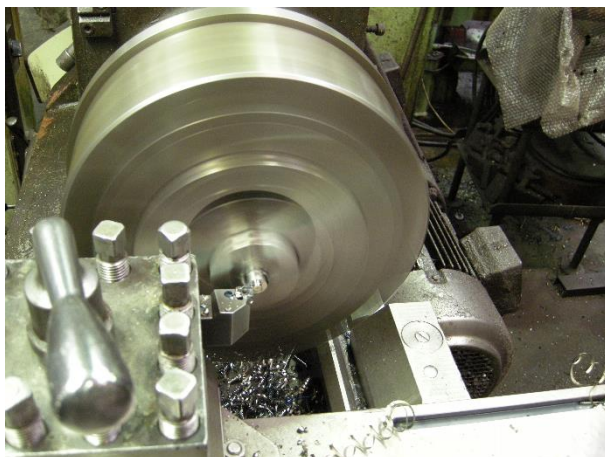
Obr. 164 Mikrostruktura konvenčně žíhaného vzorku, 208 HV10

Z tohoto důvodu byla na reálných vzorcích provedena zkouška obrobiteľnosti, protože se předpokládá horší obrobiteľnosť v prípade jemných častíc po procese ASR.

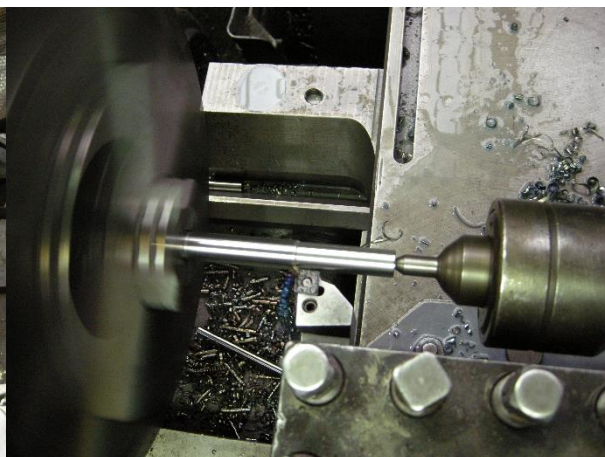
5.2.3.1 Zkouška obrobiteľnosti

Obrobiteľnosť materiálu je souhrn vlastností obráběného materiálu z hlediska jeho vhodnosti pro výrobu součástí konkrétním způsobem obrábění. Mírou vhodnosti je ekonomický a kvalitativní výsledek procesu obrábění. Obrobiteľnosť určitého materiálu se neurčuje absolutně měřitelnou jednotkou. Klasické materiály mají v normativu materiálů přiřazenou skupinu obrobiteľnosti, která vychází z chemického složení a mechanických hodnot materiálu. Stupeň obrobiteľnosti je pojem relativní, který určuje o co je zkoumaný materiál při obrábění za stejných podmínek, stejným druhem nástroje a stroje, za stejného opotřebení (nebo trvanlivosti) lépe nebo hůře obrobiteľný než materiál druhý. Rozdíl mezi skupinami obrobiteľnostmi je dán koeficientem 1,26. To značí, že pro splnění podmínky shodného opotřebení (nebo trvanlivosti) nástroje je nutno např. u hůře obrobiteľného materiálu snížit řeznou rychlost o cca 26 %.

Zkouška obrobiteľnosti byla provedena externě ve firmě PILSEN TOOLS, s.r.o. Zkouška probíhala jako porovnání obrobiteľnosti vzorků zpracovaných procesem zrychlené sferoidizace karbidů (ASR) režimem třech teplotních cyklů na teplotě 780°C a chladnutí na vzduchu (780-3×15s) a vzorků konvenčně žíhaných v peci po dobu 11 hodin na teplotě 790°C a pomalém chladnutí v peci rychlostí 13°C/hodinu. Porovnání obrobiteľnosti bylo provedeno ve 3 zkouškách, buď čelním, nebo podélným soustružením, vždy střídavým obráběním obou typů materiálů, kde bylo po určitých časových úsecích měřeno opotřebení nástroje na hřbetě (VB) v milimetrech. Obrábění bylo prováděno bez chlazení. Nástrojem byl soustružnický nůž s výměnnou břitovou destičkou. Řezná destička byla typu CNMG 120408-TF IC 907 ISCAR.



Obr. 165 Zkouška obrobiteľnosti čelním soustružením



Obr. 166 Zkouška obrobiteľnosti podélným soustružením

Zkouška obrobiteľnosti čelním zapichováním

Zkoušky obrábění byly provedeny při čelním zapichování z důvodu nízké tuhosti polotovaru a jeho štíhlostnímu poměru. Upichování probíhalo jen s minimálním vysunutím materiálu z vřetena, aby nedocházelo k chvění a tím ke zkreslení výsledků.

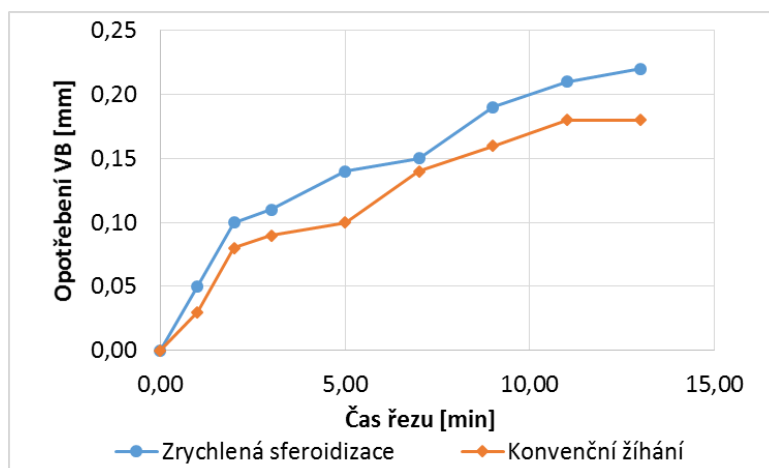
Šířka třísky byla 2,5 mm, přísuv 0,1 mm/otáčku, otáčky 900 min^{-1} . Průběh opotřebení na hřbetu je uveden v Tab. 18 a v grafu Obr. 167.

Tab. 18 Průběh opotřebení na hřbetu po zkoušce obrobiteľnosti čelním zapichováním - 0,1 mm/otáčku

Celkový čas řezu [min]	Opotřebení VB [mm]	
	Zrychlená sferoidizace	Konvenční žihání
0	0,00	0,00
1	0,05	0,03
2	0,10	0,08
3	0,11	0,09
5	0,14	0,10
7	0,15	0,14
9	0,19	0,16
11	0,21	0,18
13	0,22	0,18

Zrychlená sferoidizace (ASR) - režim 780-3×15s - tři teplotní cykly s prodlevami 15 sekund na teplotě 780°C a chladnutí na vzduchu

Konvenční žihání – Ohřev a výdrž 11 hodin na teplotě 790°C a pomalé chladnutí v peci rychlostí 13°C/hodinu



Obr. 167 Řezné opotřebení na hřbetu soustružnického nože po čelním zapichování – 0,1 mm/otáčku

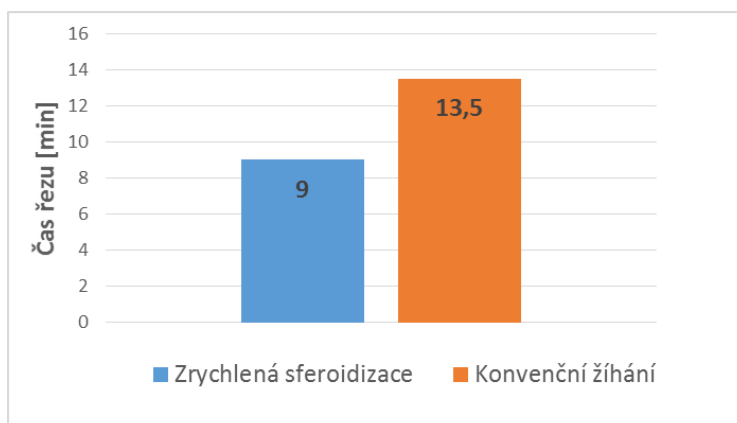
Z těchto výsledků vyplývá, že materiál zrychleně žíhaný byl hůře obrobitelný než materiál žíhaný konvenčně. Měřené opotřebení nástroje bylo menší po obrábění materiálu konvenčně žíhaného.

Dále byla zkouška čelním zapichováním provedena s těmito parametry: šířka třísky byla 2,5 mm, přísuv 0,15 mm/otáčku, otáčky 900 min^{-1} . Hodnoty opotřebení na hřbetu jsou uvedeny v Tab. 19 a zobrazeny v grafu Obr. 168.

Tab. 19 Průběh opotřebení na hřbetu po zkoušce obrobitelnosti čelním zapichováním - 0,15 mm/otáčku

Celkový čas řezu [min]	Opotřebení VB [mm]	
	Zrychlená sferoidizace	Konvenční žíhání
1,5	0,06	0,06
3,0	0,09	0,10
4,5	0,14	0,12
6,0	0,17	0,14
7,5	0,19	0,15
9,0	0,21	0,17
10,5	0,22	0,18
12,0	0,24	0,19
13,5	0,26	0,21

V Tab. 19 a následujícím grafu (Obr. 168) je zobrazen čas obrábění, při kterém bylo dosaženo shodného opotřebení $VB=0,21 \text{ mm}$ (v tab. označeno šedou výplní). Materiál po zrychlené sferoidizaci dosáhl této hodnoty na nástroji po 9 minutách, materiál konvenčně žíhaný v peci po 13,5 minutách. Z toho tedy, obdobně jako v předchozím případě, vyplývá, že materiál zrychleně žíhaný byl hůře obrobitelný.



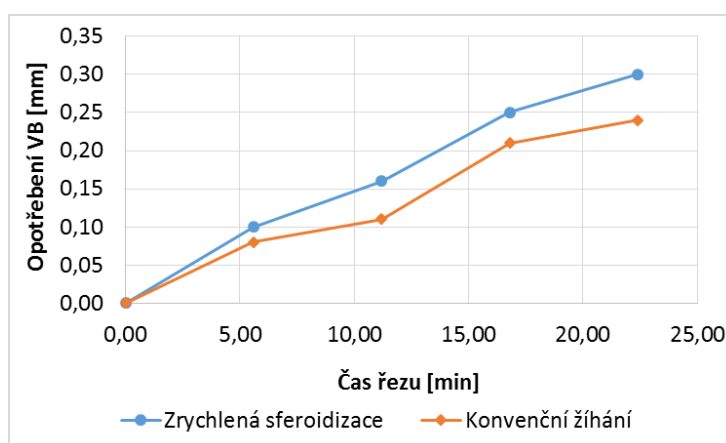
Obr. 168 Řezné opotřebení na hřbetu soustružnického nože po čelním zapichování – 0,15 mm/otáčku

Zkouška obrobiteľnosti podélným soustružením

V případě podélného soustružení byla hloubka třísky 0,5 mm, posuv 0,1 mm/otáčku, otáčky 900 min⁻¹. Průběh opotřebení na hřbetu nástroje je uveden v následující Tab. 20 a grafu Obr. 169.

Tab. 20 Průběh opotřebení na hřbetu po zkoušce obrobiteľnosti podélným soustružením

Celkový čas řezu [min]	Opotřebení VB [mm]	
	Zrychlená sferoidizace	Konvenční žíhání
0,0	0,00	0,00
5,6	0,10	0,08
11,2	0,16	0,11
16,8	0,25	0,21
22,4	0,30	0,24



Obr. 169 Průběh opotřebení na hřbetu po zkoušce obrobiteľnosti podélným soustružením

Z výsledků měření opotřebení je zřejmé, že materiál zpracovaný indukčně, tedy po zrychlené sferoidizaci karbidů byl hůře obrobiteľný, nástroj měl vyšší opotřebení v porovnání s materiálem po konvenčním žíhání. Rozdíly v hodnotách opotřebení nástroje VB mezi materiály se pohybovaly do 25%. Tato hodnota je v souladu s koeficientem mezi skupinami obrobiteľnosti a je tedy možno vyhodnotit indukčně zpracovaný materiál (zrychlená sferoidizace karbidů) jako hůře obrobiteľný o 1 skupinu proti porovnávanému materiálu

zpracovaného konvenčně v peci. Nicméně, u jemnější struktury, resp. u jemnějších karbidů se předpokládají lepší finální vlastnosti, jako opotřebení a životnost součástí. Z tohoto důvodu byla v další části věnována velká pozornost porovnávání vlastností a mikrostruktur žíhaného materiálu zrychleně a konvenčně po zakalení a popouštění.

5.2.4 Kalení a popouštění oceli 100CrMnSi6-4 v atmosférické peci a kalicím dilatometru

Žíhání, tedy sferoidizace karbidů se provádí především z důvodu obrobiteľnosti materiálu. Po obrobení, tedy vyrobení finální součásti v žíhaném stavu, následuje operace kalení a popouštění. Experimentální zpracování kalení a popouštění bylo prováděno nejprve v kalicím dilatometru, poté v atmosférické peci. Porovnáván byl materiál po kalení a popouštění vyžíhaný konvenčně s materiálem po zrychlené sferoidizaci karbidů. Sledován byl vliv teploty kalení na velikost karbidů, velikost původního austenitického zrna a chování dilatometrických křivek při popouštění. Na kalených a popouštěných vzorcích po konvenčním a zrychleném žíhání byla provedena zkouška opotřebení (pin on disc) a zkouška životnosti na ložiskových kroužcích.

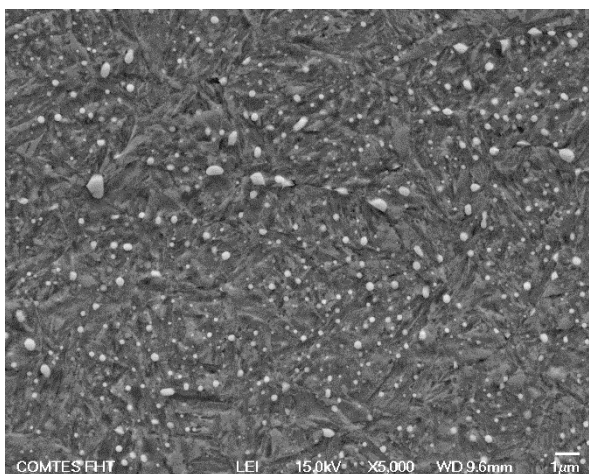
Kalení a popouštění oceli 100CrMnSi6-4 v kalicím dilatometru

Experimentální kalení a popouštění probíhalo v kalicím dilatometru, který umožňuje sledovat dilataci vzorku a tím i transformační chování sledovaného materiálu. Takto lze stanovit teploty fázových přeměn a dobu jejich trvání. Při experimentu v kalicím dilatometru byla optimalizována teplota kalení, a to, 840°C a 800°C. Po 30 minutách teplotní výdrže následovalo kalení, kdy rychlost byla simulována jako rychlost kalení 16 mm tyče do olejové lázně, tak aby byly napodobeny podmínky kalení jako v předchozím případě kalení a popouštění v atmosférické peci. Popouštění probíhalo při teplotě 240°C po dobu 4 hodin. Nižší teplota kalení 800°C, běžně v praxi nepoužívaná u této oceli, byla zvolena z důvodu menší velikosti výchozích karbidů po zrychlené sferoidizaci. Vznikl předpoklad, že nižší teplota kalení by mohla být dostatečná pro rozpuštění jemnějších karbidů, vzniku homogenního austenitu a zajištění zákalné struktury. Sledován byl tedy vliv teploty kalení 840°C a 800°C na velikost a četnost karbidů, velikost martenzitu a měřena byla také velikost původního austenitického zrna. V průběhu 4 hodinové výdrže na teplotě 240°C, tedy během popouštění, byly měřeny změny délky vzorků.

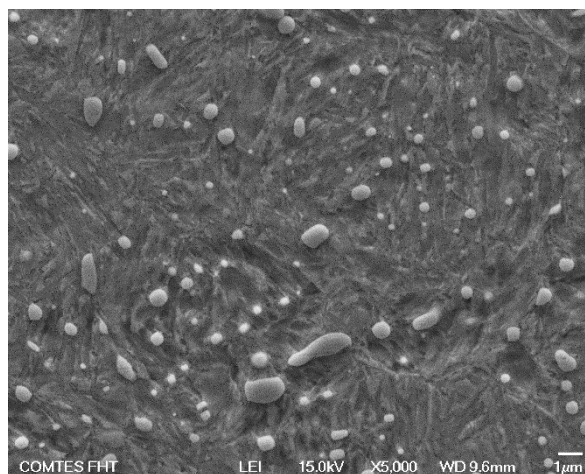
Na následujících metalografických snímcích jsou zobrazeny struktury jak po kalení, tak po popouštění. Výsledná struktura všech vzorků po kalení a popouštění byla tvořena popouštěným martenzitem nebo bainitem a globulárními karbidy.

Velikost a četnost karbidů

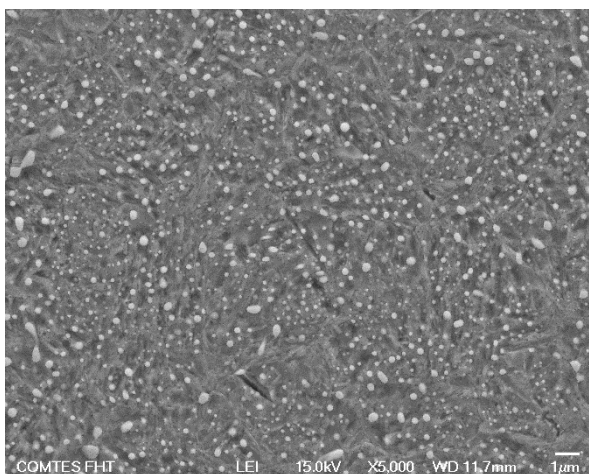
Při austenitizaci vzorků zpracovaných procesem ASR i po konvenčním žíhání zůstávalo ve struktuře značné množství nerozpuštěných karbidů. Vzhledem k tomu, že sferoidizované karbidy byly po ASR procesu významně jemnější (Obr. 170, Obr. 172) než po konvenčním žíhání (Obr. 171, Obr. 173), lze předpokládat, že při stejné austenitizační teplotě se do tuhého roztoku rozpustí více uhlíku u vzorků vyžíhaných procesem ASR. Tato skutečnost může mít významný vliv na následný průběh kalení, tvorbu martenzitické struktury, stabilitu zbytkového austenitu a na samotné stanovení optimální austenitizační teploty. Při austenitizaci na teplotě 800°C byly karbidy četnější jak po procesu ASR (Obr. 172), tak po konvenčním žíhání (Obr. 173). Při teplotě austenitizace 840°C se rozpustilo více uhlíku. Velikost karbidů po ASR žíhání a kalení a popouštění byla maximálně do 400 nm (Obr. 174), po konvenčním žíhání a kalení a popouštění dosahovaly karbidické částice i velikosti 1000 nm (Obr. 175). Čím byly karbidy ve struktuře menší, tím byly hustěji rozmístěny.



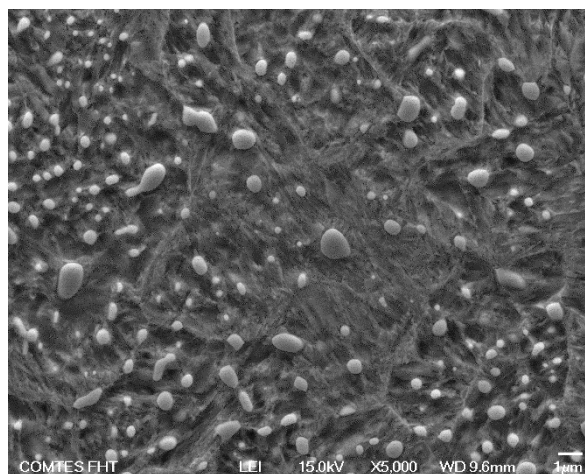
Obr. 170 Mikrostruktura vzorku po ASR a kalení z teploty 840°C



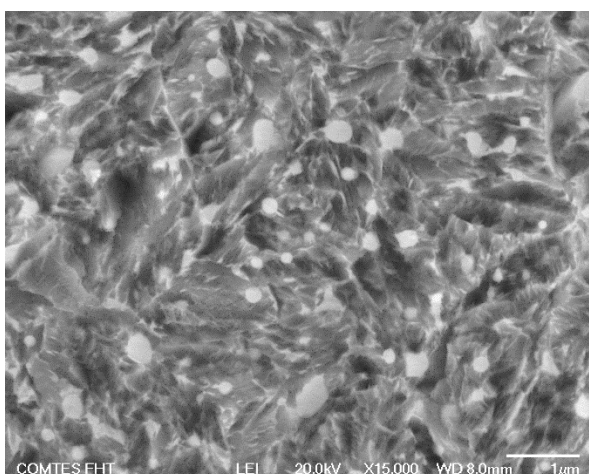
Obr. 171 Mikrostruktura vzorku po konvenčním žhání a kalení z teploty 840°C



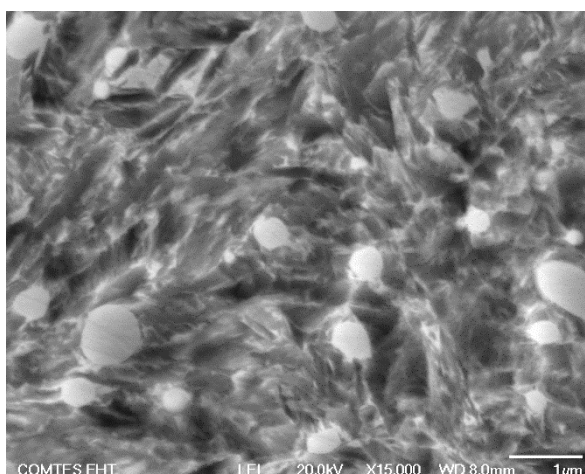
Obr. 172 Mikrostruktura vzorku po ASR a kalení z teploty 800°C



Obr. 173 Mikrostruktura vzorku po konvenčním žhání a kalení z teploty 800°C



Obr. 174 Mikrostruktura vzorku po ASR, kalení z teploty 840°C a popouštění



Obr. 175 Mikrostruktura vzorku po konvenčním žhání, kalení z teploty 840°C a popouštění

Velikost austenitického zrna

Velikost austenitického zrna byla určena dle normy ČSN EN ISO 643 průsečíkovou metodou. Vzorky byly připraveny mechanickým broušením a leštěním, hranice původních austenitických zrn byly vyvolány naleptáním v nasyceném vodném roztoku kyseliny pikrové za teploty 80°C. Velikost původního austenitického zrna korespondovala s hustotou rozmístění karbidů v matici. Původní austenitické zrna byla v případě všech vzorků polyedrická a jeho velikost je uvedena v Tab. 21. Velikost původního austenitického zrna po ASR a kalení z 800°C byla 3,27 μm, v případě teploty kalení 840°C byla 4,51 μm. V případě konvenčně žíhaných vzorků byla velikost austenitického zrna po kalení zhruba dvakrát větší, tedy 8,39 μm a 7,06 μm.

Tab. 21 Velikost austenitického zrna a tvrdost po kalení a popouštění

Režim	Tvrdost HV10	Velikost austenitického zrna [μm]
ASR / 800°C	877	3,27
ASR / 800°C / 240°C-4 h	715	-
ASR / 840°C	855	4,51
ASR / 840°C / 240°C-4 h	734	-
Konvenční žíhání / 800°C	623	8,39
Konvenční žíhání / 800°C / 240°C-4 h	658	-
Konvenční žíhání / 840°C	853	7,06
Konvenční žíhání / 840°C / 240°C-4 h	710	-

Zrychlená sferoidizace (ASR) - režim 780-3×15s - tři teplotní cykly s prodlevami 15 sekund na teplotě 780°C a chladnutí na vzduchu

Konvenční žíhání – Ohřev a výdrž 11 hodin na teplotě 790°C a pomalé chladnutí v peci rychlostí 13°C/hod.

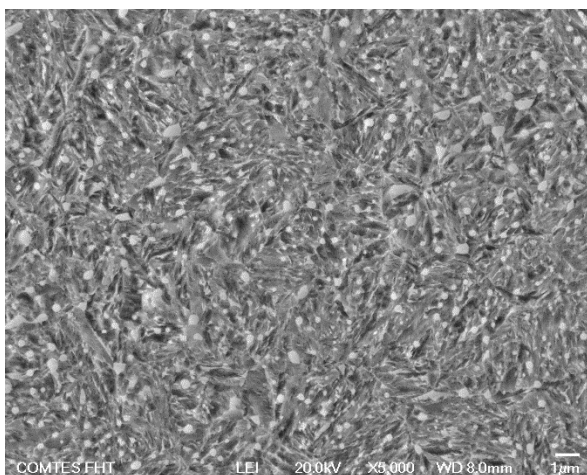
Jemnost a tvrdost základní struktury

Jemnější austenitické zrna i příznivější distribuce malých karbidů po ASR byly předpokladem pro vznik jemnějšího martenzitu s lepšími výslednými mechanickými vlastnostmi. Ložisková ocel, která byla kalena a popouštěna po procesu ASR, obsahovala martenzitické bloky menších rozměrů (Obr. 176) než materiál kalený a popouštěný po konvenčním žíhání (Obr. 177). Hodnoty tvrdosti naměřené na vzorcích po kalení a popouštění ukázaly, že při teplotě austenitizace 840°C bylo rozpuštěno dostatek uhlíku v tuhém roztoku jak u vzorků, které byly žíhány procesem ASR, tak u vzorků, které byly žíhány konvenčně. Výsledné hodnoty tvrdosti byly relativně blízké. Kalený a popouštěný vzorek po ASR dosáhl tvrdosti 734 HV10, po konvenčním žíhání 710 HV10. Jinak tomu bylo při teplotě austenitizace 800°C. V tomto případě se do tuhého roztoku u konvenčně žíhaných vzorků dostalo při nižší teplotě austenitizace jen málo uhlíku a materiál byl podkalený, tvrdost po kalení a popouštění dosahovala hodnoty 658 HV10. V případě vzorku zpracovaného procesem ASR s následným kalením z teploty 800°C bylo rozpouštěno uhlíku podstatně více díky tomu, že karbidy byly po ASR jemnější a vzorky byly zakalené na dostatečnou tvrdost, a to 715 HV10. Tato hodnota tvrdosti byla velmi podobná tvrdosti jako po konvenčním žíhání a kalení z teploty 840°C (710 HV10), to by bylo z technologického hlediska velice výhodné, protože by bylo možné snížit teplotu kalení o 40°C.

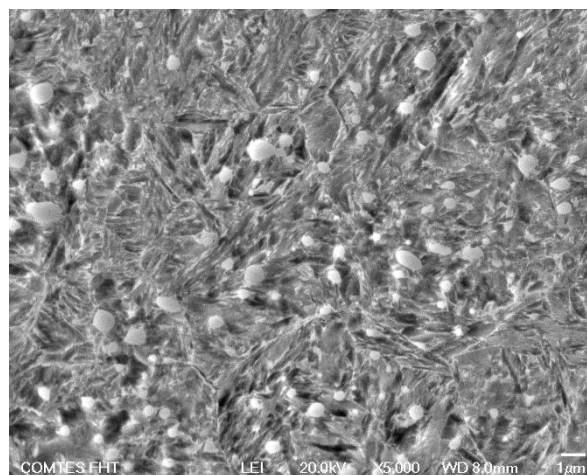
Při vyšší austenitizační teplotě dochází k rozpuštění většího množství uhlíku do austenitu, ke vzniku hrubšího martenzitu s vyšším podílem zbytkového austenitu. Tento předpoklad koresponduje s poklesem tvrdosti při popouštění a s tvarem dilatometrických křivek (Obr. 178). Pokles tvrdosti při popouštění je nejvýraznější u vzorku po zrychlené sferoidizaci a kalení

při 800°C (zhruba 160 HV10). Tvrdost vzorku po zrychlené sferoidizaci kaleného z 840°C klesla o 120 HV10, u konvenčně žíhaného kaleného z 840°C klesla o 140 HV10. Když je menší pokles tvrdosti, tak to ukazuje na vyšší podíl zbytkového austenitu a vyšší koncentraci uhlíku v martenzitu.

Skutečnost, že jemnější rozložení karbidů po ASR zvyšuje množství uhlíku, které se do tuhého roztoku rozpustí při austenitizaci, demonstrují dilatometrické křivky, měřené při popouštění vzorků. Výsledky dilatometrického měření jsou shrnuty v následujícím odstavci.



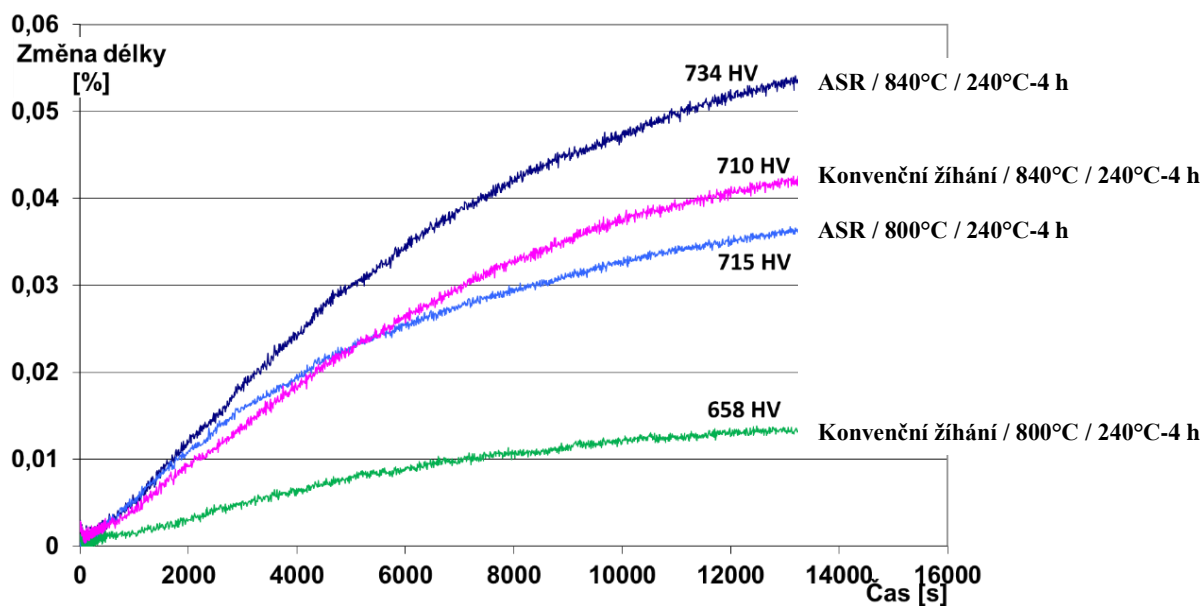
Obr. 176 Mikrostruktura vzorku po ASR, kalení z teploty 840°C a popouštění



Obr. 177 Mikrostruktura vzorku po konvenčním žíhání, kalení z teploty 840°C a popouštění

Dilatometrické měření

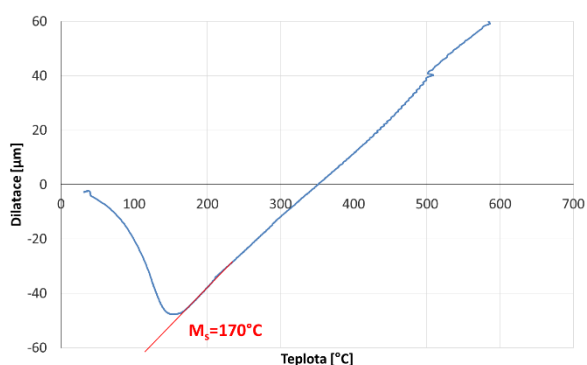
Dilatometrické křivky získané z měření ukazují nárůst délky vzorků v průběhu čtyř hodinového popouštění na teplotě 240°C (Obr. 178). Porovnávány byly křivky po zrychleném žíhání nebo konvenčním žíhání a kalení z teploty buď 840°C nebo 800°C.



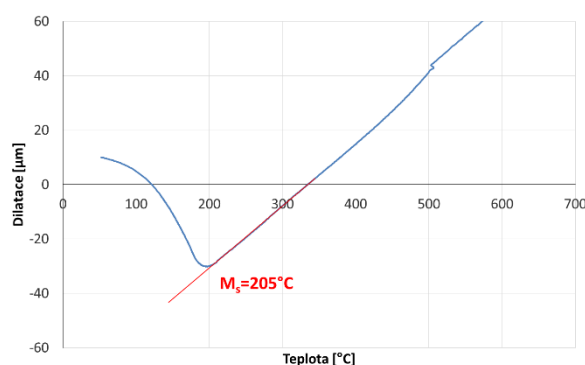
Obr. 178 Dilatometrické křivky během popouštění

Dilatace vzorků byla způsobena rozpadem zbytkového austenitu a precipitací cementitu. Množství zbytkového austenitu v zakalené struktuře a celkové množství precipitovaného cementitu je závislé na koncentraci uhlíku v austenitu při kalení. Tato koncentrace uhlíku závisí na teplotě kalení, ale pravděpodobně i na velikosti karbidických částic. Teoreticky se jemnější částice cementitu rozpustí při dané teplotní výdrži rychleji a austenit je více obohacen o uhlík. Díky tomu došlo k posunutí teploty martenzit start (M_s) a martenzit finiš (M_f) k nižším teplotám. M_s po ASR žihání a kalení z teploty 840°C byla 170°C, po konvenčním žihání a kalení z 840°C byla M_s 205 °C (Obr. 179, Obr. 180). V případě kalení z teploty 800°C, M_s po ASR žihání byla 202°C, po konvenčním žihání byla M_s 235°C. Nižší teplota M_s svědčí o vyšší koncentraci uhlíku v austenitu. Teploty martenzit start byly v podstatě shodné v případě ASR žihání a kalení z teploty 800°C jako v případě konvenčního žihání a kalení z teploty 840°C. Na snížení teploty martenzit start (M_s) má vliv také velikost původního austenitického zrna. Velikost austenitického zrna v případě vzorků po ASR byla významně menší, proto i teploty M_s byly nižší v obou případech teplot kalení.

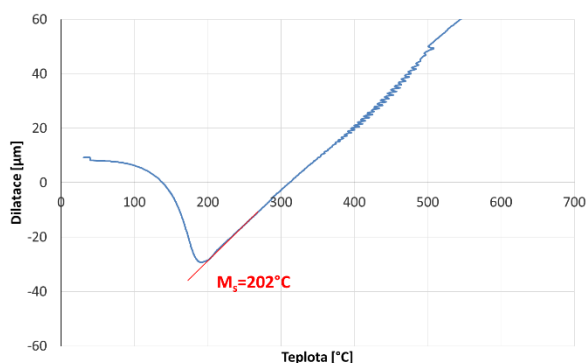
Nejvyšší nárůst délky vykazoval vzorek po zrychlené sferoidizaci kalený z 840°C, který měl zároveň nejmenší pokles tvrdosti při popouštění. Z uvedených výsledků lze usuzovat, že vzorek po zrychlené sferoidizaci kalený z 840°C měl větší koncentraci zbytkového austenitu po kalení způsobenou rozpuštěním většího množství uhlíku při austenitizaci v porovnání s konvenčně vyžiháným vzorkem s hrubými karbidy. Důsledkem tedy je, že u jemné struktury získané zrychlenou sferoidizací stačí pro dostatečné rozpuštění karbidů a získání požadované tvrdosti finálního ložiska nižší austenitizační teplota. Použití nižší austenitizační teploty je z technologického hlediska výhodné díky snížení energetické náročnosti při kalení a potenciálnímu snížení vnitřních pnutí a deformací po tepelném zpracování.



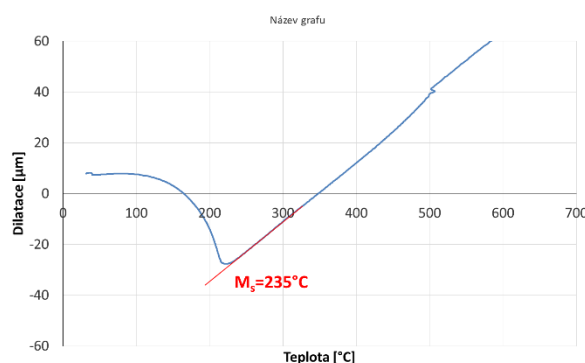
Obr. 179 M_s - ASR / 840°C



Obr. 180 M_s - Konvenční žihání / 840°C



Obr. 181 M_s - ASR / 800°C



Obr. 182 M_s - Konvenční žihání / 800°C

Kalení a popouštění oceli 100CrMnSi6-4 v atmosferické peci

Režimy kalení a popouštění, které spočívaly v kalení z teploty 840°C a 800°C a následném popouštění na teplotě 240°C po dobu 4 hodin byly použity pro zkoušku opotřebení pomocí metody pin on disc a pro zkoušku životnosti na reálných ložiskových kroužcích. Kalení a popouštění probíhalo v atmosferické peci. Porovnávány byly kalené a pouštěné vzorky po zrychlené sferoidizaci (ASR) a po konvenčním žíhání na měkko. Zrychlená sferoidizace (ASR) byla realizována režimem 800-3×30s, tedy třemi teplotními cykly s prodlevami 30 sekund na teplotě 800°C a chladnutí na vzduchu. Prodlevy byly prodlouženy z 15 sekund na 30 z důvodu většího průřezu kroužků s cílem dosáhnout ASR v celém průřezu vzorků. Konvenční žíhání se skládalo z ohřevu a výdrže dlouhé 11 hodin na teplotě 790°C a pomalého chladnutí v peci rychlostí 13°C/hodinu.

Pro tyto zkoušky byla použita ložisková ocel o chemickém složení uvedeném v Tab. 22. Výchozí materiál byl dodán z firmy TRINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s. ve tvaru tyčí o průměru 31 mm po válcování za tepla, aby bylo možné vyrobít vzorky pro zkoušku životnosti. Tvrdost činila 376 HV10. Výchozí mikrostruktura byla perlitická s malým podílem sekundárního cementitu vyloučeného po hranicích původních austenitických zrn.

Tab. 22 Chemické složení oceli 100CrMnSi6-4 [hm. %] pro zkoušku opotřebení a životnosti kalených a popouštěných vzorků

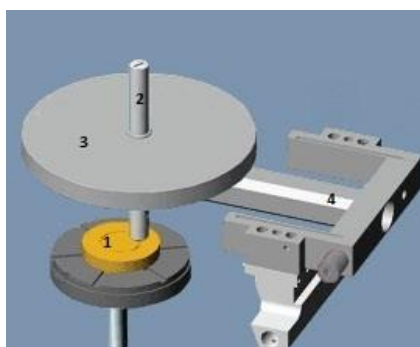
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu
1,00	0,55	1,11	0,012	0,003	1,56	0,004	0,026	0,029

Al	As	B	Ce	Co	N	Nb	Pb	Sb
0,023	0,006	0,003	<0,003	0,005	0,005	<0,001	<0,003	<0,005

Sn	Zr	Ta	La	Ti	V	W
0,003	<0,001	<0,001	<0,001	<0,000	0,003	<0,005

5.2.4.1 Zkouška odolnosti proti opotřebení metodou pin on disc

Zkouška odolnosti proti opotřebení byla provedena metodou pin on disk na vysokoteplotním tribometru firmy CSM Instruments. Účelem této zkoušky je stanovení odolnosti materiálů proti opotřebení za pracovních podmínek. Principem zkoušky je vtlačování indentoru s kuličkou definovanou silou do zkušební plochého tělesa, které rotuje. Indentor je k vzorku přitlačován předepsanou silou (pomocí závaží) a je připevněn na tuhé rameno zaznamenávající pomocí tenzometrů průběh třecí síly.



Obr. 183 Schéma zařízení pin-on-disc: 1. Zkušební vzorek, 2. Indentor s kuličkou, 3. Závaží, 4. Pružné rameno [71]

Opotřebení materiálu se zjišťuje ze stopy indentoru zanechané po zkoušce ve zkoušeném materiálu. Jedná se jednak o objem vlastní opotřebení (ztráty), jednak o vtlačení (deformaci) zkušební vzorku.

Míra opotřebení W :

$$W = \frac{\text{Objem opotřebení [mm}^3\text{]}}{\text{Zatížení [N] \cdot Dráha [m]}} \quad [\text{mm}^3/\text{Nm}] \quad (9)$$

Tato jednoduchá metoda umožňuje sledovat tření a opotřebení při kontaktu dvou ploch téměř u všech tuhých látek při suchém, eventuálně kapalném tření. Je zde možnost využití jak rotačního, tak i posuvného pohybu zkoušeného materiálů. Měření vyhodnocuje výkonný software TriboX.

Měření bylo provedeno za těchto parametrů a podmínek:

- Čistění vzorku i kuličky: metylalkohol
- Kulička: Si_3N_4
- Průměr kuličky: 6 mm
- Zatížení: 10 N
- Poloměr stopy: 7 mm
- Počet cyklů: 25 000
- Celková vzdálenost: 1100,5 m
- Lineární rychlost 5,85 cm/s
- Rychlost otáčení: 80 ot./min

Pomocí optického mikroskopu lze po testu zjistit šířku stopy na vzorku, velikost a charakter opotřebení kuličky. Míra opotřebení vzorku se zjišťuje proměřením geometrického profilu vzniklé tribologické stopy pomocí dotykového profiloměru SURTRONIC 25.

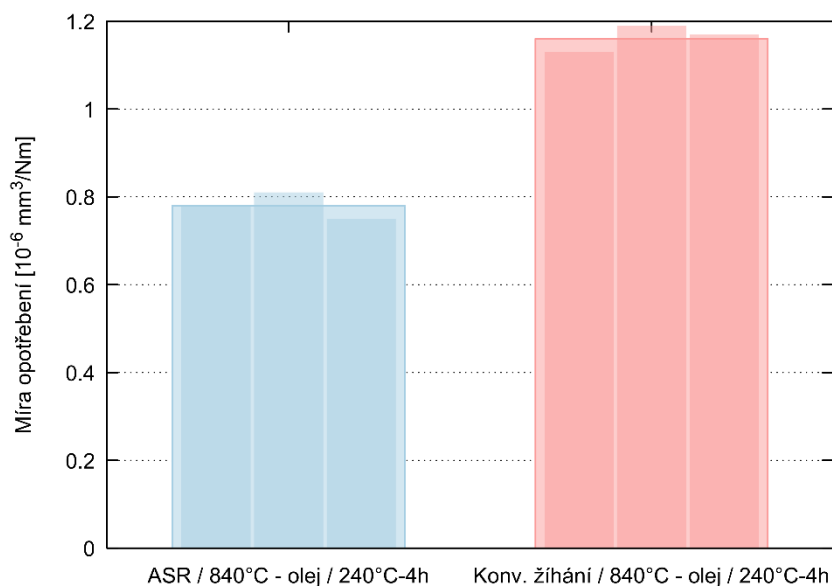
Zkouška byla provedena na třech vzorcích od každého typu, tedy na třech zakalených a popuštěných vzorcích zrychleně sferoidizovaných a třech zakalených a popuštěných vzorcích konvenčně žíhaných.

Tab. 23 Hodnoty ze zkoušky opotřebení kalených a popuštěných vzorků s teplotou kalení 840°C a popuštění 240°C-4 hod.

Vzorek	Plocha [μm^2]	Šířka stopy [μm]	Objem opotřebení [μm^3]	Míra opotřebení [$10^{-6} \text{mm}^3/\text{Nm}$]
ASR / 840°C-olej / 240°C-4 h	196,394	910	8637859,27	0,78
	202,571	909	8909537,92	0,81
	186,643	911	8208987,89	0,75
Konvenční žíhání / 840°C-olej / 240°C-4 h	283,489	913	12468497,44	1,13
	297,253	912	13073869,77	1,19
	292,491	915	12864426,08	1,17

Zrychlená sferoidizace (ASR) - režim 800-3×30s - tři teplotní cykly s prodlevami 30 sekund na teplotě 780°C a chladnutí na vzduchu

Konvenční žíhání – Ohřev a výdrž 11 hodin na teplotě 790°C a pomalé chladnutí v peci rychlostí 13°C/hodinu



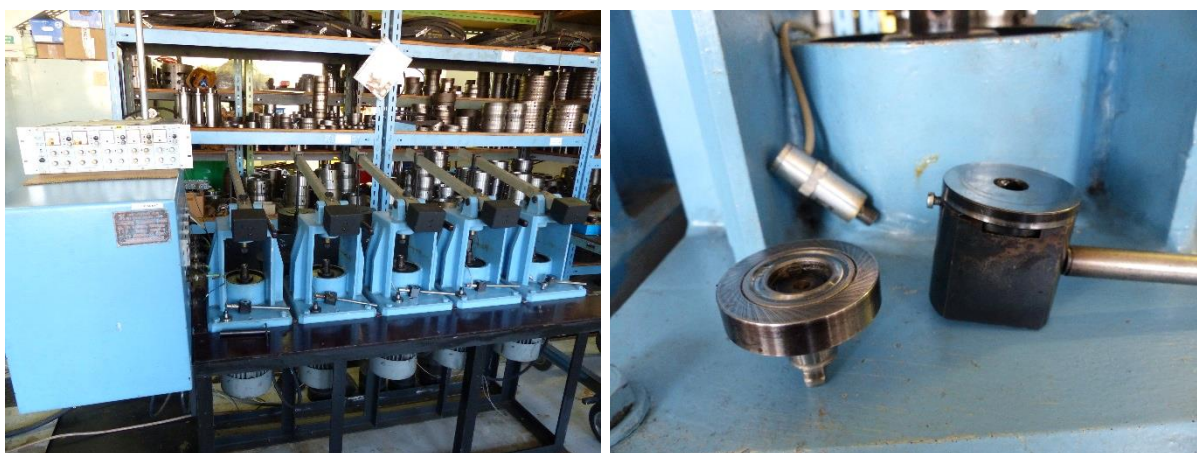
Obr. 184 Míra opotřebení kalených a popuštěných vzorků s teplotou kalení 840°C a popouštění 240°C- 4 hod.

V Tab. 23 a grafu na Obr. 184 je vidět, že kalené a popuštěné vzorky po ASR vykazovaly nižší míru opotřebení než kalené a popuštěné vzorky po konvenčním žihání. Vzorky zpracované režimem ASR / 840°C-olej / 240°C-4 h dosáhly průměrné hodnoty míry opotřebení $0,78 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ a vzorky zpracované režimem Konvenční žihání / 840°C-olej / 240°C-4 h dosáhly průměrné hodnoty opotřebení $1,16 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$.

Zkoušky odolnosti proti opotřebení jsou spíše informativní, opotřebení je prováděno na základě tření. V reálném provozu však ložiskové díly fungují spíše na principu valení. Z tohoto důvodu byla provedena i rozsáhlá statistická zkouška životnosti na reálných ložiskových kroužcích po experimentálním zpracování.

5.2.4.2 Zkouška životnosti ložiskových kroužků

Zkouška porovnání odolnosti povrchů vůči kontaktní únavě dle MP23/11 – „Metodika provádění zkoušek na zařízení AXMAT II“ byla provedena ve firmě ZKL VÝZKUM A VÝVOJ, A.S.



Obr. 185 Zařízení AXMAT pro zkoušku životnosti ložisek

Zařízení AXMAT (Obr. 185) je určeno k ověřování jakosti materiálu a způsobu jeho tepelného zpracování. Dále umožňuje provádět výzkum vlivu maziv na trvanlivost valivých kontaktů, zkoušky trvanlivosti při vyšších teplotách, zkoušky šíření kontaktní únavy apod.

Zkušební uzel je tvořen nehybným plochým vzorkem diskového tvaru, který je upevněn v držáku. Volitelnou osovou silou je zkušební vzorek přitlačován svojí rovinnou plochou proti vrstvě kuliček uložené v kruhové oběžné dráze opěrného kroužku tvořeného kroužkem axiálního ložiska. Opěrný kroužek je upevněn v unašeci a spolu s ním pomocí kuželového trnu v hřídeli pohonné jednotky. Na držáku vzorku je připevněn snímač pittingu, který předává signál k vypnutí pohonné jednotky při vzniku poškození [72].

Zkouška byla prováděna s následujícími parametry:

Axiální zatížení: 2673 N

Otáčky vřetene: 1420 min⁻¹

Maximální Hertzovo napětí: 4996 MPa

Průměr kuliček: 3,2 mm

Počet kuliček: 21

Povrch: 0,03

Vzhledem k daným provozním podmínkám na zařízení AXMAT a předepsané drsnosti pracovní plochy zkušební vzorku ($R_a=0,02$) se provádí mazání zkušební valivého uzlu plastickým mazivem.

Zkouška je označena jako úplná, pokud je zkouška prováděna na dvaceti zkušebních vzorcích z důvodu statistického vyhodnocování. Zkouška každého vzorku je ukončena vznikem pittingu na zkušebním vzorku.

Dynamická únosnost a trvanlivost – ČSN ISO 281 (024607)

Trvanlivostí valivého ložiska rozumíme počet otáček, které ložisko vykoná (nebo dobu chodu při dané frekvenci otáčení), než se objeví první známky únavy materiálu na valivých tělesech nebo oběžných drahách. Praktické zkoušky ukazují, že trvanlivost zcela stejných ložisek při stejných provozních podmínkách značně kolísá. Aby bylo možné za těchto okolností používat jednotný způsob výpočtu valivých ložisek, byla pro účely posuzování trvanlivosti ložisek zavedena takzvaná základní trvanlivost. Základní trvanlivost valivých ložisek je trvanlivost, kterou dosáhne nebo překročí 90% stejných ložisek při stejných provozních podmínkách, jestliže je použito běžně užívaného materiálu, dosaženo běžné výrobní kvality a ložisko pracuje za normálních podmínek provozu [73].

Základní trvanlivost je definována rovnicí:

$$L_{10} = \left(\frac{C}{P}\right)^p [min^{-1}] \quad L_{10h} = \left(\frac{C}{P}\right)^p \frac{10^6}{60n} [h] \quad (10)$$

kde:

C - základní dynamická únosnost ložiska [N, lb]

P - ekvivalentní dynamické zatížení ložiska [N, lb]

n - frekvence otáčení ložiska [1/min]

p - exponent (pro kuličková ložiska $p=3$, pro ostatní ložiska $p=10/3$)

Základní dynamická únosnost ložiska je definována jako stálé neproměnné zatížení, při kterém ložisko dosáhne základní trvanlivost jednoho milionu otáček. Hodnoty dynamických únosností jsou pro každé ložisko uváděny v příslušném katalogu.

Ekvivalentní dynamické zatížení ložiska je definováno jako výhradně radiální zatížení (u radiálních ložisek) resp. výhradně axiální zatížení (u axiálních ložisek), při jehož působení

bude mít ložisko stejnou trvanlivost, jakou dosáhne v podmínkách skutečného zatížení. Velikost ekvivalentního zatížení je popsána vztahem:

$$P = X \cdot F_r + Y \cdot F_a \quad [N, lb] \quad (11)$$

kde:

F_r - radiální složka skutečného zatížení [N, lb]

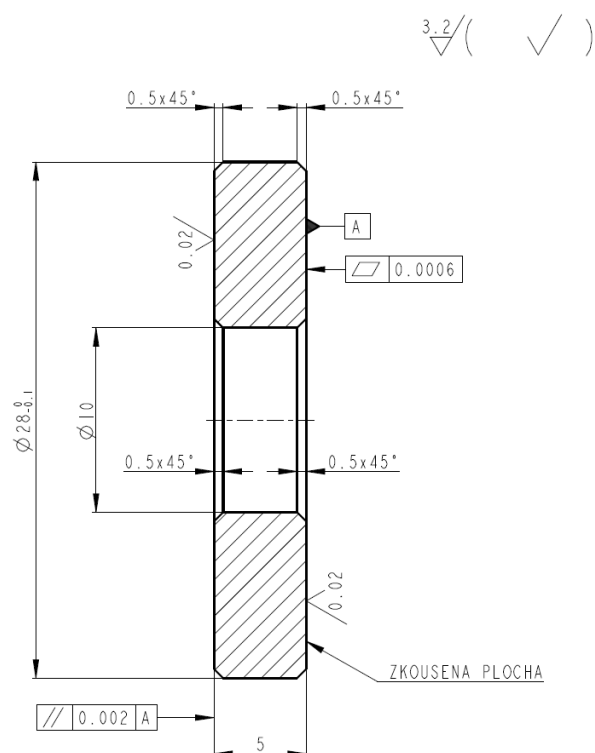
F_a - axiální složka skutečného zatížení [N, lb]

X - koeficient radiálního dynamického zatížení

Y - koeficient axiálního dynamického zatížení

Hodnoty koeficientů X, Y jsou závislé na typu, provedení a velikosti ložiska, u některých ložisek také na směru a velikosti skutečného zatížení. Pro každé ložisko jsou uváděny v příslušném katalogu [73].

Rozměry vzorků jsou vidět na Obr. 186. Všechny vzorky byly před zkouškou broušeny a leštěny.



Obr. 186 Rozměry vzorku pro zkoušku životnosti ložiskových kroužků

Porovnáváno bylo 20 vzorků z každého typu zpracování:

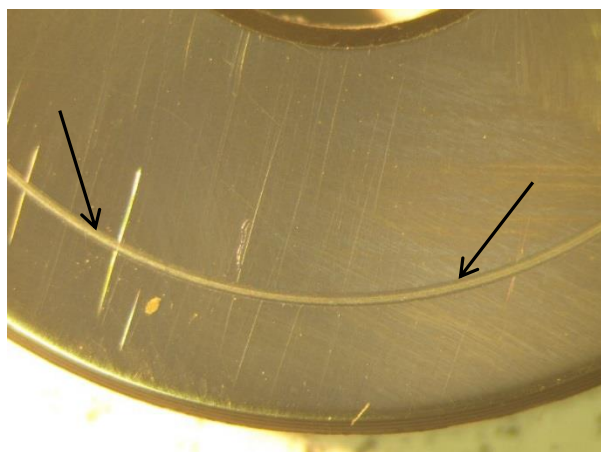
ASR₈₄₀ – ASR žíhání / kalení z 840°C do oleje / popouštění 240°C-4hodiny-vzduch

K₈₄₀ - konvenční žíhání / kalení z 840°C do oleje / popouštění 240°C-4hodiny-vzduch

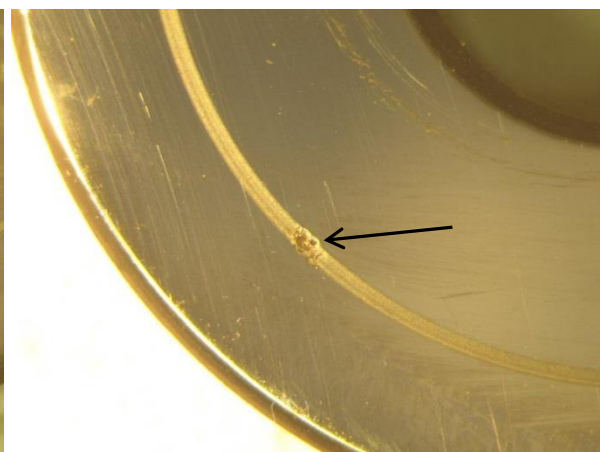
Pozn.: Polotovár konvenčně žíhaný v peci byl dodán ve vyžíhaném stavu z TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s., polotovár žíhaný procesem ASR byl tepelně zpracovaný v COMTES FHT a.s., ale výchozí polotovár byl také dodán z TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s. ze stejné tavby. Chemické složení oceli je uvedeno v Tab. 22.

Tab. 24 Životnost ložiskových kroužků po ASR s teplotou kalení 840°C

Číslo vzorku	L_i [hod]	L_i [10^6 otáček]	Foto
ASR ₈₄₀ 1	23	41,4	
ASR ₈₄₀ 2	207	>358	
ASR ₈₄₀ 3	33	59,4	
ASR ₈₄₀ 4	162	291,6	
ASR ₈₄₀ 5	259	>358	Obr. 187
ASR ₈₄₀ 6	85	153	Obr. 188
ASR ₈₄₀ 7	206	>358	
ASR ₈₄₀ 8	158	284,4	
ASR ₈₄₀ 9	202	>358	
ASR ₈₄₀ 10	255	>358	
ASR ₈₄₀ 11	161	289,8	
ASR ₈₄₀ 12	262	>358	
ASR ₈₄₀ 13	215	>358	
ASR ₈₄₀ 14	180	324	
ASR ₈₄₀ 15	169	304,2	



Obr. 187 Záběhová stopa ASR₈₄₀ 5, 259 hod. chodu



Obr. 188 Pitting záběhové stopy ASR₈₄₀ 6 po 85 hod. chodu

Na obrázcích Obr. 187 a Obr. 188 jsou vidět příklady záběhových stop na vzorcích. Původně bylo zkoušeno celkem 20 vzorků, ale byly nevhodně zvolené podmínky pro zkoušku, čili použitelných vzorků pro vyhodnocení bylo 15. Z toho 7 vzorků bylo zkoušeno bez porušení více než 200 hodin, 8 zbylých vzorků dle Tab. 24.

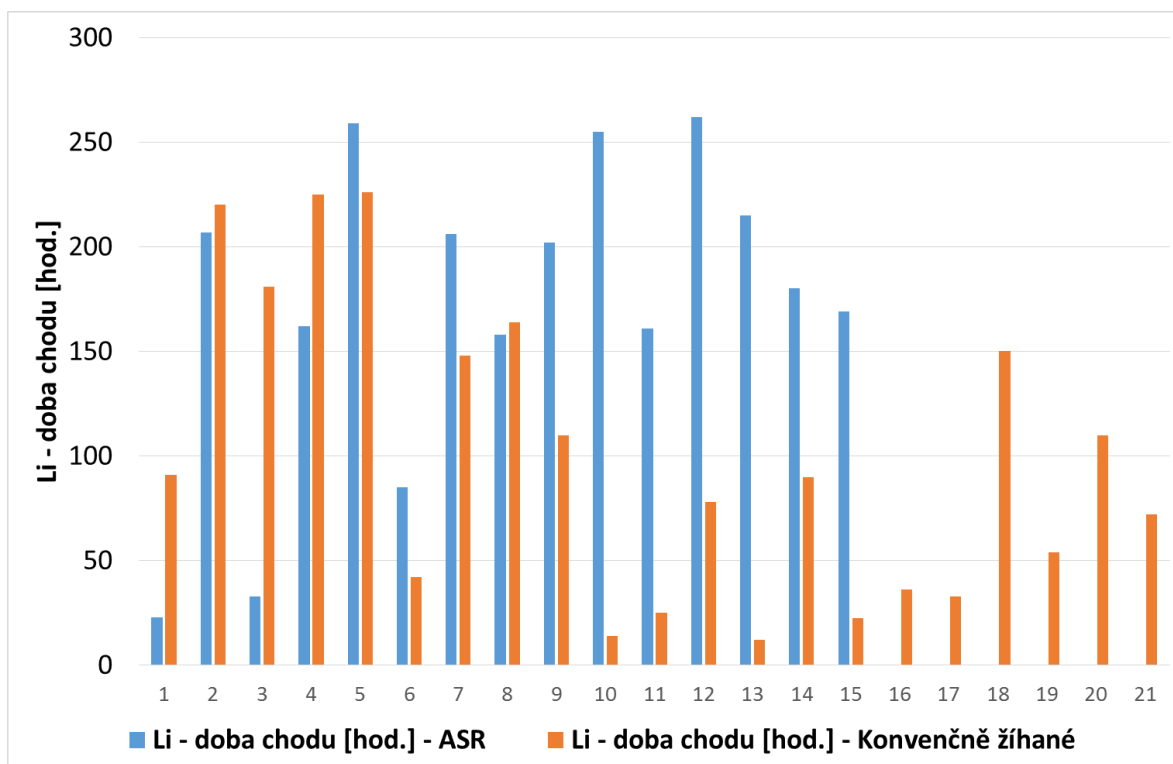
Vzorky s označením **ASR₈₄₀**, tedy po ASR procesu a následného kalení a popuštění, dosáhly dle matematicky- statistického odhadu výsledku podle Weibullova rozdělení **$L_{10} = 114,07$ mil. otáček**.

Po konvenčním žihání bylo zkoušeno celkem 21 zakalených a popuštěných vzorků, z toho pouze 3 vzorky byly zkoušeny bez porušení více než 200 hod., 18 zbylých vzorků je uvedeno v Tab. 25.

Tab. 25 Životnost ložiskových kroužků po konvenčním žihání s teplotou kalení 840°C

Číslo vzorku	L_i [hod]	L_i [10^6 otáček]
K ₈₄₀ 1	90,9	163
K ₈₄₀ 2	220	>358
K ₈₄₀ 3	181	324
K ₈₄₀ 4	225	>358
K ₈₄₀ 5	226	>358
K ₈₄₀ 6	42	75
K ₈₄₀ 7	148	265
K ₈₄₀ 8	164	293
K ₈₄₀ 9	110	198
K ₈₄₀ 10	14	25
K ₈₄₀ 11	25	44,7
K ₈₄₀ 12	78	139
K ₈₄₀ 13	12	21,5
K ₈₄₀ 14	90	161
K ₈₄₀ 15	22,5	40
K ₈₄₀ 16	36	64
K ₈₄₀ 17	33	59
K ₈₄₀ 18	150	268
K ₈₄₀ 19	54	96,6
K ₈₄₀ 20	110	198
K ₈₄₀ 21	72	130

Vzorky s označením **K₈₄₀**, tedy po konvenčním žihání a následném kalení a popuštění, dosáhly dle matematicky-statistického odhadu výsledku podle Weibullova rozdělení **$L_{10} = 34,27$ mil. otáček**.



Obr. 189 Životnost kalených a popuštěných ložiskových kroužků po ASR procesu a po konvenčním žíhání

Z výsledků životnosti na reálných ložiskových kroužkách dle statistického hodnocení je zřejmé, že u kroužků zpracovaných zrychleným procesem žíhání ASR se předpokládá 4x vyšší životnost než v případě kroužků zpracovaných konvenčně v peci (Obr. 189).

5.2.5 Shrnutí tepelného zpracování

Experimentální program, který se zabýval především tepelným zpracováním oceli 100Cr6MnSi6-4 prokázal následující významné skutečnosti: Feriticko-perlitickou strukturu ložiskové oceli lze vyžítat na finální strukturu se sferoidizovanými karbidy a odpevněnou feritickou maticí správně voleným tepelným režimem (ASR) o délce desítek sekund, resp. jednotek minut. K rychlé sferoidizaci přispívá takový tepelný režim, jehož součástí je ohřev feriticko perlitické struktury nad transformační teplotu A_{c1} a na této teplotě je realizována několikasekundová prodleva a následné ochlazení materiálu probíhalo na vzduchu. Bylo zjištěno, že je přínosné proces ohřevu s prodlevou na teplotě a následným ochlazením opakovat vícekrát. Vzniklé sferoidizované karbidy jsou významně jemnější než po konvenčním žíhání. Snaha o dosažení hrubších karbidů po procesu zrychlené sferoidizace karbidů optimalizováním tepelných režimů nebyla úspěšná. Skutečnost, že jsou karbidy několikanásobně menší, mírně zhoršuje obrobiteľnosť na měkko vyžítaného materiálu, na druhé straně však přispívá k vyšší kvalitě ložiskového materiálu po kalení a popuštění. Kalený a popuštěný materiál po předchozí zrychlené sferoidizaci (ASR) vykazoval řadu předností ve srovnání s materiálem konvenčně žítaným. Z hlediska využití pro ložiskové díly se jedná především o lepší životnost materiálu, s tímto parametrem vzhledem k mechanismu opotřebení ložisek úzce souvisí lepší otěruvzdornost. Finální tvrdost a pevnost je přitom po obou způsobech zpracování přibližně stejná.

6 Diskuse výsledků

Experimentální program byl rozdělen do dvou hlavních etap, a to, termomechanického a tepelného zpracování. Jako materiál byla použita středně uhlíková konstrukční ocel C45 a ložisková ocel 100CrMnSi6-4, které byla věnována v této práci větší pozornost. Hlavním cílem bylo dosáhnout struktury složené ze sferoidizovaných karbidů ve feritické matici během několikanásobně kratší doby než při konvenčním zpracování. Proces zrychlené sferoidizace karbidů byl nazván ASR (Accelerated Spheroidisation and Refinement). Sledován byl vliv optimalizovaných parametrů zpracování na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti oceli. Termomechanické zpracování bylo provedeno buď na hydraulickém kovací lisu, nebo na laboratorní válcovací stolici. Sledován byl především vliv vložené intenzity a teploty deformace na mikrostrukturní změny a mechanické vlastnosti. Tepelné zpracování bylo realizováno v termomechanickém simulátoru, indukčním ohřevem v kalicím dilatometru nebo ve středofrekvenčním měniči kmitočtu. Sledovanými parametry byla především teplota a rychlost ohřevu, délka teplotní prodlevy, počet teplotních cyklů.

Deformace vložená na hydraulickém kovací lisu pod teplotou A_1 (při teplotě 710°C) významně podpořila sferoidizaci karbidů a zjemnění feritické matrice v oceli C45. Se zvyšující se intenzitou deformace, vložené v jednom směru, se zvyšoval podíl sferoidizovaných karbidů a zvyšovala se homogenizace rozložení karbidů. Současně došlo ke zjemnění feritického zrna ve feritických oblastech na 4 až $20\ \mu\text{m}$, v místech s vysokou hustotou karbidů na 1 až $3\ \mu\text{m}$. V oblastech původních perlitických kolonií sferoidizované karbidy účinně bránily růstu zrna po dynamické rekrytalizaci, v oblastech původních feritických zrn bylo zrno hrubší, zde proběhl bez zábran jeho postdynamický růst. Se zvyšující se intenzitou deformace se zvyšovala mez kluzu v tahu, snižovala mez pevnosti v tahu a zvyšovala tažnost. Zvýšení meze kluzu bylo způsobeno celkovým zjemněním feritického zrna a snížení meze pevnosti bylo dáno celkovou rekrytalizací materiálu. Pokud byla po deformaci vložena hodinová výdrž na teplotě 710°C , došlo k celkovému odpevnění struktury a zhrubnutí feritického zrna. V oblastech s vysokou hustotou karbidů však byly hranice feritických zrn fixovány karbidy a nedošlo k nežádoucímu zhrubnutí. Struktura byla však velmi nehomogenní, ke sferoidizaci došlo pouze ve středu vzorku kvůli nehomogennímu rozložení deformace. Pokud byla deformace vložená ve dvou na sebe kolmých směrech s vyšší celkovou intenzitou, bylo dosaženo větší oblasti se sferoidizovanými karbidy. Přesto byla struktura nehomogenní.

Deformace vložená na laboratorní válcovací stolici pod teplotou A_1 neměla tak velkou intenzitu, došlo pouze k částečné sferoidizaci karbidů a zjemnění zrna, ale homogennost struktury byla téměř v celém objemu zpracovávaného materiálu. Perlitické lamely oceli C45, které nepodstoupily deformaci, měly původní lamelární morfologii. Další experimenty oceli C45 na válcovací stolici simulovaly reálný proces konvenčního tváření za tepla. Austenitizace proběhla při 850°C , poté byla na této teplotě vložena deformace, chladnutí na vzduchu a další deformace v interkritické oblasti. Deformace v interkritické oblasti byla vkládána ve třech stádiích perlitické transformace, a to:

- na začátku rozpadu austenitu (I)
- v průběhu perlitické transformace (II)
- ke konci perlitické přeměny (III).

Po ukončení deformace bylo předpokládáno množství austenitu ve struktuře pro režim s deformací v oblasti na začátku přeměny (I) cca 50%, v průběhu transformace (II) cca 25% a v oblasti ke konci přeměny (III) max. 10%. Těmto podílům odpovídalo množství lamelárního perlitu ve vzorcích chlazených na vzduchu, čili klesalo s pokročilejším stádiem transformace. Lamelární perlit nevykazoval žádný stupeň sferoidizace či fragmentace lamel. Lze tedy

usuzovat, že tento lamelární perlit vznikl až po finální deformaci. Perlit přítomný ve struktuře při poslední deformaci vykazoval fragmentaci lamel na protáhlé útvary, méně často na globule. K úplné sferoidizaci došlo jen u malé části původních lamel perlitu. Vložení větší intenzity deformace do perlitu došlo ke vzniku globulí a tyčinkovitých částic ve větší míře než při menší deformaci. Podíl lamelárního perlitu opět klesal s pokročilejším stádiem transformace. Pozorován byl také vliv na feritické zrnno. V případě vložení menší deformace v oblasti na začátku transformace (I) došlo k rekrystalizaci přibližně 90% zrn s velikostí do 8 μm . V případě vložení deformace v průběhu a ke konci přeměny (II, III), došlo k rekrystalizaci pouze v malém podílu feritických zrn, kdy velikost byla přibližně 20 μm . Vyšší deformace způsobila rekrystalizaci přibližně 50 % feritických zrn i po deformaci ke konci transformace (III). Velikost zrn se pohybovala do 4 μm , pouze ojediněle se objevovaly zrna o velikosti 10 μm .

Experimenty termomechanického zpracování ložiskové oceli 100CrMnSi6-4 byly provedeny pouze na laboratorní válcovací stolici. Deformace pod teplotou A_{c1} (710°C), obdobně jako u oceli C45, způsobila částečnou fragmentaci a sferoidizaci karbidů. Vyšší deformace podpořila sferoidizaci karbidů, ale ve struktuře se také objevovaly oblasti s lamelárním cementitem, které pravděpodobně nepodstoupily deformaci. Další experimenty na ložiskové oceli 100CrMnSi6-4 byly provedeny jako simulace reálného tváření za tepla a následné válcování v oblasti perlitické přeměny bylo provedeno za účelem zrychlené sferoidizace karbidů. Austenitizace proběhla při 1000°C, dále chladnutí na vzduchu na 800°C, válcování při této teplotě a finální válcování s deformací vloženou v průběhu perlitické transformace v různých stádiích:

- na začátku rozpadu austenitu (I)
- v průběhu perlitické transformace (II)
- ke konci perlitické transformace (III)
- po skončení perlitické transformace (IV).

Pokud byla deformace vložena do podchlazeného austenitu (I), struktura obsahovala lamelární perlit s globulárními částicemi sekundárního cementitu. Tato deformace způsobila jemnější původní austenitické zrnno. Deformace podchlazeného austenitu tedy podpořila vznik většího počtu zárodků, čili vznikly drobné kolonie lamelárního perlitu. Pokud byla deformace vložena do průběhu nebo ke konci transformace (II, III), byly již pozorovány fragmentované a sferoidizované částice cementitu. Pokud byl deformovaný austenit, měl vzniklý cementit lamelární morfologii. Pokud byla deformována lamelární kolonie perlitu, vzniklý cementit byl fragmentován či sferoidizován. Austenit se nejprve rozpadal na hranicích zrn, tedy v oblasti, kde se objevovaly sekundární karbidy. V těchto místech tedy vznikl perlit a následně došlo vlivem deformace k fragmentaci či sferoidizaci. Tyto částice byly pozorovány v mikrostrukturách právě v oblastech s výskytem sekundárních karbidů (Obr. 62). Deformace vložená ke konci perlitické přeměny způsobila vyšší podíl fragmentovaných a sferoidizovaných částic. Pozorované byly skluzové pásy téměř ve všech perlitických koloniích způsobené deformací. Zvýšení intenzity deformace v této oblasti ještě více podpořilo fragmentaci a sferoidizaci, nicméně k dokonalé sferoidizaci cementitických lamel v celém objemu nedošlo.

Z výše uvedených poznatků z experimentálního programu termomechanického zpracování lze zobecnit, že při deformaci austenitu těsně pod teplotou A_1 se vytvořil lamelární perlit a při deformaci perlitu se lamely fragmentovaly. Čím vyšší byla vložena intenzita deformace, tím se lamely více fragmentovaly. Pozorované byly v zásadě tři typy perlitických kolonií. Kolonie, které neprodělaly plastickou deformaci, lamely byly rovné, bez porušení. V takových perlitických koloniích se nevyskytovaly známky fragmentace. Druhým typem byly perlitické kolonie, kde se plastická deformace realizovala ve skluzových pásech v úhlu přibližně 45° vůči směru válcování. Lamely takových kolonií byly porušeny v místě skluzového pásu, kde byly pozorovány jednotlivé částice, které měly globulární morfologii. V tomto místě byla intenzita deformace tak velká, že se lamela mechanicky rozpadla. V oblastech mezi skluzovými pásy

byla zachována lamelární morfologie perlitu (Obr. 53). Třetím typem byly perlitické kolonie, které byly deformovány v celém svém objemu, což se projevilo ohnutím jejich lamel. V takových perlitických koloniích byla pozorována fragmentace cementitických lamel po celém zakřivení lamely (Obr. 65). Větší počet mřížkových poruch umožnil rychlejší difúzi většího množství uhlíku na danou vzdálenost. Dislokace fungovaly jako difúzní kanály, kde postupovala rychleji difúze uhlíku. Vlivem dynamické rekystalizace lze předpokládat vznik subzrn ve feritu při deformaci. V místě kontaktu hranice subzrn s lamelou cementitu (trojný bod - Obr. 3) docházelo k přednostnímu rozpouštění cementitu a k tvorbě ostrého vrubu v cementitické lamele. Tento jev ostrých zaškrvení lamel či tyčinkovitých částic způsoben plastickou deformací byl čteně pozorován po hloubkovém leptání struktur a separaci cementitických částic (Obr. 77). Pravděpodobně se toto shoduje s principem mechanismu teorie tepelného reliéfu popsaného v teorii této práce. Dalším mechanismem, který byl pozorován, byla teorie nestability dle autorů Mullins a Nichols. Na mikrostrukturách vzorků, zejména u oceli C45, bylo pozorováno, že hrany lamel vykazují ztlustění ve formě globulí nebo valů (Obr. 50). Toto popisují autoři Mullins a Nichols, kdy hrany desek jsou zakřivené, mají tedy vyšší chemický potenciál než jejich ploché stěny a tento rozdíl potenciálů je termodynamickou hnací silou difúze. Vlivem difúze ze zaoblené hrany na vnější plochu desky se podél vnější hrany vytvoří zesílený val, který lze pak považovat za zakřivenou formu válce a ten je náchylný na poruchy vyvolané kapilárním působením.

Nicméně, vlivem plastické deformace vložené válcováním nebylo dosaženo dokonalé sferoidizace karbidů ve všech perlitických koloniích. Jedna možnost, jak toho docílit, byla zvýšit intenzitu deformace. Zvýšení intenzity deformace by bylo účinné, jak dokázaly experimenty na kovacím lisu u oceli C45, ale z technologického hlediska obtížně proveditelné z důvodu velkých odporů při válcování. Z tohoto důvodu byly navrženy režimy, které využívaly austenitizace feritu, částečného rozpuštění cementitu při krátké teplotní výdrži a následného jevu rozdělené eutektoidní transformace podpořené vložením deformace. Režimy se skládaly z válcování za tepla při teplotě 1000°C a 800°C, chladnutí na vzduchu až do teploty ukončené perlitické transformace, následného ohřevu v peci, deformace a chladnutí na vzduchu na teplotu okolí. Finální deformace vložená v průběhu chladnutí na vzduchu po přihřevu v peci byla aplikována buď:

- těsně po přihřevu při teplotě přibližně 810°C (a),
- při teplotě 760°C (b),
- na počátku perlitické transformace při teplotě přibližně 690°C (c).

Jako vhodná teplota přihřevu, která byla na povrchu vzorku, byla 830°C. Struktura vzorku, který byl bezprostředně po přihřevu vložen do vody, obsahovala zbytky částečně rozpuštěných cementitických částic v martenzitické matici. Pomocí hloubkového leptání byly pozorovány cementitické částice, které byly fragmentovány během austenitizace do protáhlých částic s tloušťkou okolo 200 nm. Vlivem přihřevu a krátké teplotní prodlevy došlo tedy k austenitizaci feritu a částečnému rozpuštění původních cementitických lamel. Po tomto přihřevu byla vložena deformace, v různém stádiu ochlazování. Deformace jednak mechanicky oddělila od sebe jednotlivé části lamel, které byly před deformací již termodynamicky „zaškrčovány“. Dále díky vloženým poruchám do austenitické matrice byla podpořena difúze a s ní spojený sferoidizační proces. Mikrostruktury po těchto termomechanických režimech, které kombinovaly deformační proces s tepelným procesem, se skládaly z globulárních karbidů s malým podílem protáhlých cementitických částic ve feritické matici. Vložení deformace po přihřevu tedy způsobilo dokončení sferoidizačního procesu, který byl nastartován při částečném rozpuštění cementitických lamel během přihřevu. Všechny vzorky s přihřevem a následně vloženou deformací vykazovaly nižší hodnoty meze kluzu a pevnosti, tvrdosti, vyšší

tažnost a vrubovou houževnatost v porovnání s režimy bez přihřevu a s deformací vloženou v oblasti perlitické přeměny.

Tento mechanismus částečného rozpouštění cementitu během krátké teplotní prodlevy kolem 800°C a následné rozdělené eutektoidní transformace je možné aplikovat u ocelí, které obsahují legury, které zpomalují rozpouštění cementitu. V případě ložiskové oceli 100CrMnSi6-4 to byl především chrom. U oceli C45 tento mechanismus fungoval velice omezeně, protože se cementitické lamely rozpustí příliš rychle a dojde k následnému vzniku lamelárního perlitu a nikoli k rozdělené eutektoidní transformaci při ochlazení. Toto bylo experimentálně zkoumáno na termomechanickém simulátoru bez vložené deformace u oceli C45. Ke sferoidizaci karbidů došlo pouze v případě, kdy byl aplikován režim, kde byly provedeny opakované cykly ohřevu těsně nad teplotu A_{c1} a ochlazování pod teplotu A_{r1} . Toto tepelné zpracování oceli C45 by bylo v praxi obtížně proveditelné, protože by bylo nutné přesné dodržení parametrů procesu, především teploty ohřevu.

Následoval rozsáhlý experimentální program tepelného zpracování na ložiskové oceli 100CrMnSi6-4 s cílem dosáhnout sferoidizace karbidů během několikanásobně kratšího času v porovnání s procesy konvenčního zpracování. Režimy se v zásadě skládaly z rychlého ohřevu na teplotu nad A_{c1} , následné krátké několikavteřinové teplotní výdrže, ochlazení pod teplotu perlitické přeměny a event. opakování tohoto teplotního cyklu. Chladnutí po těchto cyklech probíhalo buď opět na vzduchu nebo pomaleji, nebo byly vložené různé teplotní prodlevy za účelem pomalejšího přechodu přes perlitickou transformaci. Optimalizována byla teplota ohřevu a teplotních prodlev, délka těchto prodlev, počet cyklů, rychlost ohřevu a ochlazování. Experimenty byly prováděny indukčně buď v kalicím dilatometru nebo ve středofrekvenčním měniči kmitočtu.

Jako nejvhodnější byla vyhodnocena teplota ohřevu 780°C při rychlosti ohřevu 50°C/s a doba prodlevy 15 sekund s následným chladnutím na vzduchu. Po teplotní prodlevě 15 sekund a ochlazení na vzduchu nedošlo k úplné sferoidizaci původních cementitických lamel, ale docházelo k rozpadu cementitu na globulární či tyčinkovité fragmenty. Pokud byl tento teplotní cyklus proveden dvakrát, došlo ke zvýšení podílu sferoidizovaných částic. Nejvyšší podíl sferoidizovaných částic byl pozorován po aplikaci třech teplotních cyklů na teplotě 780°C s 15 sekund dlouhými prodlevami a ochlazením na vzduchu. Další zvyšování počtu teplotních cyklů již nemělo výrazný pozorovatelný vliv na mikrostrukturu, ani hodnoty tvrdosti. Při aplikaci režimu se třemi teplotními cykly došlo k téměř dokonalé sferoidizaci cementitu. Zvýšení podílu globulárních karbidů potvrdily také hodnoty tvrdosti a obrazová analýza. Tvrdost klesala se zvyšujícím se počtem teplotních cyklů. Hodnota tvrdosti po jednom teplotním cyklu s 15 sekund dlouhou prodlevou činila 297 HV10, po dvou teplotních cyklech 282 HV10 a po třech teplotních cyklech 264 HV10. Mikrostruktury po dvou a třech teplotních cyklech ve 2D byly velice obdobné, ale hloubkové leptání, tedy pozorování částic ve 3D potvrdilo nejvyšší podíl globulárních částic po třech teplotních cyklech.

Výhoda opakovaných cyklů byla ověřována optimalizací délky prodlevy, která byla až 300 sekund. Ohřev probíhal v obou případech stejně, tedy rychlostí 50°C/s na teplotu 780°C, následovala buď teplotní prodleva 300 sekund a ochlazení na vzduchu, nebo tři teplotní cykly, které také trvaly celkem 300 sekund (i s mezi ochlazeními) a ochlazení na vzduchu. Po aplikaci jedné 300 sekundové prodlevy byly ve struktuře pozorovány nesferoidizované fragmenty lamel, které po aplikaci třech teplotních cyklů byly pozorovány velice zřídka. Z tohoto zjištění je zřejmé, že opakované částečné rozpouštění lamel na dané teplotě a následná rozdělená eutektoidní transformace je účinnější, než částečné rozpuštění lamel během jedné teplotní prodlevy na stejné teplotě a následná rozdělená eutektoidní transformace. Lze tedy říci, že při prvním ohřevu a teplotní prodlevě se austenitizuje ferit a částečně se rozpustí

cementitické lamely. V důsledku toho vzniknou cementitické částice ve tvaru globulí nebo tyčinek, nebo se v některých lamelách vytvoří otvory, ale zůstanou jako plošné útvary (desky). Při ochlazení se morfologie cementitu nezmění, pouze dojde k rozdělení eutektoidní transformaci. Na cementitických částicích naroste vrstva cementitu, která se při austenitizaci rozpustila v austenitu. Tyčinkovité částice cementitu a plošné cementitické útvary s otvory byly pozorovány po hloubkovém leptání a separaci částic cementitu u režimu s jedním teplotním cyklem (Obr. 152). V případě, že se cyklus opakoval, tedy docházelo opět k austenitizaci feritu a k dalšímu rozpouštění již částečně rozpuštěných cementitických částic z prvního cyklu, tyto částice se ještě více rozpustily a opět nastala rozdělená eutektoidní transformace při ochlazení. Po třetím teplotním cyklu již vznikla homogenní struktura s globulárními karbidy (Obr. 155, Obr. 156).

Tato teorie austenitizace perlitu a následná rozdělená eutektoidní transformace funguje především u ocelí, které obsahují legury, které zpomalují rozpouštění cementitu. V tomto případě to byl chrom Obr. 10. U ložiskové oceli 102Cr6, s obdobným obsahem chromu jako u použité oceli 100CrMnSi6-4 v této práci, byl obsah chromu v cementitu zjištěn na 11% a došlo tu ke sferoidizaci karbidů během austenitizace perlitu a následné rozdělené eutektoidní transformaci. Další teorie, která se sferoidizací cementitu souvisí, je pravděpodobně Rayleighova teorie nestability v kombinaci s teorií nestability autorů Mullins a Nichols. Rayleighova teorie předpokládá, že u válcového karbidu dojde v důsledku kapilárního působení s časem ke vzniku sinusoidální poruchy. Mullins a Nichols tuto teorii doplnili, vzali v úvahu tvar lamely jako desku. V mikrostrukturách byl pozorován velký podíl dlouhých tyčinkovitých částic, které se oddělují z cementitické lamely. Tyto tyčinkovité částice dále podstupují fragmentaci na jednotlivé globule (Obr. 155).

Po těchto třech teplotních cyklech byla v dalších experimentech vkládána buď další teplotní prodleva nebo pomalé ochlazování přes perlitickou transformaci, aby tato transformace trvala co nejdéle. Tato část experimentálního programu byla prováděna za účelem zhrubnutí karbidů kvůli lepší obrobitelnosti materiálu. Výše popsané prodlevy a pomalá ochlazování způsobily pouze lokální mírné zvětšení karbidů, podstatný vliv na morfologii karbidů a jejich rozložení nebyl vysledován. Z tohoto důvodu lze tedy říci, že významnější vliv na morfologii karbidů měl způsob provedení austenitizace než následná rozdělená eutektoidní transformace při ochlazování.

Zrychlená sferoidizace karbidů při aplikaci třech teplotních cyklů s 15 sekund dlouhými prodlevami na maximální teplotě závisela také na rychlosti ohřevu a s tím spojenou teplotou ohřevu. Je obecně známo, že se zvyšující se rychlostí ohřevu se zvyšují teploty A_{c1} a A_{c3} . Z tohoto důvodu byly experimentálně zkoumány rychlosti ohřevu 20, 60 a 180°C/s v rozmezí teplot maximální teploty cyklů (prodlev) od 720 do 840°C. Hlavním cílem bylo nalézt technologickou oblast proveditelnosti procesu zrychlené sferoidizace karbidů (ASR). Nejpříznivější sferoidizace karbidů bylo dosaženo při rychlosti ohřevu 20°C/s s teplotou ohřevu a teplotních prodlev 780°C a 800°C, teplota ohřevu 820°C způsobila přítomnost pouze ojedinělého množství rozptýlených krátkých lamel. Při rychlosti ohřevu 60 a 180°C/s bylo dosaženo vysoké míry sferoidizace karbidů při použití teplot ohřevu a prodlev 800 a 820°C. Nejlepších výsledků bylo dosaženo při nejnižší rychlosti ohřevu 20°C/s při teplotách ohřevu 800 a 820°C. Tvrdost dosahovala hodnoty 255 HV10. Změna morfologie karbidů při procesu ASR spočívá pravděpodobně ve fragmentaci původních cementitických lamel na tyčinkovité či červovité útvary, které se dále dělí na globulární částice. Přítomnost tyčinkovitých karbidů ve výsledné struktuře je pravděpodobně řízena rychlostí postupu rozhraní austenit perlit (Obr. 158). V případě pomalejšího postupu tohoto rozhraní dochází bezprostředně za rozhraním (řádově mikrometry) k rozpadu cementitických lamel na globule. Při vysoké rychlosti postupu

rozhraní zůstávají v austenitu větší oblasti s tyčinkovitými či červovitými karbidy. U nejvyšší rychlosti ohřevu byly pozorovány rozsáhlé oblasti fragmentovaných lamel, u nižších rychlostí byly ve struktuře přítomny buď původní lamely nebo globule a pouze malé množství fragmentovaných tyčinkovitých či červovitých částic cementitu.

Velikost finálních globulárních karbidů po procesu ASR byla několikanásobně menší než velikost karbidů získaných konvenčním dlouhodobým žiháním na měkko. Materiál s jemnými karbidy po procesu ASR na jedné straně vykazoval mírně horší obrobiteľnosť, na straně druhé lepší finální vlastnosti materiálu. Struktura s jemnými karbidy a jemným původním austenitickým zrnem byla výhodným výchozím stavem pro následné kalení a popuštění materiálu. Výskyt jemnějších karbidů získaných procesem ASR způsobil, že se při austenitizaci rozpustilo více uhlíku do tuhého roztoku. Dilatometrické křivky ukázaly rozpad zbytkového austenitu a precipitaci cementitu (Obr. 178). Množství zbytkového austenitu v zakalené struktuře a celkové množství precipitovaného cementitu je závislé na koncentraci uhlíku v austenitu při kalení, která závisí na teplotě kalení a velikosti karbidických částic. Lze říci, že jemnější částice cementitu se rozpustí rychleji a austenit je více obohacen o uhlík. Z tohoto důvodu byly teploty martenzit start (M_s) a finiš (M_f) posunuty k nižším teplotám. Na snížení teploty M_s měla také vliv velikosti původního austenitického zrna, která byla významně menší než po konvenčním žihání na měkko. Teploty M_s po ASR procesu byly v obou případech teplot kalení 800 i 840°C nižší v porovnání s materiálem po konvenčním žihání. Nejvyšší nárůst délky během popuštění vykazoval vzorek po zrychlené sferoidizaci kalený z 840°C, který měl zároveň nejmenší pokles tvrdosti při popuštění. Z uvedených výsledků lze usuzovat, že vzorek po zrychlené sferoidizaci kalený z 840°C měl vyšší obsah zbytkového austenitu po kalení způsobenou rozpuštěním většího množství uhlíku při austenitizaci v porovnání s konvenčně vyžiháným vzorkem s hrubými karbidy. Důsledkem tedy je, že u jemné struktury získané zrychlenou sferoidizací stačí pro dostatečné rozpuštění karbidů a získání požadované tvrdosti finálního ložiska nižší austenitizační teplota. Použití nižší austenitizační teploty je z technologického hlediska výhodné díky snížení energetické náročnosti při kalení a potenciálnímu snížení vnitřních pnutí a deformací po tepelném zpracování.

Na finálně zakalených a popuštěných dílech po procesu ASR a po konvenčním žihání byla provedena zkouška opotřebení pomocí metody pin on disk a zkouška životnosti. Jemnější karbidy, původní austenitické zrno i martenzit po procesu ASR zajistil lepší finální vlastnosti. Životnost ložiskových dílů po ASR procesu byla zhruba čtyřikrát vyšší než po konvenčním žihání. Mikrostruktury a další analýzy zakalených a popuštěných dílů po zkoušce životnosti jsou dalším předmětem zkoumání.

7 Závěr

V disertační práci byl s podporou experimentálního termomechanického a tepelného zpracování vyvíjen proces zrychlené sferoidizace karbidů v oceli. Tento proces byl ve firmě COMTES FHT a.s. patentován a nazván ASR (Accelerated Spheroidisation and Refinement). Pozornost byla věnována především ložiskové oceli 100CrMnSi6-4 a konstrukční středně uhlíkové oceli C45. Hlavním cílem bylo sledovat vliv optimalizovaných parametrů zpracování na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti ocelí. Zrychlené sferoidizace karbidů bylo dosaženo řádově v jednotkách minut.

Termomechanické zpracování bylo realizováno na hydraulickém kovací lisu nebo laboratorní válcovací stolici. Podíl sferoidizovaných karbidů u oceli C45 a 100CrMnSi6-4 byl při termomechanickém zpracování zvyšován správným řízením tepelného režimu a vložením deformace v kritické fázi tohoto ohřevu. S rostoucí intenzitou deformace a vložením deformace do pokročilejšího stádia perlitické transformace se zvyšoval i podíl sferoidizace karbidů. V případě ložiskové oceli 100CrMnSi6-4 se podařilo sferoidizovat karbidy a homogenizovat strukturu v celém objemu vhodnou kombinací termomechanického a tepelného procesu.

Tepelné zpracování probíhalo v termomechanickém simulátoru, indukčním ohřevem v kalicím dilatometru nebo středofrekvenčním měniči kmitočtu. Experimentálním tepelným zpracováním bylo zjištěno, že nejúčinnější pro zrychlenou sferoidizaci karbidů ložiskové oceli bylo opakované rychlé teplotní cyklování, kdy ohřev probíhal nad transformační teplotu A_{c1} , následovala krátká teplotní prodleva a ochlazení pod teplotu perlitické transformace.

U obou ocelí, C45 a 100CrMnSi6-4, byly výsledné karbidy po termomechanickém i tepelném zpracování výrazně menší a hustěji distribuovány ve feritické matici v porovnání s konvenčním zpracováním za účelem sferoidizace karbidů.

Výsledné výrazně jemnější karbidy a menší velikost původního austenitického zrna po procesu zrychlené sferoidizace (ASR) sloužilo jako výhodný výchozí stav pro následné kalení a popouštění. Jemnější karbidy a menší velikost původního austenitického zrna po procesu ASR zajistilo po následném kalení a popouštění menší velikost martenzitu a lepší finální vlastnosti součástí. Teplota kalení, v případě zpracovaného materiálu ASR procesem, může být nižší z důvodu rychlejšího rozpouštění menších částic oproti konvenčně sferoidizovanému materiálu. Nižší teplota kalení je z technologického hlediska výhodná díky snížení energetické náročnosti při kalení a potenciálnímu snížení vnitřních pnutí a deformací po tepelném zpracování. Materiál zpracovaný ASR procesem po kalení a popouštění vykazoval menší opotřebení, které bylo zkoušeno na pin on disku a zhruba čtyřikrát vyšší životnost ložiskových kroužků zkoušených na stroji AXMAT, kdy výsledky byly vyhodnocené statisticky. Mikrostruktury a další materiálové analýzy po zkoušce životnosti jsou předmětem dalšího výzkumu.

8 Literatura

- [1] Ptáček, L. a kol., *Nauka o materiálu II*, 2002, ISBN 80-7204-248-3.
- [2] Ryš, P., Cenek, M., Mazanec, K., Hrbek, A., *Nauka o materiálu I, Nauka o kovech 4.svazek, Železo a jeho slitiny*, 1975.
- [3] Ata, K. G., Meisam, S. A., Spheroidising Kinetics and Optimization of Heat Treatment Parameters in CK60 Steel Using Taguchi Robust Design, *Journal of Iron and Steel Reasearch*, 2010, Vol. 17, No. 4, pp. 45-52, ISSN 1006-706X.
- [4] Jech, J., *Tepelné zpracování oceli, Metalografická příručka*, 1983.
- [5] Lund, T., Larson, S., Olund, P., Method of Soft Annealing High Carbon Steel, US 6,190,472 B1, February 20, 2001.
- [6] Krauss, G., *Steels Processing, Structure, and Performance*, Materials Park, OH: ASM International, 2005, pp. 256-259.
- [7] Tian, Y. L. and Kraft, R. W., Mechanisms of Pearlite Spheroidization, *Metallurgical Transactions*, 1987, vol. 18A, pp. 1403-1414.
- [8] Schaneman R. Allen, *The Effects of Prior Microstructure on Spheroidizing Kinetics and Cold Workability in Bar Steels*, 2009, Thesis, Colorado School of Mines.
- [9] Sharma, G., Ramanujan, R. V., and Tiwari, G. P., Instability Mechanisms in Lamellar Microstructures, *Acta Materialia*, 2000, Vol. 48, pp. 875-889.
- [10] Moon, J., Jeong, H., Lee, J. and Lee, C., Particle Coarsening Kinetics Considering Critical Particle Size in the Presence of Multiple Particles in the Heat-affected Zone of a Weld, *Materials Science and Engineering*, 2008, ISSN 0921-5693.
- [11] Perez, M., Gibbs–Thomson effects in phase transformations, *Scripta Materialia*, 2005, Vol. 52, pp. 709–712.
- [12] Chattopadhyay, S. and Sellars, C. M., Kinetics of Pearlite Spheroidization During Static Annealing and During Hot Deformation, *Acta Metallurgica*, 1982, Vol. 30, pp. 157-170.
- [13] Atasoy, O. E. and Ozbilen, S., Pearlite Spheroidization, *Journal of Materials Science*, 1989, Vol. 24, pp. 281-287.
- [14] Shtansky, D.V., Nakai, K., Ohmori, Y., Pearlite to Austenite Transformation in an Fe-2.6Cr-1C Alloy, *Acta Metallurgica*, 1999, Vol. 47, No. 9, pp. 2619-2632.
- [15] Zhang, G.-H., Chae, J.-Y., Kim, K.-H., Suh, D.W., Effects of Mn, Si and Cr Addition on the Dissolution and Coarsening of Pearlitic Cementite during Intercritical Austenitization in Fe-1mass%C Alloy, *Materials characterization*, 2013, Vol 81, pp. 56-67.
- [16] Bhadeshia, H.K.D.H., *Steels for bearings*, *Progress in Materials Science*, 2012, Vol. 57, pp. 268-435.
- [17] Verhoeven, J.D., Gibson, E.D., The Divorced Eutectoid Transformation in Steel, *Metallurgical and materials transactions*, 1998, Vol. 29A, pp. 1181-1189.
- [18] Verhoeven, J.D., The Role of the Divorced Eutectoid Transformation in the Spheroidization of 52100 Steel, *Metallurgical and materials transactions*, 2000, Vol. 31A, pp. 2431-2438.
- [19] Shepelyakovskii, K.Z., Spektor, A.G., Kuznetsov, A.N., Gubenko, V.T., Zdanovskii, V.S., Rapid Spheroidizing Annealing of Roller Bearings with Induction Heating, translated from *Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Matallov*, No. 1, pp. 62-64, 1976.
- [20] Lifshitz, I.M., Slyozov V.V., The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 1961, Vol. 19, pp. 35-50.
- [21] Wagner, C., Theorie der Alterung von Niederschlägen durch Umlösen (Ostwald Reifung), *Physikalische Chemie*, 1961, Vol. 65, pp. 581.
- [22] Baldan, A., Review Progress in Ostwald Ripening Theories and their Applications to Nickel-base Superalloys, *Journal of Materials Scienca*, vol. 37, 2002, pp. 2171.

- [23] Feldmann, G., Fabrim, Z. E., Hennig, G. L., Ostwald Ripening of Precipitates and Self Similarity of Size Distributions in Reaction Controlled Growth, *Material Science*, 2008.
- [24] Ratke, L. and Voorhees, P.W., Growth and Coarsening: Ostwald Ripening, Material Processing, New York, NY: Springer, 2002.
- [25] Cree, A. M., Faulkner, R. G. and Lyne, A. T., Cementite Particle Coarsening during Spheroidization of Bearing Steel SAE 52100, *Materials Science and Technology*, 1995, Vol. 11, pp. 566-571.
- [26] Tian, Y. L. and Kraft, R. W., Kinetics of Pearlite Spheroidization, *Metallurgical Transactions A*, 1987, Vol. 18A, pp. 1359-1369.
- [27] Robbins, J., Shepard, O., Sherby, O., Accelerated Spheroidization of Eutectoid Steels by Concurrent Deformation, *Journal Iron and Steel Institute*, 1964, pp. 804-807.
- [28] Watanabe, T., Karashima, S., On the Strain-enhanced Diffusion of α -iron, *Physica Status Solidi*, 1970, pp. 749-756.
- [29] Chalmers, B., *Physical metallurgy*, New York: Wiley; 1959.
- [30] Novikov, I., Theory of heat treatment of metals, Moscow: *Metallurgia*, 1986, p. 479.
- [31] Storojeva, L., Ponge, D., Kaspar, R., Raabe, D., Development of Microstructure and Texture of Medium Carbon Steel During Heavy Warm Deformation, *Acta Materialia*, 2004, Vol. 52, pp. 2209-2220.
- [32] Chattopadhyay, S. and Sellars, C. M., Quantitative Measurements of Pearlite Spheroidization, *Metallography*, 1977, Vol. 10, pp. 89-105.
- [33] Karadeniz, E., Influence of Different Initial Microstructure on the Progress of Spheroidization in Cold Forging, *Materials and Design*, vol. 29, 2008, pp 251-256.
- [34] Longfei Li, Wangyue Yang, Zuqing Sun, Microstructure Evolution of a Pearlitic Steel during Hot Deformation of Undercooled Austenite and Subsequent Annealing, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2008, Vol. 39A, pp. 624-635.
- [35] Zhang, S. L., Sun, X. J., Dong, H., Effect of Deformation on the Evolution of Spheroidization for the Ultra High Carbon Steel, *Materials Science and Engineering*, 2006, Vol. A 432, pp. 324-332.
- [36] Jirková, H., Kučerová, L., Malina, J., Hauserová, D., Aišman, D., Mašek, B., Influence of Low Temperature Thermomechanical Treatment on Carbide Morphology of RSt37-2 Steel, In: *Proceedings of the 21st DAAAM International Symposium Intelligent Manufacturing & Automation: Interdisciplinary Solutions*, Croatia, 2010, pp 25-26, ISBN/ISSN 978-3-901509-73-5.
- [37] Mašek, B., Jirková, H., Kučerová, L., Rapid Spheroidization and Grain Refinement Caused by Thermomechanical Treatment for Plain Structural Steel, *Materials Science Forum*, 2012, Vol. 706-709, pp. 2770-2775, ISSN 1662-9752.
- [38] Paqueton, H., Pineau, A., Acceleration of Pearlite Spheroidization by Thermomechanical Treatment, *Journal Iron Steel Institute*, 1971, p. 991.
- [39] Handa, K., Kimura, Y., Yasumoto, Y., Kamioka, T., Mishima, Y., Effect of Deformation and Annealing Temperatures on Ultrafine Microstructure Development and Yield Strength of Pearlitic Steel Through Continuous Recrystallization, *Materials Science and Engineering*, 2010, Vol. A 527, pp. 1926-1932.
- [40] Handa, K., Kimura, Y., Mishima, Y., Ferrite and Spheroidized Cementite Ultrafine Microstructure Formation in an Fe-0.67 Pct C Steel for Railway Wheels under Simulated Service Conditions, *Metallurgical and materials transactions*, 2009, Vol. A 40, pp. 2901-2908.
- [41] Teorie tváření I [online]. [vid. 2014-08-20] dostupné z: <http://www.345.vsb.cz/jiripetruzelka/Texty/TTI10.pdf>.

- [42] Song, R., Ponge, S., Raabe, D., Kaspar, R., Microstructure and Crystallographic Texture of an Ultrafine Grained C-Mn Steel and their Evolution during Warm Deformation and Annealing, *Acta Materialia*, 2005, Vol. 53, pp. 845-858.
- [43] Korznikov, A. V., Ivanisenko, Yu. V., Laptionok, D.V., Safarov, I. M., Pilyugin, V. P., Valiev, R. Z., Influence of Severe Plastic Deformation on Structure and Phase Composition of Carbon Steel, *Nanostructured Materials*, 1994, Vol. 4, pp. 159-167.
- [44] Babich, V., Nesterenko, A., Storozheva, L., *Metal Science and Heat Treatment (USSR)*, 1989, p. 692.
- [45] Shin, D. H., Park, K. T., Kim, Y. S., Formation of Fine Cementite Precipitates in an Ultra-Fine Grained Low Carbon Steel, *Scripta Materialia*, 2003, Vol. 48, pp. 469-473.
- [46] Kalení a popouštění [online]. [vid. 2014-08-20] dostupné z: <http://www.elitalycea.wz.cz/files/tep/tep07.pdf>
- [47] Kraus, V., *Tepelné zpracování a slinování*, Plzeň, Západočeská univerzita, fakulta strojní, 1999, ISBN 80-7082-582-0.
- [48] Yang, H.-S., Bhadeshia, H. K. D. H., Austenite Grain Size and the Martensite-start Temperature, *Scripta Materialia* 2009, Vol. 60, pp. 493-495.
- [49] DeHoff, R.T., Rhines, F.N., Quantitative Microscopy, McGraw Hill, New York, 1968.
- [50] Garcia-Junceda, A., Capdevila, C., Caballero, F.G., Garcia de Andres, C., *Scripta Materialia* 2008, Vol. 58, pp. 134-137.
- [51] Umemoto, M., Owen, W.S., *Metall. Trans.*, Vol. 5, 1975, p. 2041.
- [52] Honeycombe, R.W.K., Bhadeshia, H.K.D.H., Steels. Microstructure and Properties, 2nd ed. London, Edward Arnold, 1995.
- [53] Sinha, A.K., Physical metalurgy handbook, The McGraw Hill Companies Inc., 2003.
- [54] Bala, P., Pacyna, J., The Kinetics of Phase Transformations during Tempering in High-speed Steels, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 2007, Vol. 23, pp. 15-18.
- [55] Perez, M., Sidoroff, Ch., Vincent, A., Esnouf, C., Microstructural Evolution of Martensitic 100Cr6 Bearing Steel during Tempering: From Thermoelectric Power Measurements to the Prediction of Dimensional Changes, *Acta Materialia*, 2009, Vol. 57, pp. 3170-3181.
- [56] COMTES FHT a.s., Dobřany, Způsob zpracování ocelového polotovaru nad teplotou A_{c1} , Původce vynálezu: Stejskal, O., Patentový spis CZ 301718, 2010-04-22.
- [57] COMTES FHT a.s., Dobřany, Způsob žhání ocelového polotovaru, Původce vynálezu: Hauserová, D., Nový, Z., Dlouhý, J., Patentový spis CZ 302676, 2011-07-20.
- [58] COMTES FHT a.s. (CZ). Verarbeitungsweise eines stahlhalbzeuges über die A_{c1} -temperatur. Stejskal Ondřej. Int. Cl. C21D 8/00, 7/13. Patentschrift, AT 508101 B1. 2011-12-15.
- [59] COMTES FHT a.s., Dobřany, Způsob tepelného zpracování ložiskové oceli, Původce vynálezu: Hauserová, D., Nový, Z., Dlouhý, J., Diekmann, U., Přihláška vynálezu E204197.
- [60] Hauserova, D., Dlouhy, J., Novy, Z., Zrník, J., New Process for Accelerated Carbide Spheroidisation of RSt 37-2 Steel, *International Heat Treatment and Surface Engineering*, 2011, Vol. 6 (1), pp. 43-46, ISSN 17495148.
- [61] Dlouhy, J., Hauserova, D., Novy, Z., Accelerated Carbide Spheroidisation (ASR) in Low-Alloyed Steels, /In/ Metal 2012. Ostrava: Tanger Ltd., 2012, pp. 539-544, ISBN 978-80-87294-31-4.
- [62] Dlouhý, J., Hauserová, D., Nový, Z., Zrník, J., Accelerated Carbide Spheroidisation and Grain Refinement (ASR) in RSt37-2 Steel. /In/ Metal 2011. Ostrava: Tanger Ltd., 2011, pp. 480, ISBN 978-80-87294-24-6.

- [63] Hauserová, D., Dlouhý, J., Nový, Z., Zrník J., Duchek M., Forming of C45 Steel at Critical Temperature. /In/ *Procedia Engineering*, Volume 10, 2011, Pages 2955 – 2960, ISSN 1877-7058.
- [64] Hauserova, D., Dlouhy, J., Novy, Z., Accelerated Carbide Spheroidisation and Refinement (ASR) of C45 Steel during Controlled Rolling, *MATERIALI IN TEHNOLOGIJE/MATERIALS AND TECHNOLOGY*, 2014, Vol.48, No. 5, ISSN 1580-2949, in print.
- [65] Přepiora, V., Kuře, F., *Válcování /pomůcka pro cvičení/*, Ostrava, Vysoká škola báňská v Ostravě, 1990.
- [66] Dlouhy, J., Hauserova, D., Novy, Z., Accelerated Carbide Spheroidisation of 100CrMnSi6-4 Bearing Steel by Hot Rolling, In: *Selected Technical Papers STP1580: ASTM 10th International Symposium on Advances in Steel Technologies for Rolling Bearings*, 2014, in print.
- [67] Hauserova, D., Dlouhy, J., Novy, Z., Modification of Microstructure of 100CrMn6 Steel by Accelerated Carbide Spheroidisation Proces, In: *AIST Steel Properties and Applications Conference Proceedings - Combined with MS and T'12, Materials Science and Technology 2012*, pp. 241-247, ISBN 978-193511727-8.
- [68] Rudnev, V., Loveless, D., Cook, R., Black, M., *Handbook of Induction Heating*, 2003, ISBN: 0-8247-0848-2.
- [69] Hauserova, D., Dlouhy, J., Novy, Z., Effect of Heating Rate on Accelerated Carbide Spheroidisation (ASR) in 100CrMnSi6-4 Bearing Steel, *Archives of Metallurgy and Materials*, 2014, Vol. 59, ISSN 1733-3490, in print.
- [70] Hauserova, D., Dlouhy, J., Novy, Z., Microstructure and Properties of Hardened 100CrMnSi6-4 Bearing Steel after Accelerated Carbide Spheroidisation and Long-Duration Annealing, In: *Selected Technical Papers STP1580: ASTM 10th International Symposium on Advances in Steel Technologies for Rolling Bearings*, 2014, in print.
- [71] Pin on disk [online]. [vid. 2014-08-20] dostupné z:
http://www.utwente.nl/mechlab/mechanical_characterization/friction_and_wear/pinondisk.whlink/
- [72] Rusňák, Z., Stupka, K., Vrba, I.: Trvanlivost ložiskové oceli mimopecně rafinované a přetavené, *Hutnické listy*, 1989, 8, 577-583.
- [73] Určení velikosti ložiska [online]. [vid. 2014-08-20] <http://www.zkl.cz/cs/projekonstruktery/5-urceni-velikosti-loziska>

9 Seznam publikací

Patenty:

1. COMTES FHT, A.S. DOBŘANY. Způsob žhání ocelového polotovaru, původce vynálezu: Hauserová, D., Nový, Z., Dlouhý, J., Int. Cl. C21D 1/19, 1/26, 1/32. Česká Republika Patentový spis, 302676 B6. 2011-08-31.
2. COMTES FHT a.s., Dobřany, Způsob tepelného zpracování ložiskové oceli, Původce vynálezu: Hauserová, D., Nový, Z., Dlouhý, J., Diekmann, U., Přihláška vynálezu E204197.

Články v impaktovaném časopisu:

3. Hauserová, D., Nový, Z., Motyčka, P., Džugan, J., Q-P Process Optimization With the Use of Quenching Dilatometer, *Journal of Iron and Steel Research International*, 2011, Vol. 18, Supplement 1-1, pp. 417-421, ISSN 1006-706X.
4. Hauserova, D., Dlouhy, J., Novy, Z., Zrník, J., Accelerated Carbide Spheroidisation and refinement (ASR) of the C45 Steel during Induction Heating, *Materiali in Technologije/Materials and Technology*, 2013, Vol. 47, 6, pp. 701-705, ISSN 1580-2949.
5. Jirkova, H., Hauserova, D., Kucerova, L., Masek, B., Energy and Time Saving Low Temperature Thermomechanical Treatment of Low Carbon Plain Steel, *Materiali in Technologije/Materials and Technology*, 2013, Vol. 47, 3, pp. 335-339, ISSN 1580-2949.
6. Hauserova, D., Dlouhy, J., Novy, Z., Effect of Heating Rate on Accelerated Carbide Spheroidisation (ASR) in 100CrMnSi6-4 Bearing Steel, *Archives of Metallurgy and Materials*, 2014, Vol. 59, ISSN 1733-3490, in print.
7. Hauserova, D., Dlouhy, J., Novy, Z., Accelerated Carbide Spheroidisation and Refinement (ASR) of C45 Steel of the C45 Steel during Controlled Rolling, *Materiali in Technologije/Materials and Technology*, 2014, Vol. 48, 5, pp. 41-44, ISSN 1580-2949, in print.
8. Dlouhy, J., Hauserova, D., Novy, Z., Carbide Morphology and Ferrite Grain Size after Accelerated Carbide Spheroidisation and Refinement (ASR) of C45 Steel, *Materiali in Technologije/Materials and Technology*, 2015, Vol. 49, ISSN 1580-2949, in print.

Články v časopisu:

9. Hauserová, D., Dlouhý, J., Nový, Z., Zrník J., Duchek, M., Forming of C45 Steel at Critical Temperature, *Procedia Engineering*, 2011, Vol. 10, pp. 2955-2960, ISSN 1877-7058.

10. Hauserová, D., Duchek, M., Dlouhý, J., Nový, Z., Properties of Advanced Experimental CMnSiMo Steel Achieved by QP Process, *Procedia Engineering*, 2011, Vol. 10, pp. 2961-2966, ISSN 1877-7058.
11. Hauserová, D., Dlouhý, J., Nový, Z., Accelerated Spheroidisation of Carbides in Medium Carbon Steels, *INZYNIERIA POWIERZCHNI Surface Engineering*, 2011, ISSN 1426-1723.
12. Kučerová, L., Jirková, H., Hauserová, D., Mašek, B., Comparison of Microstructures and Properties Obtained after Different Heat Treatment Strategies of High Strength Low Alloyed Steel, *Journal of Iron and Steel Research International*, 2011, Vol. 18, Supplement 1-1, pp. 427-431, ISSN 1006-706X.
13. Hauserova, D., Dlouhy, J., Novy, Z., Zrník, J., New Process for Accelerated Carbide Spheroidisation of RSt 37-2 Steel, *International Heat Treatment and Surface Engineering*, 2011, Vol. 6 (1), pp. 43-46, ISSN 17495148.
14. Hauserova, D., Dlouhy, J., Novy, Z., Microstructure Development of Bearing Steel during Accelerated Carbide Spheroidisation, *Materials Science Forum*, 2014, Vol. 782, pp. 123-128, ISSN 0255-5476.
15. Dlouhy, J., Hauserova, D., Novy, Z., Shape Evolution of Cementite during Accelerated Carbide Spheroidisation, *Materials Science Forum*, 2014, Vol. 782, pp. 117-122, ISSN 0255-5476.

Ostatní:

16. Hauserová, D., Jirková, H., Mašek, B., Investigation of Phase Transformations in High-strength Low-alloyed Steel, In: *Proceedings of the 20th International DAAAM Symposium Intelligent Manufacturing & Automation: Theory, Practice & Education*, 2009, Vol. 20, No. 1, pp. 1897-1898, ISSN 1726-9679, ISBN 978-3-901509-70-4.
17. Kučerová, L., Aišman, D., Jirková, H., Mašek, B., Hauserová, D., Optimization of Q-P Process Parameters with Regard to Final Microstructures and Properties, In: *Proceedings of the 20th International DAAAM Symposium Intelligent Manufacturing & Automation: Theory, Practice & Education*, 2009, Vol. 20, No. 1, pp. 1035-1036, ISSN 1726-9679, ISBN 978-3-901509-70-4.
18. Hauserová, D., Stejskal, O., Nový, Z., Vliv parametrů tepelného zpracování na vývoj mikrostruktury nízkolegované vysokopevné oceli, In: *Metal 2009*, Ostrava: Tanger, 2009, pp. 80-89, ISBN 978-80-87294-04-8.
19. Hauserová, D., Dlouhý, J., Nový, Z., Stejskal, O., Rapid Carbide Spheroidization in C45 Steel, In: *Metal 2010*, Ostrava: Tanger Ltd., 2010, pp. 507-512, ISBN 978-80-87294-17-8.
20. Hauserová, D., Dlouhý, J., Nový, Z., Influence of Parameters of the QP Process on Properties and Microstructure of CMnSiMo Steel, In: *Metal 2010*, Ostrava: Tanger Ltd., 2010, pp. 524-528, ISBN 978-80-87294-17-8.

21. Kučerová, L., Jirková, H., Hauserová, D., Mašek, B., Analysis of 42SiCr Steel after Quenching and Partitioning by Laser Scanning Confocal Microscopy, In: *Metal 2010*, Ostrava: Tanger Ltd., 2010, pp. 534-539, ISBN 978-80-87294-17-8.
22. Hauserová, D., Dlouhý, J., Nový, Z., Poláková, I., Accelerated Carbide Spheroidization in C45 Steel, In: *23.DTZ 2010 23rd International Conference on Heat Treatment*, Jihlava, Czech Republic: Asociace pro tepelné zpracování kovů ECOSOND s.r.o., 2010, pp. 194-199, ISBN 978-80-904462-2-9.
23. Hauserová, D., Dlouhý, J., Nový, Z., Accelerated Spheroidization and Refinement in C45 Steel, In: *Proceedings of the 21st International DAAAM Symposium Intelligent Manufacturing & Automation: Focus on Interdisciplinary Solutions*, 2010, Vol. 21, No. 1, pp. 741-742, ISSN 1726-9679, ISBN 978-3-901509-73-5.
24. Jirková, H., Kučerová, L., Malina, J., Hauserová, D., Aišman, D., Mašek, B., Influence of Low Temperature Thermomechanical Treatment on Carbide Morphology of RSt37-2 Steel, In: *Proceedings of the 21st International DAAAM Symposium Intelligent Manufacturing & Automation: Focus on Interdisciplinary Solutions*, 2010, Vol. 21, No. 1, pp. 25-26, ISSN 1726-9679, ISBN 978-3-901509-73-5.
25. Klauberová, D., Jirková, H., Kučerová, L., Mašek, B., Hauserová, D., Jeníček, Š., Influence of Deformation Intensity and Cooling Parameters on Microstructure Development in QP Process, In: *Proceedings of the 21st International DAAAM Symposium Intelligent Manufacturing & Automation: Focus on Interdisciplinary Solutions*, 2010, Vol. 21, No. 1, pp. 25-26, ISSN 1726-9679, ISBN 978-3-901509-73-5.
26. Hauserová, D., Dlouhý, J., Nový, Z., Zrník, J., Influence of Carbides Spheroidisation on Mechanical Properties in Medium Carbon Steel, In: *COMAT 2010, Plzeň: COMTES FHT a.s.*, 2010, pp. 140-147, ISBN 978-80-254-8683-2.
27. Hauserová, D., Dlouhý, J., Nový, Z., Zrník, J., Development of Accelerated Carbide Spheroidization Process in C45 Steel, In: *Proceedings of International Conference o Advanced Steels*, 2010, Metallurgical Industry Press, China, ISBN 978-7-5024-5423-4.
28. Mašek B., Jirková H., Hauserová D., Kučerová L., Klauberová D., The Effect of Mn and Si on the Properties of Advanced High Strength Steels Processed by Quenching and Partitioning, *Materials Science Forum*, 2010, Switzerland, Vol. 654-656, pp. 94-97, ISBN 978-80-87294-17-8.
29. Hauserová, D., Dlouhý, J., Nový, Z., Motyčka, P., Q-P Processing of High-Strength Low-Alloyed Steel Sheets, In: *Metal 2011*, Ostrava: Tanger Ltd., 2011, pp. 468, ISBN 978-80-87294-24-6.
30. Dlouhý, J., Hauserová, D., Nový, Z., Zrník, J., Accelerated Carbide Spheroidisation and Grain Refinement (ASR) in Rst37-2 Steel, In: *Metal 2011*, Ostrava: Tanger Ltd., 2011, pp. 480, ISBN 978-80-87294-24-6.
31. Kučerová, L., Jirková, H., Hauserová, D., Mašek, B., Comparison of the Results Obtained by Q-P Process and Conventional Quenching and Tempering, In: *12. česko-slovenské*

- konference Přínos metalografie pro řešení výrobních problémů*, Lázně Libverda, 2011, ČVUT v Praze a Výzkumný a zkušební ústav Plzeň s.r.o. (eds.), Česká technika – nakladatelství ČVUT Praha, 2011, pp. 51-54, ISBN 978-80-01-04822-1.
32. Hauserová, D., Dlouhý, J., Nový, Z., Zrník, J., Accelerated Carbide Spheroidisation in 100Cr6 Steel, In: *Proceedings of the 22nd International DAAAM Symposium Intelligent Manufacturing & Automation: Power of Knowledge and Creativity*, 2011, Vol. 22, No. 1, pp. 533-534, ISSN 1726-9679, ISBN 978-3-901509-83-4.
 33. Dlouhy, J., Hauserova, D., Novy, Z., Zrník, J., Accelerated Carbide Spheroidisation and Refinement (ASR) of AISI 1042 Steel, In: *Materials Science and Technology Conference and Exhibition 2011*, MS and T'11, Vol. 1, pp. 492-499, ISBN 978-161839261-9.
 34. Dlouhy, J., Hauserova, D., Novy, Z., Zrník, J., Accelerated Carbide Spheroidization and Refinement (ASR) of AISI 1042 steel. In AIST Steel Properties and Applications Conference Proceedings - Combined with MS and T'11, In: *Materials Science and Technology 2011*, pp. 183-190, ISBN 978-193511722-3.
 35. Hauserova D., Dlouhy J., Novy Z., Zrník J., New Approach in Accelerated Carbide Spheroidisation in 100CrMnSi6-4 High-carbon Chromium Steel, In: *COMAT 2012*, Ostrava: Tanger Ltd., 2012, ISBN 978-80-87294-34-5.
 36. Hauserova, D., Dlouhy, J., Novy, Z., Accelerated Carbide Spheroidisation in 100CrMn6 Bearing Steel, In: *Metal 2012*, Ostrava: Tanger Ltd., 2012, pp. 545-549, ISBN 978-80-87294-31-4.
 37. Dlouhy, J., Hauserova, D., Novy, Z., Accelerated Carbide Spheroidisation (ASR) in Low-Alloyed Steels, In: *Metal 2012*, Ostrava: Tanger Ltd., 2012, pp. 539-544, ISBN 978-80-87294-31-4.
 38. Hauserova, D., Dlouhy, J., Novy, Z., Modification of Microstructure of 100CrMn6 Steel by Accelerated Carbide Spheroidisation Process, In: *AIST Steel Properties and Applications Conference Proceedings - Combined with MS and T'12, Materials Science and Technology 2012*, pp. 241-247, ISBN 978-193511727-8.
 39. Hauserova, D., Dlouhy, J., Novy, Z., Microstructure and Properties of Hardened 100CrMnSi6-4 Bearing Steel after Accelerated Carbide Spheroidisation and Long-Duration Annealing, In: *Selected Technical Papers STP1580: ASTM 10th International Symposium on Advances in Steel Technologies for Rolling Bearings*, 2014, in print.
 40. Dlouhy, J., Hauserova, D., Novy, Z., Accelerated Carbide Spheroidisation of 100CrMnSi6-4 Bearing Steel by Hot Rolling, In: *Selected Technical Papers STP1580: ASTM 10th International Symposium on Advances in Steel Technologies for Rolling Bearings*, 2014, in print.